

Frontier Materials & Technologies

Основан в 2008 г.

№ 3

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 16.09.2024.
Выход в свет 30.09.2024.
Формат 60×84 1/8.
Печать цифровая.
Усл. п. л. 14,4.
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: [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>

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

Scopus AuthorID: [6701501345](#)

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

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

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

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: [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

Самораспространяющийся высокотемпературный синтез порошковой композиции AlN–TiC с применением азиды натрия и фторопласта C₂F₄ Белова Г.С., Титова Ю.В., Майдан Д.А., Якубова А.Ф.	9
Коррозионно-механическое разрушение бейнитных структур в нефтепромысловых средах Выбойщик М.А., Грузков И.В.	17
Влияние микролегирования фосфором на структурообразование многокомпонентной латуни ЛМцАЖН Гнусина А.М., Святкин А.В.	31
Влияние размера зерна на закономерности водородного охрупчивания многокомпонентного сплава (FeCrNiMnCo)₉₉N₁ Гуртова Д.Ю., Панченко М.Ю., Мельников Е.В., Астапов Д.О., Астафурова Е.Г.	41
Точность геометрической формы отверстия в продольном сечении при хонинговании Денисенко А.Ф., Гришин Р.Г., Антипова Е.Д.	53
Влияние режима 3D-печати на химический состав и структуру стали 30ХГСА Кабалдин Ю.Г., Аносов М.С., Мордовина Ю.С., Чернигин М.А.	63
Микроструктура, кристаллографическая текстура и механические свойства сплава Zn–1%Mg–1%Fe, подвергнутого интенсивной пластической деформации Ситдииков В.Д., Хафизова Э.Д., Поленок М.В.	75
Импульсная диффузионная сварка охватывающих соединений Стрижаков Е.Л., Нескоромный С.В., Людмирский Ю.Г., Мордовцев Н.А.	89
Влияние элементов режима резания на технологические параметры процесса фрезерования заготовок тонкостенных деталей из титанового сплава Унянин А.Н., Чуднов А.В.	99
Микроструктура и прочность 3D-напечатанного сплава Ti–6Al–4V, подвергнутого кручению под высоким давлением Усманов Э.И., Савина Я.Н., Валиев Р.Р.	109
НАШИ АВТОРЫ.....	117

CONTENT

Self-propagating high-temperature synthesis of AlN–TiC powder composition using sodium azide and C₂F₄ fluoroplastic Belova G.S., Titova Yu.V., Maidan D.A., Yakubova A.F.	9
Corrosion-mechanical destruction of bainite structures in oilfield environments Vyboishchik M.A., Gruzkov I.V.	17
The influence of phosphorus microalloying on the structure formation of CuZn32Mn3Al2FeNi multicomponent brass Gnusina A.M., Svyatkin A.V.	31
The influence of grain size on hydrogen embrittlement of a multicomponent (FeCrNiMnCo)₉₉N₁ alloy Gurtova D.Yu., Panchenko M.Yu., Melnikov E.V., Astapov D.O., Astafurova E.G.	41
Accuracy of the geometric shape of the hole in the longitudinal section during honing Denisenko A.F., Grishin R.G., Antipova E.D.	53
The influence of 3D printing mode on the chemical composition and structure of 30HGSA steel Kabaldin Yu.G., Anosov M.S., Mordovina Yu.S., Chernigin M.A.	63
Microstructure, crystallographic texture and mechanical properties of the Zn–1%Mg–1%Fe alloy subjected to severe plastic deformation Sitdikov V.D., Khafizova E.D., Polenok M.V.	75
Pulse diffusion welding of female joints Strizhakov E.L., Nescoromniy S.V., Lyudmirsky Yu.G., Mordovtsev N.A.	89
The influence of cutting mode elements on the technological parameters of the process of milling blanks of titanium alloy thin-walled parts Unyanin A.N., Chudnov A.V.	99
Microstructure and strength of a 3D-printed Ti–6Al–4V alloy subjected to high-pressure torsion Usmanov E.I., Savina Ya.N., Valiev R.R.	109
OUR AUTHORS	117

Самораспространяющийся высокотемпературный синтез порошковой композиции AlN–TiC с применением азида натрия и фторопласта C₂F₄

© 2024

Белова Галина Сергеевна^{*1}, кандидат технических наук, младший научный сотрудник
лаборатории «Цифровые двойники материалов и технологических процессов их обработки»

*Титова Юлия Владимировна*², кандидат технических наук, доцент,
доцент кафедры «Металловедение, порошковая металлургия, наноматериалы»

*Майдан Дмитрий Александрович*³, кандидат технических наук, доцент,
доцент кафедры «Металловедение, порошковая металлургия, наноматериалы»

*Якубова Алсу Фаридовна*⁴, аспирант

Самарский государственный технический университет, Самара (Россия)

*E-mail: galya.belova.94@mail.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6430-9408>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6292-280X>

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0195-4506>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6081-8264>

Поступила в редакцию 26.06.2023

Принята к публикации 13.02.2024

Аннотация: Получение порошковых композиций с помощью обычной технологии обработки может привести к образованию крупных агломератов и, следовательно, осложняет получение однородной микроструктуры. Производство композитов методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза может снизить затраты и количество технологических стадий, а также привести к получению более однородных композитов. Для получения высокодисперсной порошковой керамической композиции AlN–TiC применен синтез методом горения смесей порошковых реагентов азида натрия (NaN₃), фторопласта (C₂F₄), алюминия и титана при разном соотношении реагентов в атмосфере газообразного азота при давлении 4 МПа. Термодинамические расчеты подтвердили возможность синтеза композиции AlN–TiC разного состава в режиме горения. Экспериментально определены зависимости температуры и скорости горения от состава исходных смесей реагентов по всем стехиометрическим уравнениям реакций. Показано, что экспериментально найденные зависимости параметров горения от соотношения исходных компонентов соответствуют теоретическим результатам термодинамических расчетов. Состав синтезированной композиции отличается от теоретического состава меньшим содержанием целевых фаз и образованием побочных фаз Al₂O₃, Na₃AlF₆ и TiO₂. Порошковая композиция представляет собой волокна нитрида алюминия диаметром 100–250 нм и ультрадисперсные частицы преимущественно равноосной и пластинчатой форм с размером частиц 200–600 нм. При увеличении температуры горения для получения наибольшего количества фазы карбида титана наблюдается укрупнение размера частиц до микронного уровня.

Ключевые слова: горение; самораспространяющийся высокотемпературный синтез; керамический порошок; нитридно-карбидная композиция; азид натрия; фторопласт (политетрафторэтилен); нитрид алюминия; карбид титана.

Благодарности: Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда в рамках проекта № 23-29-00680, <https://rscf.ru/project/23-29-00680/>.

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

Для цитирования: Белова Г.С., Титова Ю.В., Майдан Д.А., Якубова А.Ф. Самораспространяющийся высокотемпературный синтез порошковой композиции AlN–TiC с применением азида натрия и фторопласта C₂F₄ // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 3. С. 9–16. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-3-69-1.

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время в автомобильной и аэрокосмической промышленности востребованы материалы, обладающие малым весом, высокой прочностью, коррозионной стойкостью и износостойкостью [1; 2]. Хотя алюминиевые сплавы удовлетворяют требованиям к легкому весу (низкой плотности), они обладают низкой прочностью и твердостью. Алюминиевые сплавы характеризуются превосходной формовкостью в дополнение к высокой теплопроводности и хорошей коррозионной стойкости [3]. Многочисленные исследования, посвященные ме-

талломатричным композитам (ММК) на основе алюминия, установили, что ММК на основе Al, армированные частицами TiC, благодаря своим превосходным механическим и физическим свойствам особенно привлекательны для применения в аэрокосмической, автомобильной, оборонной и строительной промышленности [4; 5]. С учетом вышесказанного, TiC вызывает растущий интерес у исследователей благодаря своей высокой твердости, модулю упругости, низкой плотности, относительно высокой температурной стабильности и хорошей смачиваемости алюминием [5].

Прочность нанокompозита на сжатие положительно коррелирует с содержанием армирующего компонента. Максимальная прочность на сжатие высокоармированного нанокompозита составляет 233 МПа, что гораздо выше, чем у неармированного алюминиевого сплава. Нанокompозит с содержанием до 0,5 мас. % TiC характеризуется более низкой относительной плотностью из-за преобладания упрочнения при обработке. Использование более мелкого порошка будет способствовать увеличению относительной плотности. Высокопрочный нанокompозит продемонстрировал твердость 1,18 ГПа после спекания при температуре 873 К. Это значение в три раза выше, чем у неармированного микрористаллического образца, и в два раза выше, чем у неармированного нанокрystalлического образца [6].

При синтезировании композиции AlN–TiC в системе Al–C–N образуется, помимо целевых фаз нитрида алюминия (AlN) и карбида титана (TiC), некоторое количество тройного карбонитрида алюминия, включая Al_3C_3N и $Al_6C_3N_2$. Эти материалы обычно получают при относительно высокой температуре спекания. В работе [7] указано, что Al_3C_3N образуется, только когда образцы подвергаются горячему прессованию при ~2073 К.

По сравнению с другими методами получения керамических композиций, синтез горением, или высокотемпературное спекание с самораспространением волны горения, представляет интерес из-за очевидных преимуществ, таких как небольшая продолжительность процесса, низкие энергозатраты и высокий выход чистых продуктов. Синтез горением использовался для синтеза многих материалов [8], включая нитрид алюминия (AlN) и карбид (TiC).

Возможность получения твердого раствора $Ti_2AlC_{0,5}N_{0,5}$ из порошковых смесей, состоящих из Ti, Al_4C_3 и Al или AlN, исследовали методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) в газообразном азоте. Молярное соотношение трех порошковых реагентов составляло Ti : Al_4C_3 : Al (AlN) = 2 : 1/6 : 1/3. Для обоих типов образцов повышение давления азота с 0,45 до 1,82 МПа увеличивает температуру горения и таким образом ускоряет распространение фронта реакции. По сравнению с инертным AlN, частицы Al энергично реагировали с Ti и N_2 во время процесса СВС, что привело к более высокой экзотермичности реакции для образца, содержащего Al, чем для образца, содержащего AlN. Твердый раствор $Ti_2AlC_{0,5}N_{0,5}$ являлся основной фазой в конечных продуктах из порошковых прессовок Ti– Al_4C_3 –Al. Однако повышение давления азота отрицательно сказалось на выделении $Ti_2AlC_{0,5}N_{0,5}$, поскольку Ti был чрезмерно азотирован, Al также вступал в реакцию с азотом. Когда AlN использовали для замены Al, образование $Ti_2AlC_{0,5}N_{0,5}$ ухудшалось из-за слабой экзотермичности и дефицита TiAl. Кроме того, в продуктах, синтезированных из образцов Ti– Al_4C_3 –AlN при давлении азота 1,48 и 1,82 МПа, преобладал карбонитрид титана Ti(C,N). Это означает, что использование нитрида алюминия вместо алюминия нежелательно для получения $Ti_2AlC_{0,5}N_{0,5}$ путем синтеза с использованием газообразного азота [9; 10].

Процесс СВС привлекателен из-за своей простоты и экономичности, он является одним из перспективных *in situ* методов прямого синтеза керамических порошков внутри нужной композиции из смеси исходных

дешевых реагентов. СВС с использованием азидов натрия и газифицирующихся галоидных солей имеет такие отличительные особенности, как сравнительно низкие температуры горения, образование большого количества промежуточных паро- и газообразных продуктов реакций, а также конечных побочных конденсированных и газообразных продуктов, разделяющих частицы целевых порошков, что позволяет синтезировать высокодисперсную (<1 мкм) порошковую композицию AlN–TiC [11; 12].

Синтез обеих целевых фаз непосредственно в объеме композиционного порошка (*in situ*) из недорогих реагентов, а не заранее с последующим механическим смешиванием (*ex situ*) дорогих нанопорошков позволяет достичь высокой однородности смеси синтезированных недорогих высокодисперсных нитридно-карбидных композиций.

Цель исследования – применение активирующей добавки фторопласта (C_2F_4) для получения высокодисперсной композиции порошков AlN–TiC с различным соотношением фаз методом азидного самораспространяющегося высокотемпературного синтеза.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Для синтеза целевых композиций AlN–TiC с мольным соотношением фаз от 1:4 до 4:1 были использованы следующие уравнения химических реакций:



Если перейти от ожидаемого согласно этим стехиометрическим уравнениям состава композиций AlN–TiC в молях к составу в мас. %, учитывая молекулярные массы фаз, получатся следующие соотношения ожидаемого теоретического состава синтезируемых композиций AlN–TiC после удаления водорастворимой побочной соли NaF:

$$(1): AlN+TiC=40,6 \% AlN+59,4 \% TiC;$$

$$(2): AlN+2TiC=25,5 \% AlN+74,5 \% TiC;$$

$$(3): AlN+4TiC=14,6 \% AlN+85,4 \% TiC;$$

$$(4): 2AlN+TiC=57,8 \% AlN+42,2 \% TiC;$$

$$(5): 4AlN+TiC=73,3 \% AlN+26,7 \% TiC.$$

Для прогнозирования возможности протекания реакций в режиме горения через определение тепловых эффектов (энтальпия), адиабатических температур и составов продуктов синтеза проводились соответствующие термодинамические расчеты с помощью компьютерной программы Thermo.

При экспериментальном исследовании в качестве исходного сырья использовались: порошок алюминия марки АСД-4 (содержание основного вещества $\geq 98,8$ мас. %, средний размер частиц 5 мкм), титана марки ПТМ ($\geq 99,7$ мас. %, 5 мкм), порошок фторопласта классификации «Ч» ($\geq 99,1$ мас. %, 20 мкм), порошок азид натрия классификации «Ч» ($\geq 98,71$ мас. %, 100 мкм). Сжигание смеси исходных реагентов (шихты) с насыпной относительной плотностью 0,4 проводилось в калковом стаканчике диаметром 30 мм и высотой 45 мм, обернутом углетканью, в лабораторном реакторе СВС-Аз объемом 4,5 л с двумя термопарами при давлении азота 4 МПа.

С помощью термопар (термопарная проволока типа ВР5-20, ТУ 48-1941-73, ОАО «Московский электроламповый завод», Москва, Россия) измерялись температуры горения и рассчитывались скорости горения. С помощью манометра (МП4-У, 1,5 кгс/см², ОАО «Манотомь», входит в общую установку СВС-реактора постоянного давления с вытяжным шкафом (бронекabinной)) определялось изменение давления в реакторе в процессе горения.

Полученный продукт синтеза взвешивался и сравнивался с теоретическим выходом по реакциям (1)–(5). Продукт горения отмывался дистиллированной водой от водорастворимых примесей, при этом определялся кислотно-щелочной баланс промывной воды, чтобы определить наличие свободного натрия в продукте горения и полноту прохождения химической реакции. Промывка заключалась в разбавлении порошков дистиллированной водой в соотношении 1:10 при комнатной температуре, взмучивании полученной суспензии и последующей фильтрации целевых продуктов в вакуум-воронке в течение 5–10 мин. Значение pH=7 свидетельствует об отсутствии свободного фтора/натрия, что косвенно подтверждает полноту превращения исходных компонентов в продукты реакции.

Проведено экспериментальное исследование процесса горения с термопарными измерениями температур и скоростей горения. Исследование продуктов горения с применением растровой электронной микроскопии и рентгенофазового анализа показало, что применение азидного СВС с добавлением в исходную шихту C₂F₄ в качестве

источника углерода позволяет синтезировать порошковую композицию AlN–TiC различного состава.

Фазовый состав синтезированных продуктов горения определяли на автоматизированном рентгеновском дифрактометре марки ARL X'tra (Thermo Scientific). Использовали Cu-излучение с непрерывным сканированием в интервале углов 2θ от 20 до 80° со скоростью 2 град/мин. Полученные спектры обрабатывали с помощью пакета прикладных программ WinXRD. Количественный фазовый анализ производился методом полнопрофильного анализа (методом Ритвельда) при помощи программы PDXL 1.8.1.0 с использованием баз кристаллографических данных PDF-2009 и COD-2019. Суть метода заключается в использовании профильных интенсивностей вместо интегральных, что позволяет извлечь максимальное количество информации, содержащейся в экспериментах пошагового сканирования порошковых дифрактограмм. Исследование морфологии частиц порошка проводилось на растровом электронном микроскопе Jeol JSM-6390A с приставкой JeolJED-2200.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Термодинамический анализ возможности образования композиций

Результаты термодинамических расчетов реакций горения (1)–(5) с помощью программы Thermo представлены в таблице 1.

Из представленных данных видно, что все реакции обладают высокими адиабатическими температурами, достаточными для реализации процесса СВС в режиме горения, а также образования целевых фаз нитрида алюминия и карбида титана. Энтальпия реакции увеличивается и сильно зависит от соотношения нитридной и карбидной фаз в продуктах реакции. Минимальное значение энтальпии соответствует уравнению (1), максимальное значение энтальпии реакции рассчитано для уравнения (5). Равновесные концентрации продуктов реакций соответствуют правым частям уравнений (1)–(5), т. е. целевым фазам нитрида алюминия (AlN) и карбида титана (TiC).

Таблица 1. Результаты термодинамического анализа реакций (1)–(5)
Table 1. Results of thermodynamic analysis of reactions (1)–(5)

Состав исходной смеси порошков в реакциях	Энтальпия, кДж	Адиабатическая температура, К	Количество, моль			
			AlN	TiC	NaF	N ₂
2Al+2Ti+4NaN ₃ +C ₂ F ₄	-2139	2768	1,00	4,00	4,00	5,50
Al+2Ti+4NaN ₃ +C ₂ F ₄	-2298	2798	1,00	2,00	4,00	5,50
Al+4Ti+8NaN ₃ +2C ₂ F ₄	-2616	2920	2,00	2,00	4,00	5,00
4Al+2Ti+4NaN ₃ +C ₂ F ₄	-3252	3120	4,00	2,00	4,00	4,00
8Al+2Ti+4NaN ₃ +C ₂ F ₄	-4524	3278	8,00	2,00	4,00	2,00

Результаты эксперимента

Результаты экспериментального определения температуры (T_{Γ}) и скорости (U_{Γ}) горения шихт СВС-Аз для синтеза керамических нитридно-карбидных композиций AlN–TiC представлены в таблице 2.

Из представленных в таблице 2 данных видно, что экспериментальные максимальные температуры горения соответствуют расчетным значениям адиабатических температур таблицы 1, но несколько меньше последних из-за теплопотерь в зоне горения. Минимальные значения температуры и скорости горения наблюдаются в уравнении (1), которое соответствует соотношению фаз AlN : TiC = 1 : 1.

На рис. 1 представлены результаты микроструктурного анализа продуктов горения исходных смесей порошков (шихт), представленных уравнениями реакций (1)–(5), после водной промывки от побочной водорастворимой соли NaF. Из рис. 1 а видно, что продукты горения шихты реакции (1) состоят преимущественно из волокон нитрида алюминия диаметром 100–250 нм и ультрадисперсных частиц карбида титана пластинчатой формы размером 200–600 нм. При уменьшении содержания алюминия в исходной смеси в 2 раза (уравнение (2), рис. 1 б) продукт горения представлен преимущественно частицами карбида титана пластинчатой формы размером 200–600 нм и небольшим количеством волокон нитрида алюминия диаметром от 100 до 200 нм. При уменьшении содержания алюминия в два раза с одновременным увеличением содержания титана в два раза по сравнению с исходной смесью (уравнение (3), рис. 1 с) продукты горения представляют собой частицы карбида титана равноосной и пластинчатой форм размером 200–600 нм. На рис. 1 d и 1 e отчетливо видны волокна нитрида алюминия диаметром 100–300 и 100–400 нм соответственно.

Результаты качественного и количественного рентгенофазового анализа продуктов горения исходных смесей порошков (шихт), представленных уравнениями реакций (1)–(5), после операции водной промывки обобщены в таблице 3.

Результаты рентгенофазового анализа (таблица 3) показывают образование пяти фаз: целевых фаз нитрида алюминия (AlN) и карбида титана (TiC), побочных

фаз гексафторалюмината натрия (Na_3AlF_6), а также оксидов титана и алюминия (TiO_2 , Al_2O_3). Так, продукты реакции (1) состоят из: AlN – 32,5 %, TiC – 47,4 %, Na_3AlF_6 – 6,5 %, TiO_2 – 12,8 %, Al_2O_3 – 0,8 %. Таким образом, синтезированная композиция отличается от ожидаемого теоретического состава (1) 40,6 % AlN – 59,4 % TiC меньшим содержанием целевых фаз, при этом их соотношение сохраняется, и наличием побочных продуктов реакции, суммарное количество которых составляет 20,1 %.

При уменьшении содержания алюминия в два раза по сравнению с шихтой (1) продукты горения шихты (2) также состоят из пяти фаз: AlN – 20,6 %, TiC – 61,2 %, TiO_2 – 13,1 %, Al_2O_3 – 0,3 %, Na_3AlF_6 – 4,8 %. В целом состав синтезированной композиции отличается от ожидаемого теоретического состава (2) 25,5 % AlN – 74,5 % TiC недостаточным содержанием целевых фаз, при этом их соотношение сохраняется, а суммарное количество побочных продуктов реакции немного меньше, чем для шихты (1) – 18,2 %.

При уменьшении содержания алюминия в два раза с одновременным увеличением содержания титана в два раза по сравнению с шихтой (1) продукты горения шихты (3) содержат всего три фазы: AlN – 14,4 %, TiC – 71,5 %, TiO_2 – 14,5 %, с наибольшим количеством карбида титана. Такой состав композиции отличается от ожидаемого состава (3) 14,6 % AlN – 85,4 % TiC наличием оксида титана.

В результате горения шихты (4) с добавлением четырех молей алюминия по сравнению с шихтой (1) и при том же содержании титана образуются уже четыре фазы: AlN – 53,2 %, TiC – 31,4 %, TiO_2 – 11,6 %, Al_2O_3 – 3,8 %. Состав синтезированной композиции отличается от теоретического состава (4) 57,8 % AlN – 42,2 % TiC наличием оксидов титана и алюминия в количестве 15,4 %.

С увеличением содержания алюминия в четыре раза по сравнению с шихтой (1) и том же содержании титана продукты горения представляют собой аналогичные шихте (4) фазы: AlN – 66,4 %, TiC – 15,6 %, TiO_2 – 11,9 %, Al_2O_3 – 6,1 %. Данная композиция также отличается от теоретического состава (5) 73,3 % AlN – 26,7 % TiC наличием побочных оксидов титана и алюминия в количестве 18 %.

Таблица 2. Параметры горения исходных порошковых смесей реакций (1)–(5)
Table 2. Combustion parameters of initial powder mixtures of reactions (1)–(5)

Состав исходной смеси порошков в реакциях	Температура горения, T_{Γ} , °C	Скорость горения, U_{Γ} , см/с	Максимальное давление, МПа	pH	Практический выход продуктов горения, г
$2\text{Al}+2\text{Ti}+4\text{NaN}_3+\text{C}_2\text{F}_4$	2420	0,72	7,2	8	20,3
$\text{Al}+2\text{Ti}+4\text{NaN}_3+\text{C}_2\text{F}_4$	2520	0,77	7,8	8	17,0
$\text{Al}+4\text{Ti}+8\text{NaN}_3+2\text{C}_2\text{F}_4$	2670	0,81	7,0	8	16,2
$4\text{Al}+2\text{Ti}+4\text{NaN}_3+\text{C}_2\text{F}_4$	2700	0,75	7,3	8	18,3
$8\text{Al}+2\text{Ti}+4\text{NaN}_3+\text{C}_2\text{F}_4$	2940	0,87	6,5	8	20,5

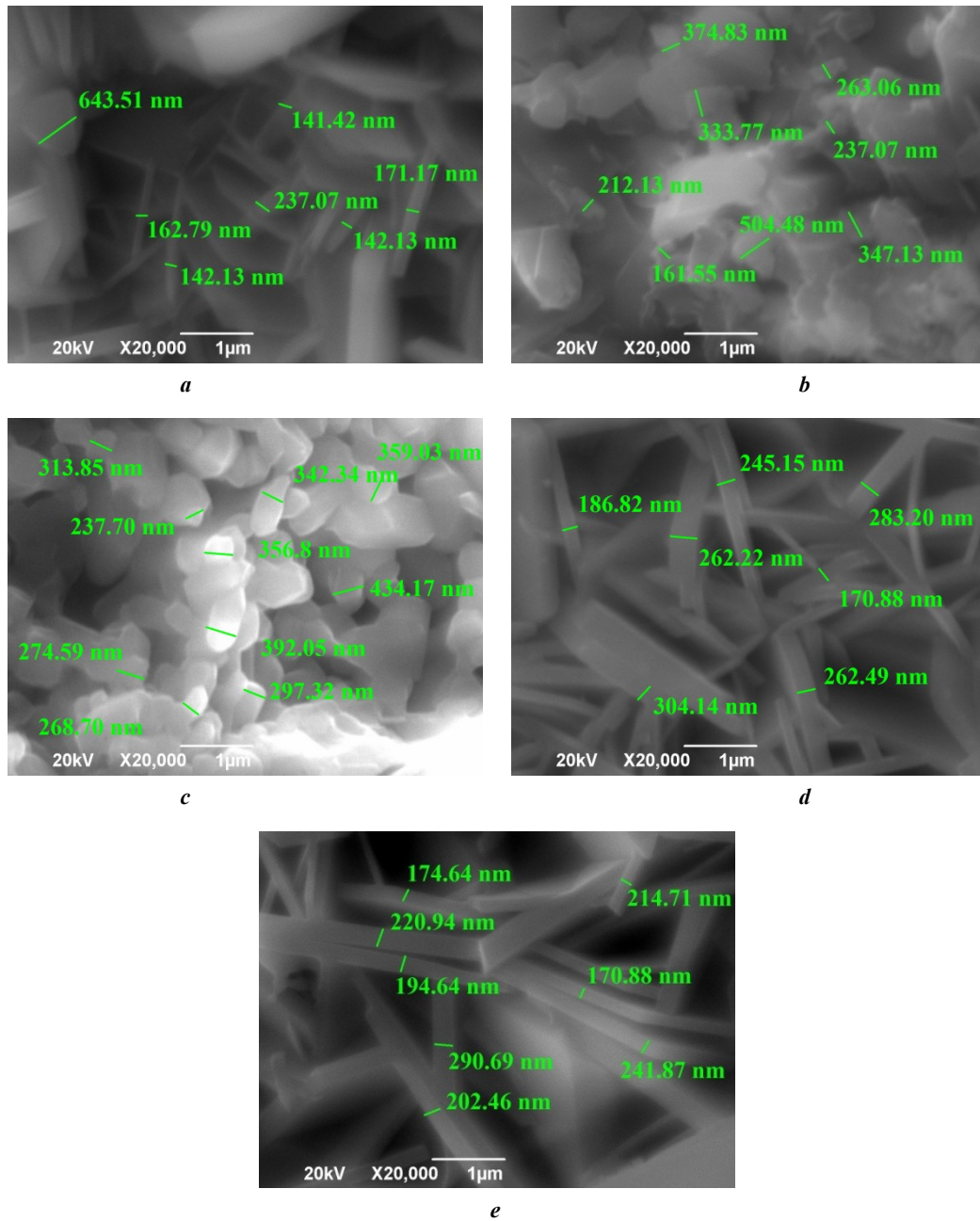


Рис. 1. Морфология частиц продуктов горения системы $Al-Ti-NaN_3-C_2F_4$:
a – $2Al+2Ti+4NaN_3+C_2F_4$; **b** – $Al+2Ti+4NaN_3+C_2F_4$; **c** – $Al+4Ti+8NaN_3+2C_2F_4$;
d – $4Al+2Ti+4NaN_3+C_2F_4$; **e** – $8Al+2Ti+4NaN_3+C_2F_4$
Fig. 1. Morphology of particles of combustion products of the $Al-Ti-NaN_3-C_2F_4$ system:
a – $2Al+2Ti+4NaN_3+C_2F_4$; **b** – $Al+2Ti+4NaN_3+C_2F_4$; **c** – $Al+4Ti+8NaN_3+2C_2F_4$;
d – $4Al+2Ti+4NaN_3+C_2F_4$; **e** – $8Al+2Ti+4NaN_3+C_2F_4$

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Представленные экспериментальные результаты синтеза композиции высокодисперсных керамических порошков $AlN-TiC$ получены при использовании фторопласта (C_2F_4) с заданными молярными соотношениями нитридной и карбидной фаз: 1:1, 1:2, 1:4, 2:1, 4:1. Найдены экспериментальные составы продуктов синтеза при сжигании исходных порошковых смесей реагентов с фторопластом согласно стехиометрическим уравнениям азидного СВС (1)–(5). Показано, что экспериментальные составы могут значительно отличаться от теоретических фазовых составов согласно исходным стехиометрическим уравнениям и результатам термодинамических расчетов. Эти отличия заключаются в меньшем реальном содержании целевых фаз нитрида алюминия и карбида титана в составе всех продуктов горения, синтезированных экспериментально, а также в присутствии побочных фаз оксидов титана и алюминия и гексафторалюмината натрия (TiO_2 , Al_2O_3 , Na_3AlF_6), которых не должно быть согласно теоретическим расчетам. Отметим, что в наших предыдущих исследованиях показано, что нитрид алюминия, полученный

ретенческих фазовых составов согласно исходным стехиометрическим уравнениям и результатам термодинамических расчетов. Эти отличия заключаются в меньшем реальном содержании целевых фаз нитрида алюминия и карбида титана в составе всех продуктов горения, синтезированных экспериментально, а также в присутствии побочных фаз оксидов титана и алюминия и гексафторалюмината натрия (TiO_2 , Al_2O_3 , Na_3AlF_6), которых не должно быть согласно теоретическим расчетам. Отметим, что в наших предыдущих исследованиях показано, что нитрид алюминия, полученный

Таблица 3. Результаты качественного и количественного рентгенофазового анализа реакций (1)–(5)
 Table 3. Results of qualitative and quantitative X-ray phase analysis of reactions (1)–(5)

Теоретический состав, %		Соотношение AlN:TiC	Экспериментальный состав, %				
AlN	TiC		AlN	TiC	Na ₃ AlF ₆	TiO ₂	Al ₂ O ₃
40,6	59,4	1:1	32,5	47,4	6,5	12,8	0,8
25,5	74,5	1:2	20,6	61,2	4,8	13,1	0,3
14,6	85,4	1:4	14,4	71,5	–	14,5	–
57,8	42,2	2:1	53,2	31,4	–	11,6	3,8
73,3	26,7	4:1	66,4	15,6	–	11,9	6,1

методом азидного СВС, всегда содержит в своем составе труднорастворимую примесь – гексафторалюминат натрия [12; 13]. Однако в данной работе гексафторалюминат натрия образовался только при горении шихт (1) и (2).

Несмотря на то что продукты реакции содержат побочные оксидные фазы в значительном количестве, использование фторопласта в качестве источника углерода позволило повысить выход целевого карбида, чего не удавалось достичь при использовании сажи (технического углерода) в более ранних исследованиях [14–17].

Таким образом, в случае практического применения процесса СВС-Аз для получения высокодисперсной нитридно-карбидной композиции AlN–TiC рекомендуется использовать для синтеза фторопласт, при этом требуются дальнейшие исследования с целью предотвращения образования и/или удаления оксидов из синтезируемых порошковых композиций.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

Обоснованы составы исходных смесей реагентов и составлены соответствующие стехиометрические уравнения реакций азидного СВС порошковых композиций AlN–TiC с заданными молярными нитридной и карбидной фазами: 1:1, 1:2, 1:4, 2:1, 4:1.

Показано, что в случае всех составленных уравнений реакций тепловые эффекты и адиабатические температуры достаточно высоки для протекания реакций в режиме горения и образования целевых продуктов в полном соответствии со стехиометрическими уравнениями и заданными молярными соотношениями нитридной и карбидной фаз.

При исследовании морфологии продуктов горения показано, что в большинстве случаев применение процесса азидного СВС с выбранными составами исходных смесей реагентов приводит к получению высокодисперсных композиций порошков в виде волокон диаметром 100–250 нм и частиц равноосной и пластинчатой форм размером 200–600 нм.

Установлено, что экспериментальный фазовый состав значительно отличается от теоретического фазового состава присутствием в составе композиций побочных фаз оксидов титана и алюминия, а в некоторых

случаях – гексафторалюмината натрия. При увеличении температуры горения для получения наибольшего количества фазы карбида титана наблюдается укрупнение размера частиц до микронного уровня.

Таким образом, при горении порошковых смесей азид натрия, фторопласта (C₂F₄), алюминия и титана в атмосфере азота можно синтезировать высокодисперсную композицию керамических порошков AlN–TiC различного состава. Однако в состав синтезированных композиций наряду с целевыми фазами входят побочные оксиды (TiO₂, Al₂O₃) и гексафторалюминат натрия (Na₃AlF₆). Дальнейшие исследования будут направлены на предотвращение образования и/или удаление оксидов и субфторидов из синтезируемых порошковых композиций.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Han Jishuo, Li Yong, Ma Chenhong, Zheng Qingyao, Zhang Xiuhua. Formation mechanism of AlN–SiC solid solution with multiple morphologies in Al–Si–SiC composites under flowing nitrogen at 1300 °C // Journal of the European Ceramic Society. 2022. Vol. 42. № 14. P. 6356–6363. DOI: [10.1016/j.jeurceramsoc.2022.07.011](https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2022.07.011).
- Kultayeva Sh., Kim Young-Wook. Mechanical, thermal, and electrical properties of pressureless sintered SiC–AlN ceramics // Ceramics International. 2020. Vol. 46. № 11-B. P. 19264–19273. DOI: [10.1016/j.ceramint.2020.04.266](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.04.266).
- Zhou Zhengrong, Huang Rongjin, Liu Huiming, Zhao Yalin, Miao Zhicong, Wu Zhixiong, Zhao Wanyin, Huang Chuanjun, Li Laifeng. Dielectric AlN/epoxy and SiC/epoxy composites with enhanced thermal and dynamic mechanical properties at low temperatures // Progress in Natural Science: Materials International. 2022. Vol. 32. № 3. P. 304–313. DOI: [10.1016/j.pnsc.2022.03.007](https://doi.org/10.1016/j.pnsc.2022.03.007).
- Wu Xinxin, Deng Chengji, Ding Jun, Zhu Hongxi, Yu Chao. Synthesis of AlN–SiC microrods by the Co-catalysed nitridation of Al₄SiC₄ // Ceramics International. 2019. Vol. 45. № 2-A. P. 2680–2683. DOI: [10.1016/j.ceramint.2018.10.164](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.10.164).
- Li Zhijian, Guo Ruru, Li Lu, Zheng Ruixiao, Ma Chaoli. Improvement in high-temperature oxidation resistance of SiC nanocrystalline ceramics by doping

- AlN // *Ceramics International*. 2021. Vol. 47. № 21. P. 30999–31003. DOI: [10.1016/j.ceramint.2021.07.276](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.07.276).
- Jeyasimman D., Sivasankaran S., Sivaprasad K., Narayanasamy R., Kambali R.S. An investigation of the synthesis, consolidation and mechanical behaviour of Al 6061 nanocomposites reinforced by TiC via mechanical alloying // *Materials and Design*. 2014. Vol. 57. P. 394–404. DOI: [10.1016/j.matdes.2013.12.067](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.12.067).
 - Qiu C., Metselaar R. Phase relations in the aluminum carbide–aluminum nitride–aluminum oxide system // *Journal of the American Ceramic Society*. 1997. Vol. 80. № 8. P. 2013–2020. DOI: [10.1111/j.1151-2916.1997.tb03085.x](https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1997.tb03085.x).
 - Abbasi Z., Shariat M.H., Javadpour S. Microwave-assisted combustion synthesis of AlN–SiC composites using a solid source of nitrogen // *Powder Technology*. 2013. Vol. 249. P. 181–185. DOI: [10.1016/j.powtec.2013.08.012](https://doi.org/10.1016/j.powtec.2013.08.012).
 - Xing Guangchao, Deng Chengji, Ding Jun, Zhu Hongxi, Yu Chao. Fabrication and characterisation of AlN–SiC porous composite ceramics by nitridation of Al_4SiC_4 // *Ceramics International*. 2020. Vol. 46. № 4. P. 4959–4967. DOI: [10.1016/j.ceramint.2019.10.234](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.10.234).
 - Yeh C.L., Kuo C.W., Wu F.S. Formation of $Ti_2AlC_{0.5}N_{0.5}$ solid solutions by combustion synthesis of Al_4C_3 -containing samples in nitrogen // *Journal of Alloys and Compounds*. 2010. Vol. 508. № 2. P. 324–328. DOI: [10.1016/j.jallcom.2010.08.072](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2010.08.072).
 - Wu Xinxin, Deng Chengji, Ding Jun, Zhu Hongxi, Yu Chao. Synthesis of AlN–SiC microrods by the co-catalysed nitridation of Al_4SiC_4 // *Ceramics International*. 2019. Vol. 45. № 2-A. P. 2680–2683. DOI: [10.1016/j.ceramint.2018.10.164](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.10.164).
 - Амосов А.П., Титова Ю.В., Майдан Д.А., Шоломова А.В. Самораспространяющийся высокотемпературный синтез нанопорошка нитрида алюминия из смеси порошков $Na_3AlF_6+3NaN_3+nAl$ // *Журнал неорганической химии*. 2016. Т. 61. № 10. С. 1282–1291. DOI: [10.7868/S0044457X16100020](https://doi.org/10.7868/S0044457X16100020).
 - Zhang Chitengfei, Cai Yilun, Guo Le, Tu Rong, Zheng Yingqiu, Li Bao-Wen, Zhang Song, Gao Tenghua. Synthesis of transfer-free graphene films on dielectric substrates with controllable thickness via an in-situ co-deposition method for electrochromic devices // *Ceramics International*. 2022. Vol. 48. № 15. P. 21748–21755. DOI: [10.1016/j.ceramint.2022.04.156](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.04.156).
 - Левашов Е.А., Рогачев А.С., Юхвид В.И. Перспективные материалы и технологии самораспространяющегося высокотемпературного синтеза. М.: МИСиС, 2011. 377 с.
 - Mamyan S.S. Thermodynamic analysis of SHS processes // *Key Engineering Materials*. 2002. Vol. 217. P. 1–8. DOI: [10.4028/www.scientific.net/KEM.217.1](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.217.1).
 - Амосов А.П., Белова Г.С., Титова Ю.В., Майдан Д.А. Синтез высокодисперсной порошковой керамической композиции Si_3N_4 –SiC при горении компонентов в системе Si–C– NaN_3 – NH_4F // *Журнал неорганической химии*. 2022. Т. 67. № 2. С. 139–147. DOI: [10.31857/S0044457X22020027](https://doi.org/10.31857/S0044457X22020027).
 - Титова Ю.В., Амосов А.П., Майдан Д.А., Белова Г.С., Минеханова А.Ф. Азидный СВС высокодисперсных керамических нитридно-карбидных порошковых композиций TiN–SiC // *Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. 2022. Т. 16. № 2. С. 22–37. DOI: [10.17073/1997-308X-2022-2-22-37](https://doi.org/10.17073/1997-308X-2022-2-22-37).

REFERENCES

- Han Jishuo, Li Yong, Ma Chenhong, Zheng Qingyao, Zhang Xiuhua. Formation mechanism of AlN–SiC solid solution with multiple morphologies in Al–Si–SiC composites under flowing nitrogen at 1300 °C. *Journal of the European Ceramic Society*, 2022, vol. 42, no. 14, pp. 6356–6363. DOI: [10.1016/j.jeurceramsoc.2022.07.011](https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2022.07.011).
- Kultayeva Sh., Kim Young-Wook. Mechanical, thermal, and electrical properties of pressureless sintered SiC–AlN ceramics. *Ceramics International*, 2020, vol. 46, no. 11-B, pp. 19264–19273. DOI: [10.1016/j.ceramint.2020.04.266](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.04.266).
- Zhou Zhengrong, Huang Rongjin, Liu Huiming, Zhao Yalin, Miao Zhicong, Wu Zhixiong, Zhao Wanyin, Huang Chuanjun, Li Laifeng. Dielectric AlN/epoxy and SiC/epoxy composites with enhanced thermal and dynamic mechanical properties at low temperatures. *Progress in Natural Science: Materials International*, 2022, vol. 32, no. 3, pp. 304–313. DOI: [10.1016/j.pnsc.2022.03.007](https://doi.org/10.1016/j.pnsc.2022.03.007).
- Wu Xinxin, Deng Chengji, Ding Jun, Zhu Hongxi, Yu Chao. Synthesis of AlN–SiC microrods by the Co-catalysed nitridation of Al_4SiC_4 . *Ceramics International*, 2019, vol. 45, no. 2-A, pp. 2680–2683. DOI: [10.1016/j.ceramint.2018.10.164](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.10.164).
- Li Zhijian, Guo Ruru, Li Lu, Zheng Ruixiao, Ma Chaoli. Improvement in high-temperature oxidation resistance of SiC nanocrystalline ceramics by doping AlN. *Ceramics International*, 2021, vol. 47, no. 21, pp. 30999–31003. DOI: [10.1016/j.ceramint.2021.07.276](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.07.276).
- Jeyasimman D., Sivasankaran S., Sivaprasad K., Narayanasamy R., Kambali R.S. An investigation of the synthesis, consolidation and mechanical behaviour of Al 6061 nanocomposites reinforced by TiC via mechanical alloying. *Materials and Design*, 2014, vol. 57, pp. 394–404. DOI: [10.1016/j.matdes.2013.12.067](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.12.067).
- Qiu C., Metselaar R. Phase relations in the aluminum carbide–aluminum nitride–aluminum oxide system. *Journal of the American Ceramic Society*, 1997, vol. 80, no. 8, pp. 2013–2020. DOI: [10.1111/j.1151-2916.1997.tb03085.x](https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1997.tb03085.x).
- Abbasi Z., Shariat M.H., Javadpour S. Microwave-assisted combustion synthesis of AlN–SiC composites using a solid source of nitrogen. *Powder Technology*, 2013, vol. 249, pp. 181–185. DOI: [10.1016/j.powtec.2013.08.012](https://doi.org/10.1016/j.powtec.2013.08.012).
- Xing Guangchao, Deng Chengji, Ding Jun, Zhu Hongxi, Yu Chao. Fabrication and characterisation of AlN–SiC porous composite ceramics by nitridation of Al_4SiC_4 . *Ceramics International*, 2020, vol. 46, no. 4, pp. 4959–4967. DOI: [10.1016/j.ceramint.2019.10.234](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.10.234).
- Yeh C.L., Kuo C.W., Wu F.S. Formation of $Ti_2AlC_{0.5}N_{0.5}$ solid solutions by combustion synthesis of Al_4C_3 -containing samples in nitrogen. *Journal of Alloys and Compounds*, 2010, vol. 508, no. 2, pp. 324–328. DOI: [10.1016/j.jallcom.2010.08.072](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2010.08.072).
- Wu Xinxin, Deng Chengji, Ding Jun, Zhu Hongxi, Yu Chao. Synthesis of AlN–SiC microrods by the co-catalysed nitridation of Al_4SiC_4 . *Ceramics International*, 2019, vol. 45, no. 2-A, pp. 2680–2683. DOI: [10.1016/j.ceramint.2018.10.164](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.10.164).

12. Amosov A.P., Titova Y.V., Maidan D.A., Sholomova A.V. Self-propagating high-temperature synthesis of an aluminum nitride nanopowder from a $\text{Na}_3\text{AlF}_6+3\text{NaN}_3+n\text{Al}$ powder mixture. *Russian Journal of Inorganic Chemistry*, 2016, vol. 61, no. 10, pp. 1225–1234. DOI: [10.1134/S0036023616100028](https://doi.org/10.1134/S0036023616100028).
13. Zhang Chitengfei, Cai Yilun, Guo Le, Tu Rong, Zheng Yingqiu, Li Bao-Wen, Zhang Song, Gao Tenghua. Synthesis of transfer-free graphene films on dielectric substrates with controllable thickness via an in-situ co-deposition method for electrochromic devices. *Ceramics International*, 2022, vol. 48, no. 15, pp. 21748–21755. DOI: [10.1016/j.ceramint.2022.04.156](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.04.156).
14. Levashov E.A., Rogachev A.S., Yukhvid V.I. *Perspektivnye materialy i tekhnologii samorasprostranyayushchegosya vysokotemperaturnogo sinteza* [Promissory Materials and Processes of Self-Propagating High-Temperature Synthesis]. Moscow, MISiS Publ., 2011. 377 p.
15. Mamyan S.S. Thermodynamic analysis of SHS processes. *Key Engineering Materials*, 2002, vol. 217, pp. 1–8. DOI: [10.4028/www.scientific.net/KEM.217.1](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.217.1).
16. Amosov A.P., Belova G.S., Titova Yu.V., Maidan D.A. Synthesis of highly dispersed powder ceramic composition $\text{Si}_3\text{N}_4\text{--SiC}$ by combustion of components in the $\text{Si--C--NaN}_3\text{--NH}_4\text{F}$ system. *Russian Journal of Inorganic Chemistry*, 2022, vol. 67, no. 2, pp. 123–130. DOI: [10.31857/S0044457X22020027](https://doi.org/10.31857/S0044457X22020027).
17. Titova Yu.V., Amosov A.P., Maidan D.A., Belova G.S., Minekhanova A.F. Azide self-propagating high-temperature synthesis of highly dispersed tin-sicceramic nitride-carbide powder composites. *Izvestiya vuzov. Poroshkovaya metallurgiya i funktsionalnye pokrytiya*, 2022, vol. 16, no. 2, pp. 22–37. DOI: [10.17073/1997-308X-2022-2-22-37](https://doi.org/10.17073/1997-308X-2022-2-22-37).

Self-propagating high-temperature synthesis of AlN–TiC powder composition using sodium azide and C_2F_4 fluoroplastic

© 2024

Galina S. Belova^{*1}, PhD (Engineering),

junior researcher of the Laboratory “Digital Twins of Materials and Technological Procedures of their Processing”

Yulia V. Titova², PhD (Engineering), Associate Professor,

assistant professor of Chair “Materials Science, Powder Metallurgy, Nanomaterials”

Dmitry A. Maidan³, PhD (Engineering), Associate Professor,

assistant professor of Chair “Materials Science, Powder Metallurgy, Nanomaterials”

Alsu F. Yakubova⁴, postgraduate student

Samara State Technical University, Samara (Russia)

*E-mail: galya.belova.94@mail.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6430-9408>²ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6292-280X>³ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0195-4506>⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6081-8264>

Received 26.06.2023

Accepted 13.02.2024

Abstract: Producing powder compositions using conventional processing technology can lead to the formation of large agglomerates and, therefore, makes it difficult to obtain a uniform microstructure. The production of composites by self-propagating high-temperature synthesis can reduce costs and the number of technological stages, as well as lead to obtaining composites that are more homogeneous. Synthesis by the combustion of mixtures of powder reagents of sodium azide (NaN_3), fluoroplastic (C_2F_4), aluminum and titanium with different ratios of reagents in a nitrogen gas atmosphere at a pressure of 4 MPa was used for the production of a highly dispersed powder ceramic AlN–TiC composition. Thermodynamic calculations have confirmed the possibility of synthesis of AlN–TiC compositions of different formulations in combustion mode. The dependences of temperature and combustion rate on the composition of the initial mixtures of reagents were experimentally determined for all stoichiometric reaction equations. The study have shown that the experimentally found dependences of combustion parameters on the ratio of the initial components correspond to the theoretical results of thermodynamic calculations. The formulation of the synthesized composition differs from the theoretical composition by a lower content of target phases and the formation of Al_2O_3 , Na_3AlF_6 and TiO_2 side phases. The powder composition consists of aluminum nitride fibers with a diameter of 100–250 nm and ultradisperse particles of predominantly equiaxed and lamellar shapes with a particle size of 200–600 nm. As the combustion temperature increases to produce the largest amount of titanium carbide phase, the particle size increases to the micron level.

Keywords: combustion; self-propagating high-temperature synthesis; ceramic powder; nitride-carbide composition; sodium azide; fluoroplastic (polytetrafluoroethylene); aluminum nitride; titanium carbide.

Acknowledgments: The work was carried out under the financial support of the Russian Science Foundation within the project No. 23-29-00680, <https://rscf.ru/project/23-29-00680/>.

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: Belova G.S., Titova Yu.V., Maidan D.A., Yakubova A.F. Self-propagating high-temperature synthesis of AlN–TiC powder composition using sodium azide and C_2F_4 fluoroplastic. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 3, pp. 9–16. DOI: [10.18323/2782-4039-2024-3-69-1](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2024-3-69-1).

Коррозионно-механическое разрушение бейнитных структур в нефтепромысловых средах

© 2024

Выбойщик Михаил Александрович^{1,3}, доктор физико-математических наук, профессор,
профессор кафедры «Сварка, обработка материалов давлением и родственные процессы»

Грузков Игорь Викторович^{*1,2,4}, аспирант,

заведующий лабораторией оптической и электронной микроскопии

¹Тольяттинский государственный университет, Тольятти (Россия)

²ООО «ИТ-Сервис», Самара (Россия)

*E-mail: gruzkov@its-samara.com,
gigabon7@mail.ru

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2797-5396>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0009-0007-9580-9935>

Поступила в редакцию 12.12.2023

Принята к публикации 15.08.2024

Аннотация: Основным направлением в решении проблемы повышения надежности промышленного оборудования является создание новых сталей с более высоким сопротивлением коррозионно-механическому разрушению. В настоящее время для изготовления нефтегазопроводных систем используются низкоуглеродистые низколегированные стали, в которых при закалке в воду образуется речный бескарбидный бейнит. Такая структура дает сочетание высокой прочности и сопротивления хрупкому разрушению. Однако вопросы повышения коррозионной стойкости остаются нерешенными. Цель работы – установить структурное состояние низкоуглеродистых низколегированных трубных сталей, обеспечивающее сочетание высоких механических свойств с повышенной коррозионной стойкостью в нефтепромысловых средах. Исследования проводились на сталях последнего поколения 08ХФА, 08ХФМА и 05ХГБ, наиболее распространенных при изготовлении нефтегазопроводных труб. Образцы для исследования вырезались из труб и закалялись из аустенитной области в воду, что формировало структуру речного бескарбидного бейнита. Закаленные образцы подвергались отпуску при температурах 200, 300, 400, 500, 600 и 700 °С. Для установления связи между морфологией бейнитных структур и их свойствами образцы после закалки и отпуска с каждой температуры подвергались металлографическому анализу, рентгеноструктурному анализу, механическим испытаниям, испытаниям на стойкость к коррозии. В работе показаны последовательность трансформации структуры, температурные интервалы фазовых и структурных превращений, изменения механических свойств и коррозионной стойкости, происходящие при отпуске речного бескарбидного низкоуглеродистого бейнита. Показано, что отпуск речного бескарбидного бейнита (стали 08ХФА, 08ХМФА и 05ХГБ) не влияет на скорость углекислотной коррозии. Установлено, что средний отпуск формирует структурное состояние бескарбидного низкоуглеродистого речного бейнита, обеспечивающее сочетание высоких механических свойств и высокой коррозионной стойкости в нефтепромысловых средах. Для каждой из исследуемых сталей приводятся рекомендуемые режимы термообработки.

Ключевые слова: коррозионно-механическое разрушение; разрушение бейнитных структур; нефтепромысловая среда; трубные стали; структурное состояние.

Для цитирования: Выбойщик М.А., Грузков И.В. Коррозионно-механическое разрушение бейнитных структур в нефтепромысловых средах // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 3. С. 17–29. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-3-69-2.

ВВЕДЕНИЕ

Постоянное увеличение агрессивности нефтепромысловых сред и интенсивности нефтедобычи (закачка в пласт воды и углекислого газа) [1] приводит к резкому повышению скорости коррозионно-механического разрушения нефтепромыслового оборудования. Требуется значительное повышение механических свойств и коррозионной стойкости используемых трубных сталей. Высокое легирование значительно увеличивает стоимость стали и в некоторых случаях снижает прочностные свойства. Необходимы другие подходы, обеспечивающие высокую стойкость к коррозионно-механическому разрушению. В настоящее время для изготовления нефтегазопроводных систем (труб и соединительных деталей трубопроводов) используются низкоуглеродистые низколегированные стали с бейнитной структурой после

закалки в воду. Бейнитные структуры, обладающие уникальным сочетанием высоких характеристик прочности и пластичности, обеспечили высокое сопротивление механическому разрушению трубных сталей [2–4]. Формирование структуры бейнитов и связи их структурного состояния с механическими свойствами описаны довольно подробно [5–7]. Наиболее полная классификация бейнитных структур представлена в работе [8]. Бейнитные структуры низкоуглеродистых низколегированных сталей выделены в отдельную группу и рассмотрены в работах [5; 9]. Предпочтительной структурой, обеспечивающей наиболее высокие пластические свойства этих сталей, является речный бескарбидный бейнит, в котором на границах реек располагается остаточный (непревращенный) аустенит, что обуславливает высокое сопротивление хрупкому разрушению [6; 10; 11].

Вместе с тем необходимо отметить, что, несмотря на большое количество исследований бейнитных сталей, вопросы изменения структуры и свойств бейнитных структур с ростом температуры отпуска изучены недостаточно, а связь морфологии бейнитов с их коррозионной стойкостью практически не рассмотрена. Такая информация необходима для практического решения вопроса повышения надежности трубных сталей.

Цель работы – установить структурное состояние низкоуглеродистых низколегированных трубных сталей, обеспечивающее сочетание высоких механических свойств с повышенной коррозионной стойкостью в нефтепромысловых средах.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Для исследования выбраны стали 08ХФА, 08ХМФА и 05ХГБ. Их элементный состав (таблица 1) и термокинетические диаграммы распада переохлажденного аустенита (рис. 1) приведены по данным завода-изготовителя. В стали 08ХМФА, по сравнению со сталью 08ХФА, содержание углерода уменьшено с 0,09 до 0,05 % и введено 0,2 % Мо. Сталь 05ХГБ дополнительно легирована ниобием и за счет благоприятного соотношения Mn/Si обладает более высокой свариваемостью.

Все образцы закаливались в воду (20 °С) из аустенитной области (стали 08ХФА и 08ХМФА – с температуры 930 °С, сталь 05ХГБ – с 920 °С), а затем подвергались

Таблица 1. Химический состав исследуемых сталей
Table 1. Chemical composition of steels under study

Марка стали	Массовая доля элементов, %											
	C	Si	Mn	Cr	Ni	Cu	Nb	V	Mo	Al	S	P
08ХФА	0,09	0,20	0,44	0,52	0,12	0,11	0,020	0,088	0,003	0,034	0,002	0,011
08ХМФА	0,05	0,39	0,39	0,70	0,10	0,17	0,011	0,061	0,190	0,057	0,004	0,003
05ХГБ	0,05	0,22	0,71	0,61	0,08	0,18	0,029	0,003	0,010	0,013	0,001	0,006

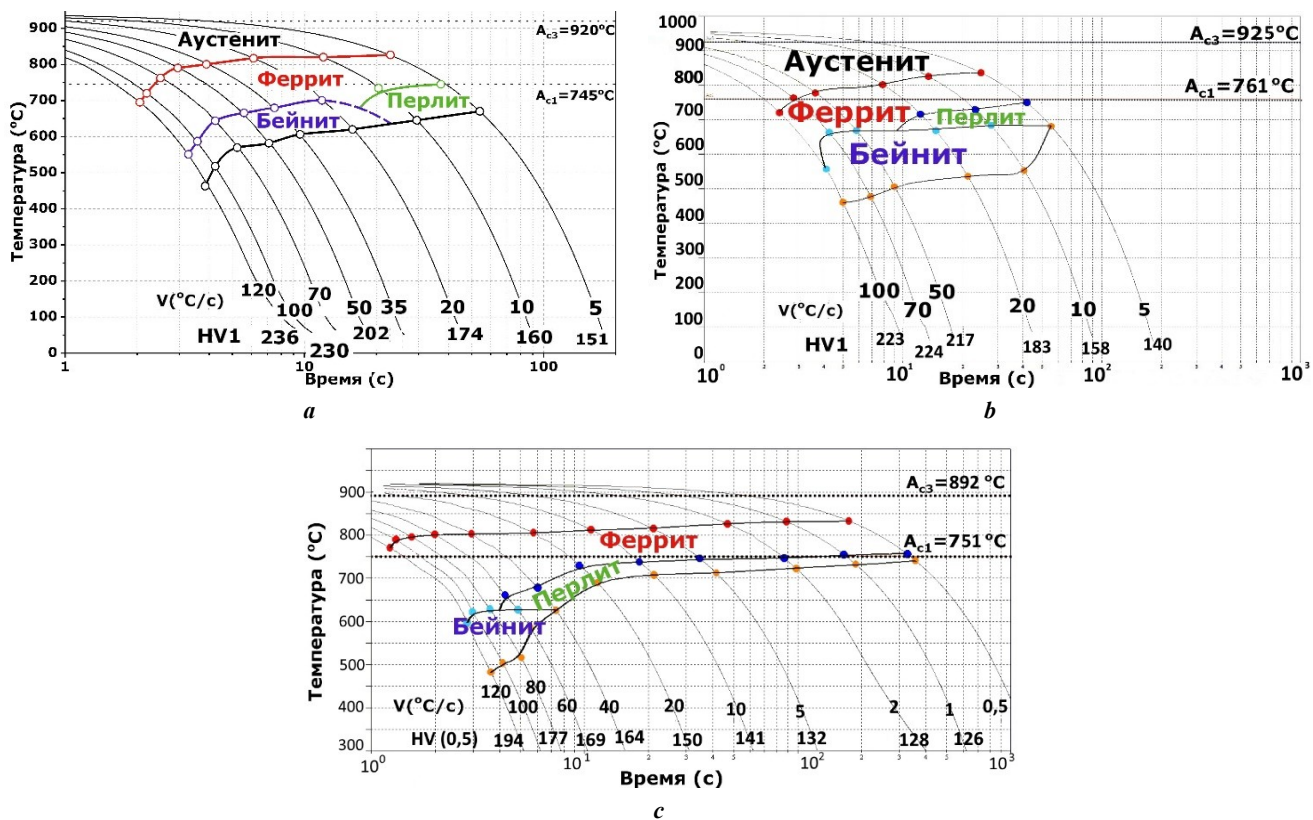


Рис. 1. Термокинетические диаграммы распада переохлажденного аустенита исследуемых сталей:
а – сталь 08ХФА; б – сталь 08ХМФА; с – сталь 05ХГБ.

Диаграммы приведены по данным Выксунского металлургического завода

Fig. 1. Thermokinetic diagrams of decomposition of supercooled austenite of steels under study:

а – 08KhFA steel; б – 08KhMFA steel; с – 05KhGB steel.

The diagrams are based on the data from Vyksa metallurgical plant

отпуску при 200, 300, 400, 500, 600 и 700 °С. Закалка из аустенитной области обеспечивает большое количество бейнитной составляющей в структуре стали, а вода является наиболее технологичной средой. Для каждой температуры отпуска исследовалось структурное состояние и определялись механические и коррозионные свойства, обусловленные этой структурой.

Для проведения исследований из труб Ø146×7 мм, полученных по обычной заводской технологии, вырезались продольные полосы размером 120×20×7 мм, которые подвергались термической обработке, а затем из них изготавливались образцы. Для обеспечения идентичного и относительно гомогенного структурного состояния все образцы подвергались нормализации (стали 08ХФА и 08ХМФА при температуре 940 °С, сталь 05ХГБ – при 930 °С, время выдержки – 30 мин) с охлаждением на спокойном воздухе. Это обеспечило в образцах перед термической обработкой близкий размер зерна и идентичную ферритно-перлитную структуру с пластинчатой формой цементита в перлите.

Методы исследований и испытаний представлены в виде групп по их назначению.

Металлографический анализ включал световую микроскопию (микроскоп марки GX51, Olympus, Япония), электронную сканирующую микроскопию СЭМ (микроскоп марки XL-30, Philips, Нидерланды), методику EBSD (определение углов разориентации между зернами), электронную микроскопию на просвет ПЭМ (микроскоп марки ЭМВ-100Л, Россия) и дифракционный анализ.

Количественная оценка структурных составляющих проводилась с использованием программного обеспечения Thixomet Pro.

Рентгеноструктурный анализ для объемного определения фазового состава и напряженного состояния (остаточных напряжений 3-го рода и плотности дислокаций) выполнялся на дифрактометре Shimadzu Maxima XRD-7000S, Япония (излучение Cu-K α , мощность на трубке 1,6 кВт) в диапазоне углов 40–100°. Кристаллические фазы идентифицировались по базе данных Shimadzu PDF2. Полнопрофильный анализ дифрактограмм выполнялся методами ЛеБея и Ритвельда в программе Jana2006.

Для определения механических свойств проводились испытания на твердость (ГОСТ 9013), испытания на одноосное растяжение (ГОСТ 1497), испытания на ударную вязкость (ГОСТ 9454).

Для определения сопротивления коррозионному разрушению проводились испытания на водородное растрескивание (стандарт NACE TM0284), испытания на сульфидное коррозионное растрескивание под напряжением (стандарт NACE TM0177), испытания на стойкость к углекислотной коррозии (методика ООО «ИТ-Сервис», выдержка в течение 400 ч в агрессивной среде с 3,5 % хлоридов при 65 °С и давлении CO $_2$ в 0,1 МПа, что позволило создать на поверхности образца продукты коррозии, аналогичные тем, что формируются в реальных условиях при ежемесячной эксплуатации в углекислых нефтепромысловых средах).

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Фазовые превращения при охлаждении

Термокинетические диаграммы распада аустенита сталей 08ХФА, 08ХМФА и 05ХГБ (рис. 1) и панорамные изображения изменения структуры этих сталей по

длине образца при торцевой закалке (рис. 2) дают представление о влиянии скорости охлаждения на формирование структуры сталей. Исследуемые стали приобретают бейнитную структуру после закалки в воду. Более широкий диапазон скоростей охлаждения, формирующих образование бейнитных структур, имеет сталь 08ХМФА (рис. 1). Сплошная прокаливаемость у всех сталей обеспечивается на глубину 10 мм.

Исследуемые стали имеют один вид бейнитной структуры и близкий характер ее изменения при нагреве, поэтому происходящие процессы трансформации структуры и изменения свойств (рис. 3–5) показаны на примере одной стали – 08ХМФА с более высокой коррозионной стойкостью.

Структурное состояние после закалки

После закалки в воду в исследуемых сталях формируется структура, состоящая из реечного бескарбидного бейнита с тонкими прослойками остаточного аустенита и небольшой долей избыточного феррита, локализованного по границам бывшего аустенитного зерна (рис. 3).

Количество избыточного феррита незначительно – от 3 до 10 %, наибольшее – в стали 05ХГБ. Располагается феррит преимущественно по границам бывшего аустенитного зерна. Бейнит состоит из реек бейнитного феррита, по границам которых находятся тонкие прослойки остаточного аустенита. Преобладает упорядоченное чередование бейнитных реек и прослоек остаточного аустенита. Ширина реек для исследуемых сталей колеблется в пределах от 200 до 800 нм.

Более широкие рейки (средняя ширина \approx 600 нм) наблюдаются на шлифах из стали 08ХМФА. Количество остаточного аустенита составляет 0,5–1,5 %. Рентгеноструктурный анализ обнаруживает только его следы. Микродифракционным анализом изображений электронной микроскопии на просвет идентифицировалась γ -фаза (рис. 3 с). При небольшом количестве остаточный аустенит, расположенный в виде тонких слоев (\approx 40 нм) по границам реек бейнитного феррита, определяет механические свойства (высокую пластичность) бескарбидных бейнитов в низкоуглеродистых сталях.

Таким образом, стали 08ХФА, 08ХМФА, 05ХГБ после закалки имеют структуру реечного бескарбидного бейнита с близкими параметрами структурного состояния.

Эволюция структурного состояния с ростом температуры отпуска представлена на рис. 4, 5. В процессе отпуска по мере роста температуры до A $_s1$ происходит последовательный переход бескарбидного реечного бейнита с избыточным ферритом по границам зерен в смесь феррита с глобулярными карбидными частицами (рис. 4, 5). Мелкое зерно, полученное при закалке (номера 9–11 по ГОСТ 5639) в интервале температур отпуска до 700 °С, практически не меняется. Дальнейшее повышение температуры отпуска (730 °С) для стали 08ХФА приводит к развитию процессов вторичной рекристаллизации и резкому росту зерна. С ростом температуры отпуска в исследуемых сталях наблюдается постоянное увеличение углов разориентации между зернами и, соответственно, повышение доли высокоугловых границ, что обуславливает увеличение пластичности. Характерно, что высокая плотность дислокаций после закалки $(3\text{--}5)\times 10^{14}\text{ м}^{-2}$ практически не меняется до температуры отпуска 600 °С (таблица 2).

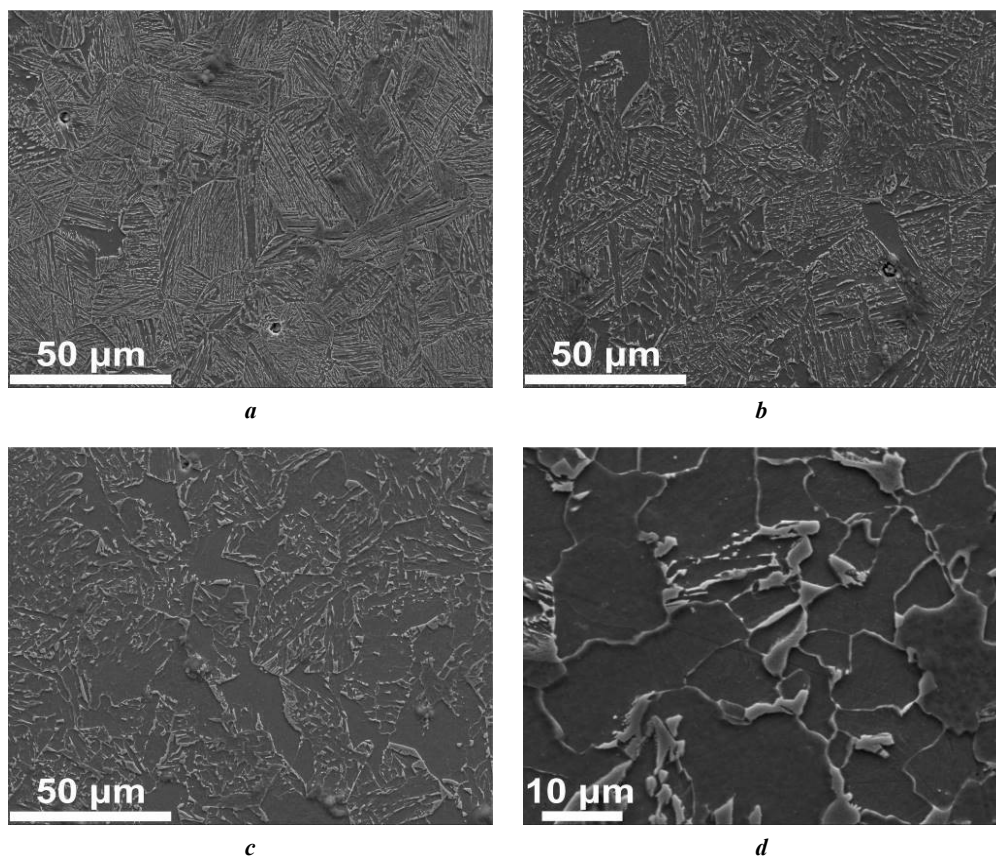


Рис. 2. Изменение структуры стали 08ХМФА при торцевой закалке: **a** – расстояние от торца образца $h=2$ мм, твердость 298 HV; **b** – $h=7$ мм, 235 HV; **c** – $h=12$ мм, 205 HV; **d** – $h=17$ мм, 176 HV

Fig. 2. Change in the structure of 08KhMFA steel during end quenching: **a** – distance from the sample end is $h=2$ mm, hardness is 298 HV; **b** – $h=7$ mm, 235 HV; **c** – $h=12$ mm, 205 HV; **d** – $h=17$ mm, 176 HV

Остаточные напряжения 3-го рода с ростом температуры отпуска постоянно снижаются, особенно интенсивно с 400 °С (таблица 2).

Результаты механических испытаний, испытаний на ударный изгиб, а также оценки остаточных напряжений 3-го рода и плотности дислокаций приведены в таблице 2.

Изменение сопротивления коррозионному разрушению в нефтепромысловых средах с ростом температуры отпуска приведено в таблице 3 и показано на рис. 6, 7.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Изменение структуры и свойств с ростом температуры отпуска

Структура

После отпуска при 200 °С остаточный аустенит исчезает. Это наблюдается и в сталях 08ХФА [12] и 05ХГБ [13]. Температурная стабильность остаточного аустенита или комплекса (аустенитно-мартенситная фаза) рассматривается в работах [14; 15], влияние микродобавок V и Nb рассматривается в работах [16; 17], в которых указано, что при размере частиц 0,5–3 мкм распад аустенита происходит в интервале температур 300–400 °С [14; 15]. В речном бейните исследуемых сталей непревращенный аустенит находится в виде тонких прослоек (≈ 40 нм), и его распад можно ожидать при более низких температурах. Оценочный расчет по-

казывает, что за 30 мин выдержки при температуре 200 °С расстояние диффузии атомов углерода из аустенита более чем на порядок превышает ширину прослоек и вполне обеспечивает распад остаточного аустенита [12]. Вид превращения аустенита (мартенсит, бейнит или α -феррит) остается дискуссионным.

Дальнейшая трансформация структуры связана с образованием и ростом карбидов, развитием процессов полигонизации и рекристаллизации. Изменение структурного состояния речного бескарбидного бейнита с ростом температуры отпуска происходит в следующей последовательности:

- при 200 °С исчезает непревращенный аустенит;
- при отпуске при 300 °С появляются первые выделения карбидов железа игольчатой формы;
- в интервале температур 400–500 °С карбидные частицы появляются в объеме на границах реек, происходит их коалесценция и сфероидизация, появляются цепочки карбидных включений на границах бейнитных реек (рис. 5 б и 5 с). Резко снижаются остаточные напряжения 3-го рода (таблица 2), что свидетельствует о переходе углерода из кристаллической решетки в связанное состояние в виде карбидов. Развиваются процессы полигонизации: уменьшение малоугловых границ и рост высокоугловых, при этом плотность дислокаций практически не меняется;
- с температуры отпуска 600 °С (рис. 5 d) основным фактором, определяющим изменение структуры

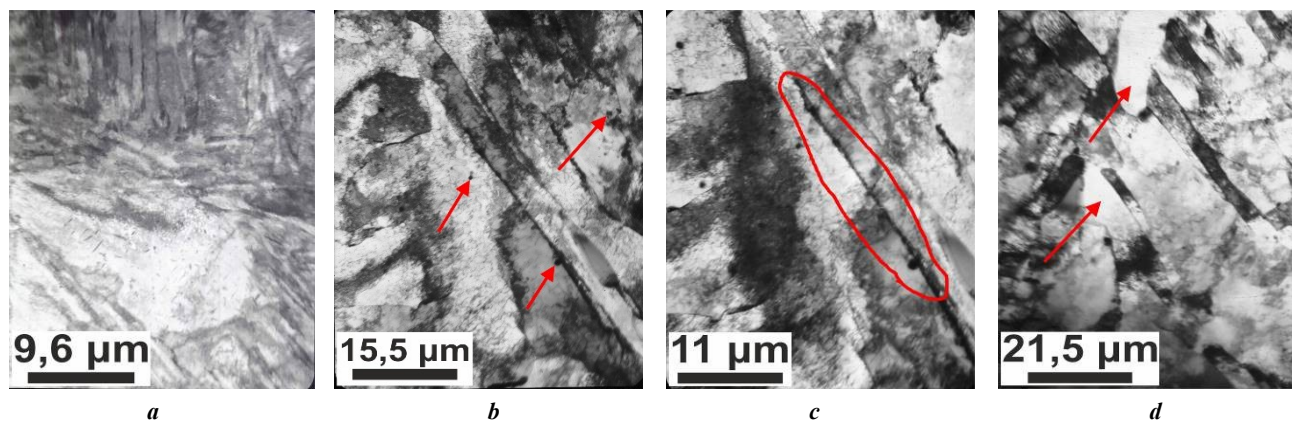


Рис. 5. Изменение структуры стали 08ХМФА с ростом температуры отпуска (ПЭМ):

a – отпуск при 300 °С; **b** – отпуск при 400 °С (стрелками показаны глобулярные карбиды);

c – отпуск при 500 °С (обведены цепочки карбидов); **d** – отпуск при 600 °С (стрелками показаны зародыши рекристаллизации)

Fig. 5. Change in the structure of 08KhMFA steel with the growth in the tempering temperature (TEM):

a – tempering at 300 °С; **b** – tempering at 400 °С (arrows indicate globular carbides);

c – tempering at 500 °С (carbide chains are encircled); **d** – tempering at 600 °С (arrows indicate recrystallisation nuclei)

и свойств, является интенсивность процессов рекристаллизации. Возможны карбидные реакции замещения цементита на специальные карбиды;

– отпуск при температуре выше 700 °С может вызвать вторичную рекристаллизацию и резкий рост зерна (сталь 08ХФА).

Механические свойства

Обычно в технологиях трубного производства бейнитные структуры по аналогии с мартенситными подвергают высокому отпуску. Для труб из низкоуглеродистых низколегированных сталей это 600–750 °С, когда частичная рекристаллизация значительно снижает прочность [18]. Имеются отдельные сведения по влиянию более низких температур отпуска на свойства и морфологию бейнита [19; 20], но общей картины изменения механических свойств в процессе отпуска в литературе не найдено.

Нами исследованы изменения структуры, механических свойств и коррозионной стойкости во всем температурном интервале отпуска (20–730 °С), что ниже линии A_{c1} на 50 °С, для сталей 08ХФА, 08ХМФА и 05ХГБ.

Повышение температуры до 730 °С для стали 08ХФА привело к резкому росту зерна. Для исследуемых сталей после закалки и последующего отпуска до температуры 600 °С характерно сочетание высоких прочностных и пластических свойств (таблица 2), что для большинства режимов термообработки выше требований группы прочности K52. Характеризуя термическую стабильность механических свойств, можно отметить, что прочностные свойства (σ_b и $\sigma_{0.2}$) практически не изменяются при отпуске до температуры 400 °С. По-видимому, это связано с появлением выделений дисперсных частиц цементита. Характеристики пластичности (δ и KCV-50) после закалки достаточно высокие и с ростом температуры отпуска только увеличиваются (таблица 2). Резкое разупрочнение проявляется с температуры отпуска 600 °С, что вызвано увеличением интенсивности процессов рекристаллизации.

В целом, общий характер изменения механических свойств для трех исследуемых сталей идентичен.

Коррозионная стойкость

Стали в агрессивных нефтепромысловых средах подвержены следующим видам коррозионного разрушения: водородное растрескивание (ВР), сульфидное коррозионное растрескивание под напряжением (СКРН), углекислотная и бактериальная коррозия [21; 22]. Исследуемые низкоуглеродистые хромсодержащие стали ($\approx 0,6\% \text{ Cr}$) относительно устойчивы к биокоррозии [22]. Модифицирование редкоземельными металлами (РЗМ) значительно повышает их стойкость к бактериальному воздействию. Основной проблемой является обеспечение стойкости к углекислотной коррозии.

Полученные значения ВР, СКРН и скорости углекислотной коррозии (таблица 3) свидетельствуют, что исследуемые стали имеют повышенную коррозионную стойкость в нефтепромысловых средах по сравнению с традиционно используемыми трубными сталями 20, 20Ф, 17Г1, 09Г2С.

Интересным и неожиданным результатом является то, что отпуск низкоуглеродистых сталей со структурой речного бескарбидного бейнита практически не влияет на интенсивность углекислотной коррозии. Структурное состояние с ростом температуры отпуска до 700 °С изменяется от речного бескарбидного бейнита до ферритно-карбидной смеси, а скорость углекислотной коррозии остается постоянной. Это явление характерно для всех исследуемых сталей (таблица 3, рис. 6). Корректность полученных значений скорости коррозии также подтверждают близость и сходство кривых изменения концентрации Fe^{+2} в коррозионной среде во время испытаний (рис. 7). Эти кривые также характеризуют кинетику развития коррозионных процессов и влияние продуктов коррозии на интенсивность коррозионного разрушения. Для исследуемых сталей характер изменения скорости коррозии от времени испытаний аналогичен (рис. 6).

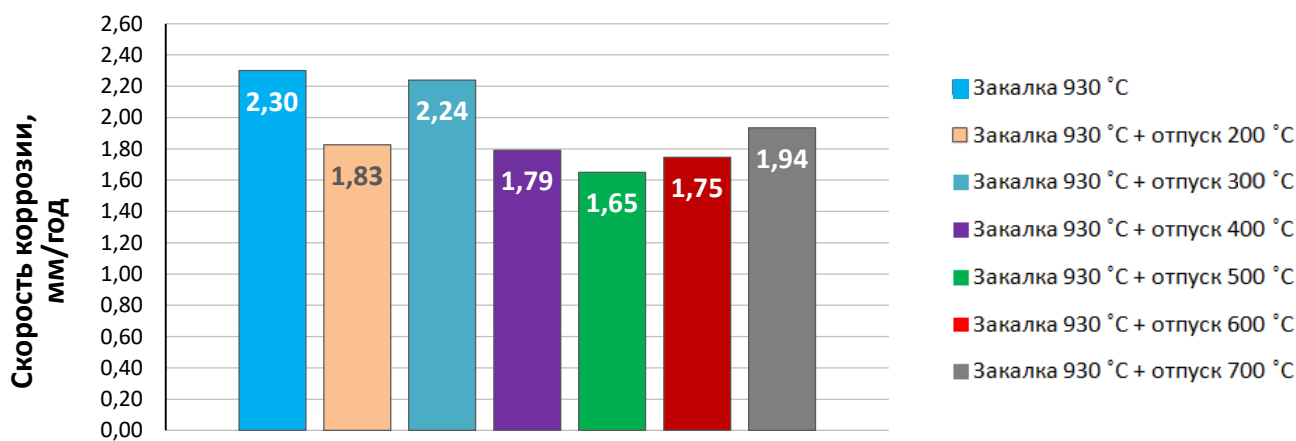
Таблица 2. Зависимость механических свойств, остаточных напряжений и плотности дислокаций сталей 08ХФА, 08ХМФА, 05ХГБ от температуры отпуска
Table 2. Dependence of mechanical properties, residual stresses and dislocation density of 08KhFA, 08KhMFA, 05KhGB steels on the temperature of tempering

Марка стали	Режим термообработки		σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	KCV-50, Дж/см ² (доля вязкой составляющей)	Остаточные напряжения 3-го рода, МПа	Плотность дислокаций, $\rho \times 10^{14}$, м ⁻²
	Закалка	Отпуск						
08ХФА	930 °С	–	830	740	22,0	230 (100 %)	300	5,1
		200 °С	820	710	19,0	240 (100 %)	225	4,4
		300 °С	810	730	17,5	240 (100 %)	220	4,1
		400 °С	785	690	18,0	252 (100 %)	140	5,1
		500 °С	710	645	18,5	260 (100 %)	91	4,7
		600 °С	680	605	22,0	260 (100 %)	71	5,2
		700 °С	615	535	25,0	–	64	2,8
08ХМФА	930 °С	–	775	700	19,5	180 (80 %)	190	4,0
		200 °С	780	650	19,0	215 (100 %)	200	4,7
		300 °С	785	660	18,0	200 (100 %)	180	4,5
		400 °С	760	650	19,5	215 (100 %)	120	4,2
		500 °С	710	635	20,0	235 (100 %)	–	–
		600 °С	685	605	21,5	250 (100 %)	86	3,4
		700 °С	590	520	23,5	270 (100 %)	63	3,6
05ХГБ	920 °С	–	605	490	29,0	290 (100 %)	570	5,4
		200 °С	–	–	–	–	–	–
		300 °С	590	500	29,0	315 (100 %)	460	4,9
		400 °С	560	470	27,0	330 (100 %)	215	4,7
		500 °С	530	430	28,0	314 (100 %)	90	4,5
		600 °С	510	420	27,0	325 (100 %)	45	4,0
		700 °С	–	–	–	–	–	–
Группа прочности K52			510–630	≥353	≥20	≥58,8	–	–

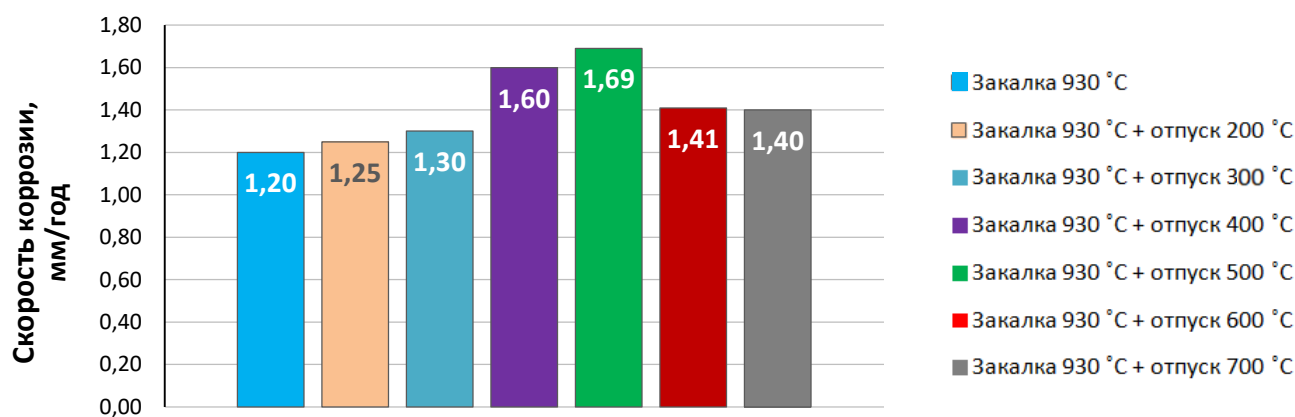
Таблица 3. Зависимость коррозионных свойств сталей 08ХФА, 08ХМФА, 05ХГБ от температуры отпуска
 Table 3. Dependence of corrosion properties of 08KhFA, 08KhMFA, 05KhGB steels on the temperature of tempering

Марка стали	Режим термообработки		Водородное растрескивание		Сульфидное коррозионное растрескивание под напряжением		Скорость углекислотной коррозии, мм/год
	Закалка	Отпуск	CLR, %	CTR, %	% от σ_r	K_{ISSC} , МПа/м ^{1/2}	
08ХФА	930 °С	–	0	0	75	–	2,30
		200 °С				–	1,83
		300 °С				30,6	2,24
		400 °С				31,0	1,79
		500 °С				56,9	1,65
		600 °С				58,4	1,75
		700 °С				61,8	1,94
08ХМФА	930 °С	–	0	0	75	–	1,20
		200 °С					1,25
		300 °С					1,30
		400 °С					1,60
		500 °С					1,69
		600 °С					1,41
		700 °С					1,40
05ХГБ	920 °С	–	0	0	70	–	2,07
		200 °С	–	–	–		–
		300 °С	0	0	70		2,07
		400 °С					1,93
		500 °С					1,93
		600 °С					1,40
		700 °С					–

Примечание. CLR – коэффициент длины трещин; CTR – коэффициент толщины трещин;
 K_{ISSC} – критический коэффициент интенсивности напряжений в вершине трещины.
 Note. CLR is crack length ratio; CTR is crack thickness ratio; K_{ISSC} is critical stress intensity factor at the crack tip.



a



b

Рис. 6. Углекислотная коррозия сталей 08ХФА и 08ХМФА.

Зависимость скорости коррозии от температуры отпуска: a – сталь 08ХФА; b – сталь 08ХМФА

Fig. 6. Carbon dioxide corrosion of 08KhFA and 08KhMFA steels.

Dependence of corrosion rate on the temperature of tempering: a – 08KhFA steel; b – 08KhMFA steel

По существующим представлениям скорость углекислотной коррозии сталей определяется формированием на поверхности слоя продуктов коррозии. Хром и молибден концентрируются в продуктах коррозии и образуют аморфные фазы $\text{Cr}(\text{OH})_3$ и $\text{Mo}(\text{OH})_3$ [21; 23], определяющие защитные свойства продуктов коррозии. В формировании защитных свойств продуктов коррозии участвуют только Cr и Mo, содержащиеся в твердом растворе. В связанном состоянии в виде карбидов они инертны и исключаются из процесса. В исследуемых низкоуглеродистых сталях в интервале температур отпуска до 600 °С образование специальных карбидов с участием Mo и Cr практически не происходит и их концентрация в твердом растворе не меняется, что, по-видимому, обуславливает отсутствие влияния отпуска на коррозионную стойкость. Несколько меньшая скорость углекислотной коррозии стали 08ХМФА по сравнению со сталями 08ХФА и 05ХГБ (таблица 3) связана с дополнительным вкладом Mo в защитные свойства продуктов коррозии.

Исследуемые стали при всех режимах термообработки имеют, по существующим оценкам, повышенную стойкость к ВР и СКРН (таблица 3). В испытаниях на СКРН стали 08ХФА и 08ХМФА при нагрузке 0,75 σ_t

и сталь 05ХГБ при нагрузке 0,7 σ_t выдержали без разрушения 720 ч. Однако наличие после закалки высоких остаточных напряжений и анизотропия закалочных структур определяют необходимость более жестких условий испытаний на стойкость к СКРН образцов после закалки и низкотемпературного отпуска. Предлагается испытания на СКРН проводить при напряжениях 0,8 или 0,85 от $\sigma_{0,2}$, определенного при механических испытаниях на растяжение данной группы образцов.

Полученные данные, свидетельствующие о том, что стойкость к углекислотной коррозии сталей со структурой речного бескарбидного бейнита не изменяется с ростом температуры отпуска, позволяют более обоснованно выбирать режимы термообработки. В производстве труб из низкоуглеродистых низколегированных сталей с бейнитной структурой после закалки в воду вместо традиционной термообработки (одинарная или двухразовая закалка + высокий отпуск) можно использовать закалку из аустенитной области в воду + средний отпуск, что обеспечивает сочетание более высоких прочностных свойств с высокой коррозионной стойкостью в агрессивных нефтепромысловых средах. Средний отпуск в сталях со структурой речного бескарбидного бейнита позволяет сохранить высокие прочностные

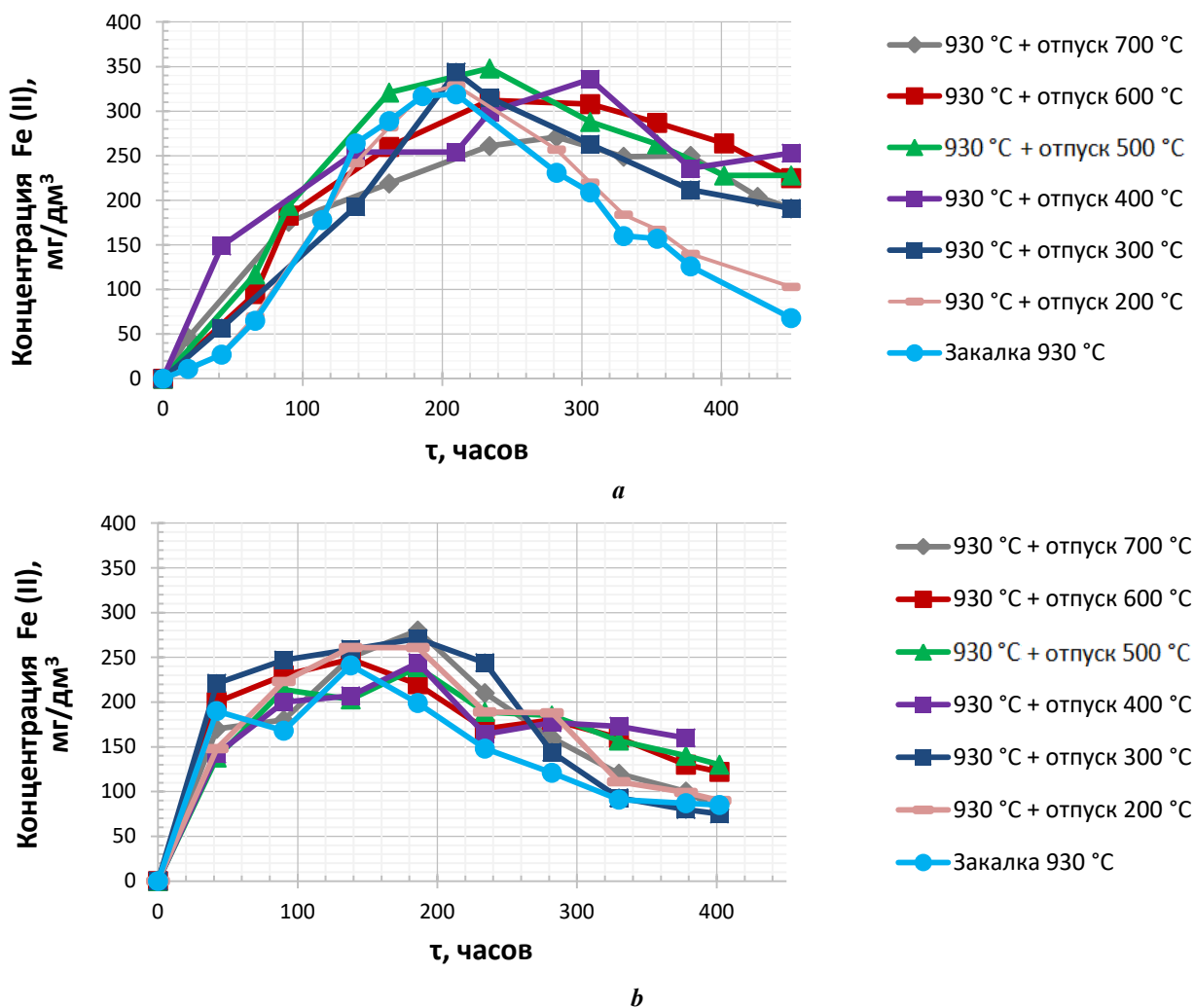


Рис. 7. Зависимость концентрации Fe^{+2} в модельной среде от времени испытаний: **a** – сталь 08ХФА; **b** – сталь 08ХМФА
 Fig. 7. Dependence of the Fe^{+2} concentration in the model environment on the test time: **a** – 08KhFA steel; **b** – 08KhMFA steel

свойства, снимает наиболее опасные остаточные напряжения и обеспечивает формирование карбидной фазы. Исключить отпуск или ограничиться низкотемпературным отпуском можно для труб, работающих в средах с низким содержанием H_2S , или если используемая сталь выдерживает предложенные выше более жесткие испытания на СКРН. В предложенной технологии термической обработки (без высокого отпуска) микролегирование стали V и Nb целесообразно, когда выделение карбонитридных частиц этих элементов происходит на стадии образования бейнитных структур.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Общий тип структуры и механические свойства речного бескарбидного бейнита низкоуглеродистых сталей в температурном интервале отпуска до 500 °C изменяются незначительно.

Отпуск речного бескарбидного малоуглеродистого бейнита (стали 08ХФА, 08ХМФА и 05ХГБ) мало влияет на его стойкость к углекислотной коррозии.

Закалка и средний отпуск в низкоуглеродистых низколегированных сталях с бейнитной закаливаемостью фор-

мируют структурное состояние, обеспечивающее сочетание высоких механических свойств и высокой коррозионной стойкости в нефтепромысловых средах.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Хромых Л.Н., Литвин А.Т., Никитин А.В. Применение углекислого газа в процессе повышения нефтеотдачи пластов // Вестник Евразийской науки. 2018. Т. 10. № 5. С. 82–91. EDN: [VRFXBV](https://doi.org/10.26907/2542-0406.2018.5.82-91).
2. Эфрон Л.И. Металловедение в «большой» металлургии. Трубные стали. М.: Металлургиздат, 2012. 696 с.
3. Иоффе А.В. Освоение бейнитных структур в производстве трубных сталей // Перспективные материалы. Т. 6. Тольятти: ТГУ, 2017. С. 153–196.
4. Яковлева И.Л., Терещенко Н.А., Урцев Н.В. Наблюдение мартенситно-аустенитной составляющей в структуре низкоуглеродистой низколегированной трубной стали // Физика металлов и металлургия. 2020. Т. 121. № 4. С. 396–402. DOI: [10.31857/S0015323020040178](https://doi.org/10.31857/S0015323020040178).
5. Рудской А.И. Научные основы управления структурой и свойствами сталей в процессах термомеханической обработки. М.: РАН, 2019. 276 с.

6. Майсурадзе М.В., Рыжков М.А., Антаков Е.В., Попов Н.А., Проскуряков П.А. Особенности превращений переохлажденного аустенита в современных конструкционных сталях // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2020. № 7. С. 29–38. EDN: [AEAGTO](#).
7. Mandal M., Poole W.J., Militzer M., Collons L. Temperature Dependence of Mechanical Properties for Advanced Line Pipe Steels With Bainitic Microstructures // *Metallurgical and Materials Transaction A*. 2023. Vol. 54. P. 3086–3100. DOI: [10.1007/s11661-023-07072-2](#).
8. Zajac S., Morris P., Komenda J. Quantitative structure-property relationships for complex bainitic microstructures: final report. Luxembourg: Office for Official Publications of the European Communities, 2005. 161 p.
9. Ohmori Y., Ohtani H., Kunitake T. The Bainite in Low Carbon Low Alloy High Strength Steels // *Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan*. 1971. Vol. 11. № 4. P. 250–259. DOI: [10.2355/isijinternational1966.11.250](#).
10. Калетин А.Ю., Калетина Ю.В. Роль остаточного аустенита в структуре бескарбидного бейнита конструкционных сталей // *Физика металлов и металловедение*. 2018. Т. 119. № 9. С. 946–952. DOI: [10.1134/S001532301809005X](#).
11. Колбасников Н.Г., Зайцев А.М., Адигамов Р.Р., Сахаров М.С., Матвеев М.А. О роли мартенситно-аустенитной составляющей бейнитной структуры в формировании свойств трубной стали. 3. Влияние мартенситного превращения аустенита в МА-составляющей бейнита на пластичность стали // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2022. № 10. С. 12–19. DOI: [10.30906/mitom.2022.10.12-19](#).
12. Выбойщик М.А., Грузков И.В., Чистопольцева Е.А., Тетюева Т.В. Формирование структуры и свойств низкоуглеродистого бейнита в стали 08ХФА // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2023. № 7. С. 8–16. DOI: [10.30906/mitom.2023.7.8-16](#).
13. Выбойщик М.А., Федотова А.В., Чистопольцева Е.А., Кудашов Д.В., Грузков И.В. Изменение структуры и свойств низкоуглеродистой стали со структурой речного бескарбидного бейнита в процессе отпуска // *Деформация и разрушение материалов*. 2023. № 8. С. 31–39. DOI: [10.31044/1814-4632-2023-8-31-39](#).
14. Колбасников Н.Г., Сахаров М.С., Кузин С.А., Тетерятников В.С. О стабильности непревращенного аустенита в М/А – фазе бейнитной структуры низкоуглеродистой стали // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2021. № 2. С. 3–10. EDN: [BPZXXG](#).
15. Колбасников Н.Г., Кузин С.А., Тетерятников В.С., Адигамов Р.Р., Сахаров М.С., Матвеев М.А. О роли мартенситно-аустенитной составляющей бейнитной структуры в формировании свойств трубной стали. 2. Деформационная и термическая стабильность аустенита // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2022. № 3. С. 3–12. DOI: [10.30906/mitom.2022.3.3-12](#).
16. Матросов Ю.И. Механизм влияния микродобавок ниобия на микроструктуру и свойства толстолистовых низколегированных трубных сталей // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2022. № 2. С. 18–26. DOI: [10.30906/mitom.2022.2.18-26](#).
17. Матросов Ю.И. Сопоставление влияния микродобавок Nb, Ti, V на процессы формирования микроструктуры низкоуглеродистой низколегированной стали. // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2023. № 3. С. 25–31. DOI: [10.30906/mitom.2023.3.25-31](#).
18. Тетюева Т.В., Иоффе А.В., Денисова Т.В., Грифонова Е.А. Особенности формирования структуры в низкоуглеродистой стали 08ХМФБЧА при закалке и отпуске // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2012. № 10. С. 34–38. EDN: [PHHLAT](#).
19. Завалищин А.Н., Румянцев М.И., Кожевникова Е.В. Влияние закалки и отпуска на структуру и свойства горячекатаного проката из сталей трубного сортамента категорий прочности К60 и К65 // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2023. № 1. С. 13–18. DOI: [10.30906/mitom.2023.1.13-18](#).
20. Эфрон Л.И., Степанов П.П., Воркачев К.Г., Кантор М.М., Боженков В.А., Сметанин К.С. К вопросу о влиянии морфологии бейнита на ударную вязкость низкоуглеродистых сталей // *Сталь*. 2021. № 9. С. 45–50. EDN: [XYMRAF](#).
21. Выбойщик М.А., Иоффе А.В. Научные основы разработки и методология создания сталей для производства нефтепромысловых труб, повышенной прочности и коррозионной стойкости // *Вектор науки Тольяттинского государственного университета*. 2019. № 1. С. 13–21. DOI: [10.18323/2073-5073-2019-1-13-20](#).
22. Li Y.Y., Wang Z.Z., Zhu G.Y., Zhang Q.H., Hou B.S., Lei Y., Wang X., Zhang G.A. Developing a water chemistry model in the CO₂-mixed salts – H₂O system to predict the corrosion of carbon steel in supercritical CO₂-containing formation water // *Corrosion Science*. 2021. Vol. 192. Article number 109806. DOI: [10.1016/j.corsci.2021.109806](#).
23. Keiichi K., Yoon-Shoi C., Srdjan N. Effect of Small Amount of Cr and Mo on Aqueous CO₂ Corrosions of Low-Alloyed Steel and Formation of Protective FeCO₃ in Near-Saturation Conditions // *Corrosion*. 2022. Vol. 79. № 1. P. 97–110. DOI: <https://doi.org/10.5006/4100>.

REFERENCES

1. Khromykh L.N., Litvin A.T., Nikitin A.V. Application of carbon dioxide in enhanced oil recovery. *Vestnik Evraziyskoy nauki*, 2018, vol. 10, no. 5, pp. 82–91. EDN: [VRFXBN](#).
2. Efron L.I. *Metallovedenie v "bolshoy" metallurgii. Trubnye stali* [Metal science as part of "big" metallurgy. Pipe steel]. Moscow, Metallurgizdat Publ., 2012. 696 p.
3. Ioffe A.V. Assimilation of bainite structures in the production of pipe steels. *Perspektivnye materialy*. Tolyatti, TGU Publ., 2017. Vol. 6, pp. 153–196.
4. Yakovleva I.L., Tereshchenko N.A., Urtsev N.V. Observation of the martensitic-austenitic component in the structure of low-carbon low-alloy pipe steel. *Physics of Metals and Metallography*, 2020, vol. 121, no. 4, pp. 352–358. DOI: [10.1134/S0031918X20040171](#).
5. Rudskoy A.I. *Nauchnye osnovy upravleniya strukturoy i svoystvami staley v protsessakh termomekhanicheskoy obrabotki* [Scientific basis of controlling the structure and properties of steels in the heat treatment processes]. Moscow, RAN Publ., 2019. 276 p.

6. Maisuradze M.V., Ryzhkov M.A., Antakov E.V., Popov N.A., Proskuryakov P.A. Special features of transformations of supercooled austenite in modern structural steels. *Metal Science and Heat Treatment*, 2020, vol. 62, no. 7-8, pp. 448–456. DOI: [10.1007/s11041-020-00583-4](https://doi.org/10.1007/s11041-020-00583-4).
7. Mandal M., Poole W.J., Militzer M., Collons L. Temperature Dependence of Mechanical Properties for Advanced Line Pipe Steels With Bainitic Microstructures. *Metallurgical and Materials Transaction A*, 2023, vol. 54, pp. 3086–3100. DOI: [10.1007/s11661-023-07072-2](https://doi.org/10.1007/s11661-023-07072-2).
8. Zajac S., Morris P., Komenda J. *Quantitative structure-property relationships for complex bainitic microstructures: final report*. Luxembourg, Office for Official Publications of the European Communities Publ., 2005. 161 p.
9. Ohmori Y., Ohtani H., Kunitake T. The Bainite in Low Carbon Low Alloy High Strength Steels. *Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan*, 1971, vol. 11, no. 4, pp. 250–259. DOI: [10.2355/isijinternational1966.11.250](https://doi.org/10.2355/isijinternational1966.11.250).
10. Kaletin A.Y., Kaletina Y.V. The role of retained austenite in the structure of carbide-free bainite of construction steels. *Physics of Metals and Metallography*, 2018, vol. 119, no. 9, pp. 893–898. DOI: [10.1134/S0031918X18090053](https://doi.org/10.1134/S0031918X18090053).
11. Kolbasnikov N.G., Zaitsev A.M., Adigamov R.R., Sakharov M.S., Matveev M.A. Role of Martensite-Austenite Component of Bainitic Structure in Formation of Properties of Pipe Steel. 3. Effect of Martensitic Transformation of Austenite in the MA-Component of Bainite on the Ductility of Steel. *Metal Science and Heat Treatment*, 2023, vol. 64, no. 9-10, pp. 547–553. DOI: [10.1007/s11041-023-00849-7](https://doi.org/10.1007/s11041-023-00849-7).
12. Vyboishchik M.A., Gruzkov I.V., Chistopoltseva E.A., Tetyueva T.V. Formation of structure and properties of low-carbon bainite in steel 08KHFA. *Metal Science and Heat Treatment*, 2023, vol. 65, no. 7-8, pp. 400–409. DOI: [10.1007/s11041-023-00947-6](https://doi.org/10.1007/s11041-023-00947-6).
13. Vyboyshchik M.A., Fedotova A.V., Chistopoltseva E.A., Kudashov D.V., Gruzkov I.V. Changes in structure and properties of low-carbon steel with structure of lath-type carbide-free bainite during tempering. *Deformatsiya i razrushenie materialov*, 2023, no. 8, pp. 31–39. DOI: [10.31044/1814-4632-2023-8-31-39](https://doi.org/10.31044/1814-4632-2023-8-31-39).
14. Kolbasnikov N.G., Sakharov M.S., Kuzin S.A., Teteryatnikov V.S. Stability of untransformed austenite in M/A phase of bainitic structure of low-carbon steel. *Metal Science and Heat Treatment*, 2021, vol. 63, no. 1-2, pp. 63–69. DOI: [10.1007/s11041-021-00648-y](https://doi.org/10.1007/s11041-021-00648-y).
15. Kolbasnikov N.G., Kuzin S.A., Teteryatnikov V.S., Adigamov R.R., Sakharov M.S., Matveev M.A. Role of bainitic structure martensitic-austenitic component in pipe steel property formation. 2. Austenite deformation and thermal stability. *Metal Science and Heat Treatment*, 2022, vol. 64, no. 3-4, pp. 137–145. DOI: [10.1007/s11041-022-00774-1](https://doi.org/10.1007/s11041-022-00774-1).
16. Matrosov Yu.I. Mechanism of the influence of microadditions of niobium on microstructure and properties of thick-sheet low-alloy pipe steel. *Metal Science and Heat Treatment*, 2022, vol. 64, no. 1-2, pp. 87–94. DOI: [10.1007/s11041-022-00766-1](https://doi.org/10.1007/s11041-022-00766-1).
17. Matrosov Yu.I. Comparison of the Effect of Microadditions of Niobium, Titanium and Vanadium on Formation of Microstructure of Low-Carbon Low-Alloy Steels. *Metal Science and Heat Treatment*, 2023, vol. 65, no. 3-4, pp. 152–158. DOI: [10.1007/s11041-023-00907-0](https://doi.org/10.1007/s11041-023-00907-0).
18. Tetyueva T.V., Ioffe A.V., Denisova T.V., Trifonova E.A. special features of formation of structure in low-alloy steel 08KHMFBCHA upon quenching and tempering. *Metal Science and Heat Treatment*, 2013, vol. 54, no. 9-10, pp. 524–529. DOI: [10.1007/s11041-013-9542-7](https://doi.org/10.1007/s11041-013-9542-7).
19. Zavalishchin A.N., Rumyantsev M.I., Kozhevnikova E.V. Effect of quenching and tempering on the structure and properties of hot-rolled pipe steels of strength categories K60 and K65. *Metal Science and Heat Treatment*, 2023, vol. 65, no. 1-2, pp. 12–17. DOI: [10.1007/s11041-023-00884-4](https://doi.org/10.1007/s11041-023-00884-4).
20. Efron L.I., Stepanov P.P., Smetanin K.S., Vorkachev K.G., Kantor M.M., Bozhenov V.A. Questioning the effect of bainite morphology on the impact viscosity of low-carbon steels. *Steel in Translation*, 2021, vol. 51, no. 9, pp. 670–676. DOI: [10.3103/S0967091221090035](https://doi.org/10.3103/S0967091221090035).
21. Vyboyshchik M.A., Ioffe A.V. Scientific basis of development and the methodology of creation of steels for the production of oilfield casing and tubular goods with the increased strength and corrosion resistance. *Frontier materials and technologies*, 2019, no. 1, pp. 13–21. DOI: [10.18323/2073-5073-2019-1-13-20](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2019-1-13-20).
22. Li Y.Y., Wang Z.Z., Zhu G.Y., Zhang Q.H., Hou B.S., Lei Y., Wang X., Zhang G.A. Developing a water chemistry model in the CO₂-mixed salts – H₂O system to predict the corrosion of carbon steel in supercritical CO₂-containing formation water. *Corrosion Science*, 2021, vol. 192, article number 109806. DOI: [10.1016/j.corsci.2021.109806](https://doi.org/10.1016/j.corsci.2021.109806).
23. Keiichi K., Yoon-Shoi C., Srdjan N. Effect of Small Amount of Cr and Mo on Aqueous CO₂ Corrosions of Low-Alloyed Steel and Formation of Protective FeCO₃ in Near-Saturation Conditions. *Corrosion*, 2022, vol. 79, no. 1, pp. 97–110. DOI: <https://doi.org/10.5006/4100>.

Corrosion-mechanical destruction of bainite structures in oilfield environments

© 2024

Mikhail A. Vyboishchik^{1,3}, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor,
professor of Chair “Welding, Pressure Treatment of Materials and Allied Processes”

Igor V. Gruzkov^{*1,2,4}, postgraduate student,

Head of the Laboratory of Optical and Electron Microscopy

¹Togliatti State University, Togliatti (Russia)

²IT-Service Limited Liability Company, Samara (Russia)

*E-mail: gruzkov@its-samara.com,
gigabon7@mail.ru

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2797-5396>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0009-0007-9580-9935>

Received 12.12.2023

Accepted 15.08.2024

Abstract: The main direction in solving the problem of increasing the reliability of field equipment, is the creation of new steels with higher resistance to corrosion-mechanical destruction. Currently, to produce oil and gas pipeline systems, low-carbon, low-alloy steels are used, in which lath carbide-free bainite is formed when quenched in water. Such a structure provides a combination of high strength and resistance to brittle fracture. However, issues of increasing corrosion resistance are still open. The purpose of this work is to identify the structural condition of low-carbon, low-alloy, pipe steels, providing a combination of high mechanical properties with increased corrosion resistance in oilfield environments. The studies were carried out on the latest generation 08KhFA, 08KhFMA and 05KhGB steels, most popular when manufacturing oil and gas pipelines. Samples for the study were cut from the pipes and quenched from the austenite region in water, which formed the structure of lath carbide-free bainite. The quenched samples were tempered at temperatures of 200, 300, 400, 500, 600, and 700 °C. To identify the relationship between the morphology of bainite structures and their properties, the samples after quenching and tempering at each temperature, were subjected to metallographic analysis, X-ray diffraction analysis, mechanical tests, and corrosion resistance tests. The work shows the sequence of structure transformation, temperature ranges of phase and structural transformations, changes in mechanical properties, and corrosion resistance that occur during tempering of lath carbide-free low-carbon bainite. It is shown that tempering of lath carbide-free bainite (08KhFA, 08KhMFA and 05KhGB steels) does not affect the rate of carbon dioxide corrosion. It has been found that medium tempering forms the structural condition of carbide-free low-carbon lath bainite providing a combination of high mechanical properties and high corrosion resistance in oil field environments. For each of the steels under study, the authors give recommended heat treatment modes.

Keywords: corrosion-mechanical destruction; destruction of bainite structures; oilfield environment; pipe steels; structural condition.

For citation: Vyboishchik M.A., Gruzkov I.V. Corrosion-mechanical destruction of bainite structures in oilfield environments. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 3, pp. 17–29. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-3-69-2.

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).

Влияние микролегирования фосфором на структурообразование многокомпонентной латуни ЛМцАЖН

© 2024

Гнусина Анастасия Михайловна*¹, аспирант

кафедры «Нанотехнологии, материаловедение и механика»

Святкин Алексей Владимирович², кандидат технических наук,

доцент кафедры «Нанотехнологии, материаловедение и механика»

Тольяттинский государственный университет, Тольятти (Россия)

*E-mail: anastasiya.gnusina@vaz.ru,
myripru@gmail.com

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

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-8121-9084>

Поступила в редакцию 26.06.2023

Принята к публикации 19.07.2024

Аннотация: Фосфор в латуни может оказывать как положительное влияние – улучшать механические свойства, повышать коррозионную стойкость и обрабатываемость, так и отрицательное – негативно сказываться на свариваемости и приводить к растрескиванию. Исследование роли фосфора в процессах структурообразования латуни имеет практическую актуальность, поскольку способствует оптимизации свойств материала, снижению возможности появления дефектов, улучшению процессов обработки и контролю свойств и качества. Работа посвящена исследованию роли фосфора в латуни, необходимости контроля его содержания при производстве путем ограничения доли вторичного использования. Выявлена возможность положительного влияния модификации медных сплавов фосфором с целью улучшения эксплуатационных свойств, а также перспектива использования фосфора в качестве безопасной замены свинца в латуни. Проведена оценка содержания и распределения примеси фосфора в концентрации 0,005 % в латунном образце марки ЛМцАЖН 59-3,5-2,3-0,5-0,3, изучены характер его взаимодействия с другими компонентами сплава и изменения, происходящие при различных температурах термической обработки. Установлено, что фосфор активно участвует в диффузионных процессах и образует фосфиды как в дефектных, так и в бездефектных заготовках. При нагреве в области температур горячей деформации происходит перераспределение фосфора, локальное растворение фосфида и образование метастабильных включений. Из-за различий в концентрации элементов в областях, прилегающих к фосфиду, происходит изменение структуры латуни, что приводит к образованию участков, отличных от матричной β -фазы. Фосфид марганца в латуни может улучшить ее механические свойства и обрабатываемость резанием, но избыток этого соединения может привести к проблемам с прочностью, трещиностойкостью и формованием.

Ключевые слова: двойные и многокомпонентные латуни; анализ распределения фосфора; силициды; фосфор; соединения с фосфором; форма и размеры включений; влияние нагрева на микроструктуру; перераспределение фосфора; марганцевый фосфид; диффузионные процессы; метастабильные включения.

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

Для цитирования: Гнусина А.М., Святкин А.В. Влияние микролегирования фосфором на структурообразование многокомпонентной латуни ЛМцАЖН // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 3. С. 31–40. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-3-69-3.

ВВЕДЕНИЕ

Многокомпонентные латуни обладают множеством перспективных функциональных свойств, благодаря чему остаются незаменимыми материалами в автомобилестроении и других областях промышленности. Несмотря на длительную историю исследований данного машиностроительного материала, до сих пор не все взаимосвязи между структурой и свойствами в процессе технологической обработки изучены в полном объеме.

Существуют технологические трудности при производстве полуфабрикатов и изготовлении изделий из латуни, вызванные ее склонностью к растрескиванию в некоторых температурных интервалах [1]. Диаграммы состояния многокомпонентных систем, представленных в виде изотермических сечений, фокусируются на основных компонентах, при этом не учитывают пере-

распределение элементов, образующих армирующие включения – силициды, которые также зачастую являются сложными соединениями [2]. В зависимости от химического состава, условий обработки и производства интерметаллиды в латунях приобретают различную форму. Например, наличие марганцовистых фосфидов приводит к образованию столбчатых или пластинчатых включений, а кремний формирует с марганцем интерметаллиды, претерпевающие сложные изменения формы в процессе зарождения и роста [3]. В зависимости от того, каким элементом легирована латунь, в сплаве будет преобладать та или иная форма включений, однако будут встречаться интерметаллиды, отличные по геометрии от преобладающей формы. Кроме того, форма интерметаллидов может видоизменяться в результате механической и термической обработки [4]. На сегодняшний день металлургические предприятия используют

в качестве исходного материала помимо чистых руд и компонентов возвратные материалы, полученные в ходе собственного производства. Даже при наличии переработки шлаков обычно проводится лишь ручная выборка крупнозернистых корольков меди, латуни, бронзы и лигатуры либо используется метод грохочения по крупности с последующим возвратом металлической части в металлургический процесс. В результате вторичного использования в сплав попадает фосфор.

Фосфор и его соединения могут присутствовать в латуни в виде примеси, но обычно его содержание должно быть небольшим, не более 0,25–0,3 % веса. Это связано с тем, что высокое содержание фосфора может негативно повлиять на свойства латуни. В частности, высокое содержание фосфора может привести к следующим проблемам:

1) снижается электропроводимость материала: присутствие только 0,04 % фосфора уменьшает проводимость чистой меди до 80 % (по сравнению со 100 % для меди без фосфора) [5];

2) латунь становится более хрупкой и склонной к возникновению трещин при изгибе или разрыве [1];

3) присутствие фосфора может привести к нежелательной закалке латуни, что может снизить ее способность к деформации без разрушения [6].

Из-за этих негативных проявлений высокое содержание фосфора в латуни стараются ограничивать при производстве.

С другой стороны, фосфор активно применяют при выплавке меди и сплавов на ее основе. Раскисленная фосфором медь проявляет более высокие пластические свойства, чем чистая, что объясняется влиянием остаточного фосфора [5]. Фосфор вводят в легированную латунь с целью снижения скорости роста соединения Cu_5Zn_8 (γ -фазы): формирование фазы происходит более равномерно по объему, что способствует улучшению механических свойств латуней и повышению стойкости к коррозии [7–9]. В литературе имеются данные о промышленном модифицировании медных сплавов фосфором [10; 11], однако применяющаяся на сегодняшний день технология представляет значительную опасность для окружающей среды. Теоретически возможны и иные методы модифицирования латуни фосфором, но для выполнения этой операции структуры кристаллических решеток фосфида меди и силицидов должны быть идентичными, согласно принципам структурного и размерного соответствия [12].

Существуют источники, в которых показано использование фосфора для замены свинца [1]. Добавление свинца в латунные сплавы повышает герметичность и обрабатываемость материала резанием [13]. Однако из-за опасности для здоровья, связанной со свинцом, были введены более строгие правила содержания свинца в изделиях из латуни. Частые использования освинцованной латуни в сантехнике могли привести к выводу токсичных частиц свинца в питьевую воду. Альтернативой может служить более экологичная бессвинцовая латунь, не содержащая токсичных свинцовых примесей, которые могут попасть в питьевую воду. Кроме того, латуни с фосфором имеют значительно более высокую устойчивость к коррозии по сравнению со свинцовой латунью [14].

Из анализа литературных источников следует, что информация о распределении фосфора в многокомпонентной латуни неполная, также нет данных о поведении фосфора и его соединений при нагреве в интервале температур горячей деформации. При этом можно предположить, что перераспределение фосфора может негативно влиять на технологические свойства латуни.

Цель работы – определение роли фосфора в процессах структурообразования многокомпонентной латуни ЛМцАЖН 59-3,5-2,3-0,5-0,3 (иностранный аналог – $CuZn_{32}Mn_3Al_2FeNi$).

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Объект исследования в данной работе – латунь марки ЛМцАЖН 59-3,5-2,3-0,5-0,3 (далее – ЛМцАЖН), в которой матрицей является β -фаза, а армирующим компонентом – силицидные включения в виде дисперсной фазы. Роль микродобавок фосфора в структурообразовании явилась предметом исследования.

В качестве основного методического подхода применяли сравнительный анализ образцов латуни в исходном состоянии (прессованная труба при температуре 780 °С с отжигом для снятия напряжений 500 °С, 1 ч) и образцов после нагрева, имитирующего типовой [15] технологический процесс обработки – нагрев под штамповку при 780 °С в течение 12 мин.

Первичные исследования проводились методом структурного анализа образцов в исходном состоянии на оптическом микроскопе Olympus-GX51 (Япония), оснащенном анализатором микроструктуры SIAMS 800 (Россия). Производилось травление поверхности с целью выявления микроструктуры сплава. В качестве травителя применялся раствор ледяной уксусной и азотной кислоты 1:1. Химический состав определялся на оптическом эмиссионном спектрометре OBLF QSG 750-II (Германия). Для измерения твердости по методу Виккерса по ГОСТ Р ИСО 6507-1 использовали микротвердомер Wilkera мод. 536 фирмы Karl Frank (США) с нагрузкой HV30. Значения твердости получены как среднее арифметическое пяти повторных измерений образца.

Дальнейшие исследования проводились на сканирующем электронном микроскопе фирмы Zeiss (Германия) с программным обеспечением фирмы Bruker. Дополнительно был проведен сравнительный анализ изменения химического состава силицидов и фосфосилицидов при нагреве. Было проанализировано 350 силицидов после нагрева до температур 700, 750, 800 и 830 °С.

В работе представлены микроснимки, полученные с помощью функции картирования, дающие представление о распределении химического состава по объему стержневидного включения в состоянии после нагрева. Для повышения проводимости производилась обработка золотом на одношпеневом магнетронном напылителе SBC900 (Китай) с применением мишени «золото – платина» в соотношении 70:30.

Рентгеноспектральный анализ проводили на сканирующем электронном микроскопе EVO18 с детектором EDX фирмы Bruker (Германия). Определен химический состав твердого раствора и интерметаллидов различной формы, данные обработаны и сведены в таблицу.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В таблице 1 представлены результаты химического анализа сплава ЛМцАЖН. На рис. 1 показана микроструктура образцов в состоянии поставки (исходном) в травленном виде. Значение твердости исходного образца составило 184–189 HV. Микроструктура состоит в основном из зерен β -фазы и округлых интерметаллидов размером 0,5–4 мкм (рис. 2, 3). Выявлены стержневидные включения (рис. 3) размером до 30×4 мкм, единичные стержневидные включения могут достигать 70 мкм в длину. На стержневидных включениях (рис. 4) выявлены вторичные кристаллы. Образование и рост вторичных кристаллов обусловлен более высоким уровнем напряжений во включении по сравнению с матричным раствором. Твердость образцов после нагрева изменилась незначительно, в пределах 1–2 HV, что не превышает погрешности измерения.

В результате рентгеноспектрального анализа был определен химический состав фаз (таблицы 2, 3). Фосфор был выявлен в стержневидных соединениях (до 25 %) и в меньшем количестве – в отдельных округлых силицидах (до 3 % от массы включения). В твердом растворе и на границах зерен фосфор не обнаружен.

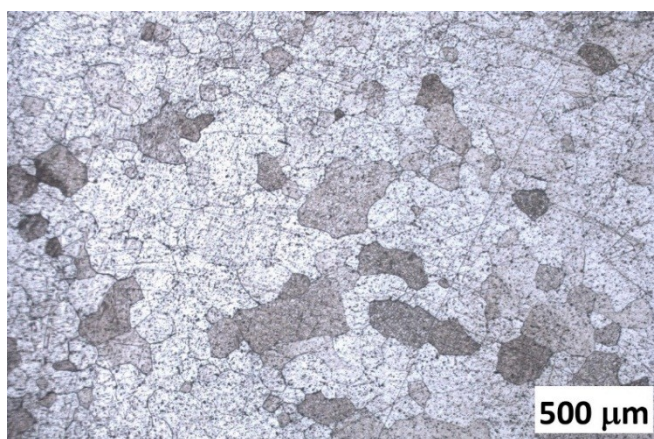
Таким образом, фосфор в многокомпонентном сплаве ЛМцАЖН полностью связан в соединения. Элементный состав стержней соответствует соединению типа $(Mn,Fe)_2P$ с примесью Si. В мелкодисперсных округлых силицидах фосфор, по-видимому, замещает кремний в соединениях Me_3Si . Максимальная концентрация фосфора выявляется в центральной части включения.

На электронно-микроскопическом снимке с цветовой индикацией химических элементов (рис. 4) показан стержневидный интерметаллид, представляющий собой фосфосилицид марганца – железа с вторичными кристаллами силицида марганца. Вторичные кристаллы на стержне в основном состоят из железа (рис. 4 а) и кремния (рис. 4 б). Интерметаллид выделяется зеленым цветом из-за высокого содержания марганца и фосфора. Включение представляет собой соединение марганца и железа с фосфором и кремнием. Методом линейного сканирования показано, что фосфор главным образом взаимодействует с марганцем (рис. 5), их концентрационные линии полностью совпадают. Рост вторичных кристаллов происходит за счет железа и кремния.

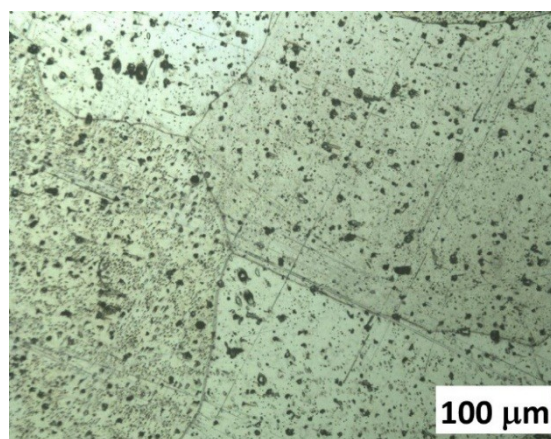
После нагрева до температур горячей деформации происходит трансформация фосфидов (рис. 6), обусловленная частичным растворением включений. При этом в матричном растворе выявляются выделения правильной формы, обладающие повышенной концентрацией фосфора (рис. 7). Вероятно, такие образования формируются на участках, прилегающих к силицидам. Линейное сканирование этих участков показало, что после нагрева до 780 °С происходит перераспределение алюминия и фосфора: максимумы концентраций алюминия и фосфора совпадают и смещены относительно максимума кремния на 1...2 мкм. Таким образом, фосфор наряду с алюминием способствует дисперсионному упрочнению в латуни ЛМцАЖН. Из-за малой концентрации фосфора в образцах степень упрочнения не изучалась.

Таблица 1. Химический состав сплава ЛМцАЖН 59-3,5-2,3-0,5-0,3
Table 1. Chemical composition of the CuZn32Mn3Al2FeNi brass alloy

Концентрация элементов, мас. %										
Cu	Mn	Al	Fe	Ni	Zn	Si	Pb	Cr	Sn	P
53,660	3,403	2,438	0,575	0,520	39,220	0,033	0,116	0,004	0,012	0,005



a



b

Рис. 1. Микроструктура сплава ЛМцАЖН 59-3,5-2,3-0,5-0,3 при увеличении: а – в 100 раз; б – в 200 раз
Fig. 1. Microstructure of the CuZn32Mn3Al2FeNi alloy at magnification of: a – 100 times; b – 200 times

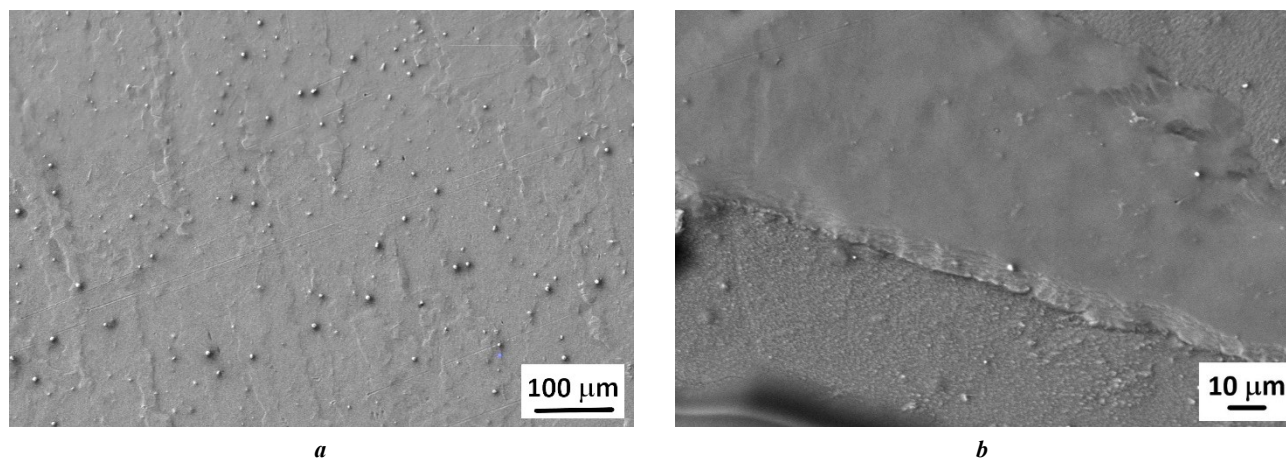


Рис. 2. Электронно-микроскопический снимок структуры сплава ЛМцАЖН 59-3,5-2,3-0,5-0,3 при увеличении: **a** – в 400 раз; **b** – в 1640 раз

Fig. 2. Electron micrograph of the structure of the CuZn32Mn3Al2FeNi alloy at magnification of: **a** – 400 times; **b** – 1640 times



Рис. 3. Электронно-микроскопический снимок стержневидного включения с выделением вторичных кристаллов

Fig. 3. Electron micrograph of a rod-shaped inclusion with secondary crystal precipitations

Таблица 2. Химический состав твердого раствора (β -фазы)
Table 2. Chemical composition of the solid solution (β -phase)

Концентрация элементов, мас. %					
Cu	Mn	Al	Fe	Ni	Zn
57,293	3,521	2,301	0,910	0,524	35,461

На рис. 6 представлен фосфосилицид после нагрева при температуре 780 °С. Обнаружено локальное растворение интерметаллида. Кроме того, выявляется затемненная область, искажение структуры вокруг включения. Различия в концентрации элементов приводят к получению участков с различным химсоставом в областях, прилегающих к фосфиду (таблица 4). Из таблицы 4 видно, что при нагреве в интервале горячей деформации происходит перераспределение основных

элементов с переходом компонентов в твердый раствор матрицы.

Сравнение влияния температуры нагрева на химический состав силицидов и фосфосилицидов показало, что в характерном для промышленного производства интервале горячей деформации 700...830 °С фосфосилициды остаются более термостабильными, в то время как у силицидов наблюдается выраженный максимум при 750 °С и минимум при 800 °С (рис. 8) соотношения Mn/Si.

Таблица 3. Химический состав интерметаллидных включений
Table 3. Chemical composition of intermetallic inclusions

Тип	Концентрация элементов, мас. %						
	Al	Mn	Fe	Cr	Ni	Si	P
Стержневидное включение (Mn,Fe) ₂ P	3,22	32,58	31,57	2,72	1,17	4,47	24,27
Пластина (Mn,Fe) ₂ P	1,18	32,09	46,31	2,94	0,41	4,48	12,59
Силицид округлый	8,43	13,53	57,40	1,58	1,42	17,64	–
Силицид округлый с фосфором	5,24	17,46	62,24	1,57	–	10,54	2,94

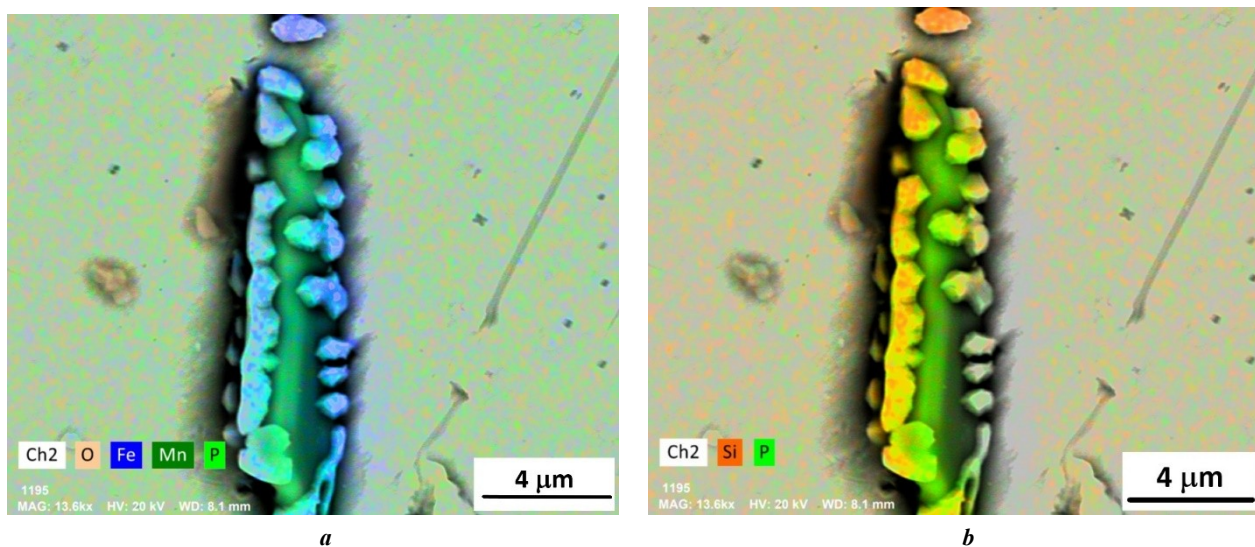


Рис. 4. Электронно-микроскопический снимок включения с цветовым выделением химических элементов:
а – кислорода, железа, марганца и фосфора; б – кремния и фосфора
Fig. 4. Electron micrograph of an inclusion with color highlighting of chemical elements:
a – oxygen, iron, manganese and phosphorus; b – silicon and phosphorus

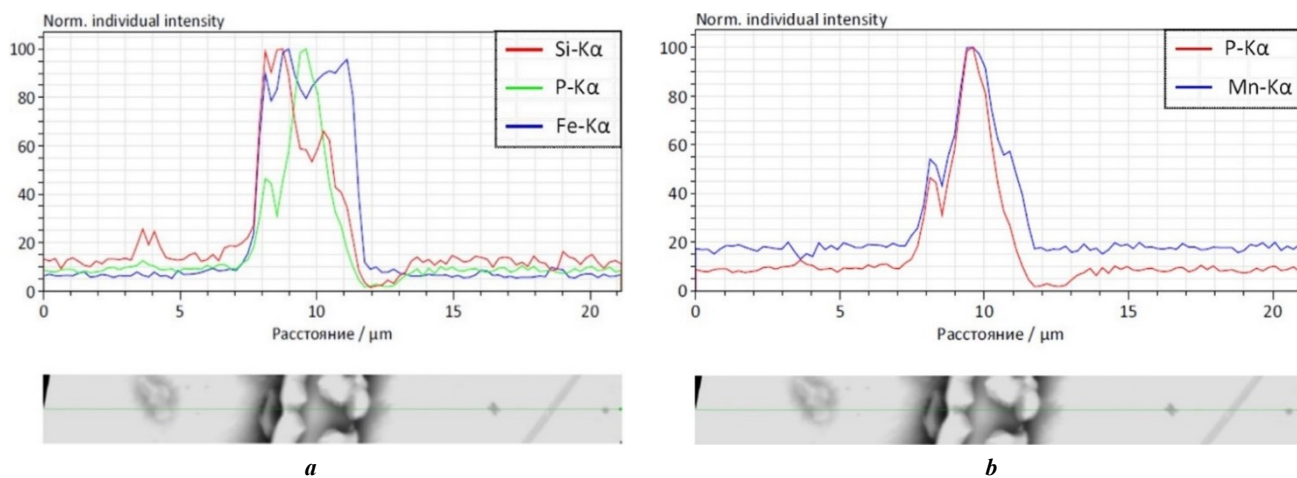


Рис. 5. Линейное сканирование твердого раствора и силицида на содержание химических элементов:
а – кремния, фосфора и железа; б – фосфора и марганца
Fig. 5. Linear scanning of solid solution and silicide for chemical element content:
a – silicon, phosphorus and iron; b – phosphorus and manganese

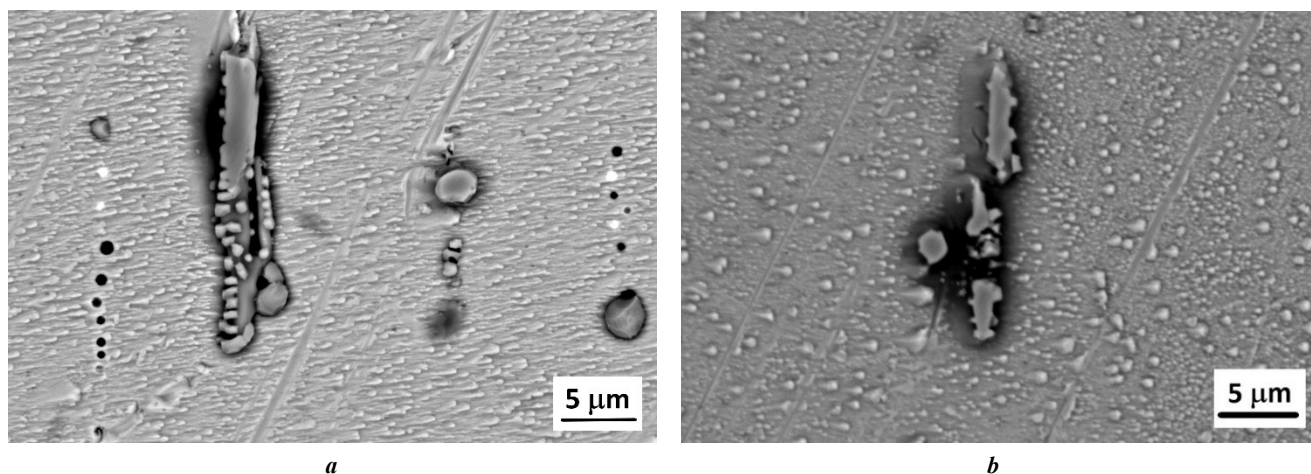


Рис. 6. Электронно-микроскопический снимок интерметаллидного включения:
a – исходное состояние (после прессования и отжига); *b* – отштампованный образец после нагрева при 780 °С
Fig. 6. Electron micrograph of an intermetallic inclusion:
a – initial state (after pressing and annealing); *b* – stamped sample after heating at 780 °С

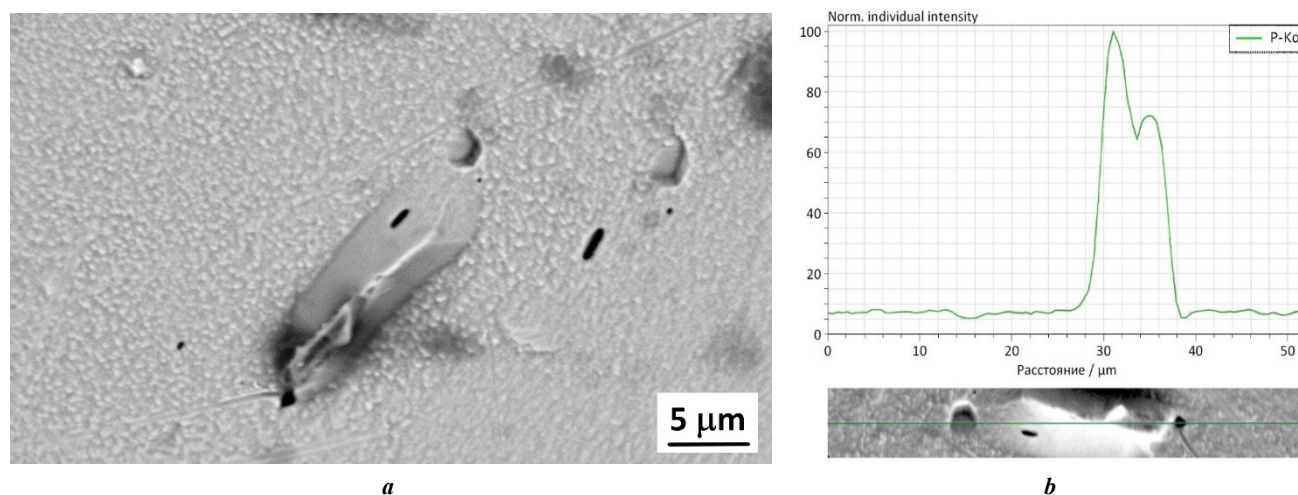


Рис. 7. Метастабильное выделение с повышенной концентрацией фосфора:
a – электронно-микроскопический снимок; *b* – линейное сканирование
Fig. 7. Metastable precipitation with increased phosphorus concentration:
a – electron micrograph; *b* – linear scanning

Таблица 4. Локальный химический состав твердого раствора после нагрева при 780 °С
Table 4. Local chemical composition of the solid solution after heating at 780 °С

Расположение	Концентрация элементов, мас. %								
	Al	Si	Mn	Cu	Zn	Fe	Ni	P	Cr
Область, прилегающая к фосфиду	1,38	1,11	10,54	43,80	27,78	9,70	0,63	4,80	0,73
Твердый раствор, β-фаза	2,47	0,18	3,34	57,72	35,41	0,32	0,47	–	–

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

В настоящее время влияние фосфора на свойства многокомпонентных латуней слабо отражено в отечественной и зарубежной литературе. Увеличение применимости латуней с фосфором связано с ростом внимания в странах «глобального запада» к экологическим аспектам [1; 14]. Изучалось влияние фосфора на ползучесть и охрупчивание границ зерен медных сплавов [16–18]. При этом было показано, что сегрегации фосфора не могут являться причиной охрупчивания и могут увеличивать пластичность поликристаллической меди [17; 18].

Фосфор в многокомпонентных латунях активно участвует в диффузионных процессах и образует совместно с марганцем, железом и кремнием крупные фосфосилициды стержневидной формы. В настоящей работе показано, что размеры таких включений кратно превышают размеры силицидов. Образование фосфосилицидов железа – марганца также отмечалось в работе [19]. Факт укрупнения включений может объясняться более высокой температурой образования фосфидов марганца по сравнению с силицидами. Авторы исследовали аналогичные стержневидные включения типа $Me_2(Si,P)$ до нагрева под штамповку и после нагрева [19]. Выявлено, что химический состав включений заготовок, склонных к растрескиванию, изменяется при нагреве, а включения заготовок без растрескивания термостабильны. Таким образом, повышение термостабильности включений в интервале горячей деформации способствует повышению трещиностойкости.

Способность железа и фосфора образовывать соединения Fe_3P и Fe_2P в двухфазной латуни также рассмотрена в работе [10]. Там же показано, что для кристаллов меди и железа с содержанием Fe более примерно 0,3 % по массе может произойти частичный распад при закалке от высоких температур, в зависимости от температуры закалки и скорости охлаждения; более низкие концентрации фосфора не изучались. Авторы [10] отмечают, что загрязнение железом и фосфором сильно влияет на поведение латунных полуфабрикатов в процессе производства, поскольку рекристаллизация металла затруднена, особенно при совместном присутствии обоих элементов. Указывается также, что α -латунь и железо могут находиться в виде равновесных фаз. В работе [20] установлено, что такие включения представляют собой γ -Fe. При этом в зависимости от температуры и продолжительности нагрева в матрице α -латуни содержится разное количество железа. Показано, что подходящая термообработка может увеличить количество этих осадков и что термообработка при температуре 650 °C является оптимальной для получения наибольшего количества γ -Fe. При этом поведение железа в β -латуни в присутствии кремния и фосфора не исследовалось. Однако, исходя из результатов [10; 19; 21], наличие кремния и фосфора неизбежно связывает железо в силициды и фосфиды. Укрупнение включений, с одной стороны, может способствовать их выкрашиванию при механической обработке, с другой – повысить сопротивление износу. Отмечено конгруэнтное поведение концентрационных линий марганца и фосфора при сканировании фосфосилицидов, а также фосфора и алюминия при сканировании метастабиль-

ных включений. Для понимания, как увеличение концентрации фосфора будет влиять на структурообразование многокомпонентных латуней, потребуются провести дополнительные исследования с повышенной концентрацией фосфора, для чего необходимо создать набор экспериментальных образцов латуни с фосфором в разной концентрации.

Влияние фосфора на твердость из-за малой концентрации оценить сложно, поскольку после нагрева действуют и другие факторы, которые могут отражаться на твердости. Однако можно предположить, что увеличение концентрации не связанного в фосфосилициды марганца фосфора приведет к повышению твердости и ускорению процессов старения за счет образования дополнительных центров кристаллизации.

При нагреве до температуры горячей деформации материала происходит частичное растворение фосфидосилицида и переход компонентов интерметаллида в матрицу, однако изменение химического состава фосфосилицидов не столь интенсивно, как у силицидов. Более подробно процесс изучен в [21]. Замечено, что в интервале горячей деформации многокомпонентных латуней фосфосилициды более термостабильны.

Поскольку исследования проводились на образцах с малой концентрацией фосфора, на уровне микролегирования, влияние полученных закономерностей поведения фосфора в латуни отследить трудно. Целесообразно изучить влияние при различной концентрации. Требуются дополнительные исследования, поскольку необходимо оценить растворимость интерметаллидов с фосфором в многокомпонентных латунях.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

Установлено, что значительная часть фосфора в многокомпонентной латуни ЛМЦАЖН в низкой концентрации (до 0,005 % мас.) связана в фосфосилицидах марганца.

При соединении с марганцем и железом фосфор образует включения в форме стержней. При сканировании концентрационные линии марганца и фосфора совпадают. Вторичные кристаллы в этих соединениях в основном состоят из железа и кремния.

При нагреве до температуры горячей деформации происходит перераспределение фосфора, растворение интерметаллида и образование метастабильных включений, при этом фосфор перераспределяется совместно с алюминием.

Фосфосилициды в интервале горячей деформации латуней более термостабильны, чем силициды.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Stavroulakis P., Toulfatzis A.I., Pantazopoulos G.A., Paipetis A.S. Machinable Leaded and Eco-Friendly Brass Alloys for High Performance Manufacturing Processes: A Critical Review // *Metals*. 2022. Vol. 12. № 2. Article number 246. DOI: [10.3390/met12020246](https://doi.org/10.3390/met12020246).
2. Wang Jiong, Xua Honghui, Shang Shunli, Zhang Lijun, Du Yong, Zhang Wenqing, Liu Shuhong, Wang Peisheng, Liu Zi-Kui. Experimental investigation and thermodynamic modeling of the Cu–Si–Zn system with

- the refined description for the Cu–Zn system // *Calphad*. 2011. Vol. 35. № 35. P. 191–203. DOI: [10.1016/j.calphad.2011.02.001](https://doi.org/10.1016/j.calphad.2011.02.001).
3. Bie Lifu, Chen Xiaohong, Liu Ping, Zhang Tao, Xu Xiangliu. Morphology Evolution of Mn₅Si₃ Phase and Effect of Mn content on Wear Resistance of Special Brass // *Metals and Materials International*. 2019. Vol. 26. P. 431–443. DOI: [10.1007/s12540-019-00243-0](https://doi.org/10.1007/s12540-019-00243-0).
 4. Porter D.A., Easterling K.E., Sherif M.Y. *Phase transformations in metals and alloys*. London: Taylor & Francis Group, 2009. 538 p.
 5. Chen Nannan, Wang Hongliang, Veeresh P. et al. Achieving brittle-intermetallic-free and high-conductivity aluminum/copper joints using nickel-phosphorus coatings // *Materials & Design*. 2021. Vol. 199. Article number 109435. DOI: [10.1016/j.matdes.2020.109435](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.109435).
 6. Gholami M.D., Hashemi R., Davoodi B. Investigation of microstructure evolution on the fracture toughness behaviour of Brass/Low Carbon Steel/Brass clad sheets fabricated by Cold Roll Bonding process // *Journal of Materials Research and Technology*. 2023. Vol. 25. P. 2570–2588. DOI: [10.1016/j.jmrt.2023.06.103](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.06.103).
 7. Galai M., Benqlilou H., Ebntouhami M., Nassali H., Belhaj T., Berrami Kh., Mansouri I., Ouaki B. Effect of phosphorus content of α brass on its corrosion resistance in aggression soil: experimental and characterization studies // *Euro-Mediterranean Journal for Environmental Integration*. 2021. Vol. 6. Article number 41. DOI: [10.1007/s41207-021-00244-9](https://doi.org/10.1007/s41207-021-00244-9).
 8. Алистратов В.Н., Чигарев В.В., Ильенко В.В. Разработка состава порошковой ленты, предназначенной для наплавки бронзы, работающей в условиях электроэрозионного износа // *Вестник Приазовского государственного технического университета*. Серия: Технические науки. 2003. № 13. С. 1–4.
 9. Козадеров О.А., Таранов Д.М., Кривошлыков А.Н., Бородин С.В. Кинетика фазовых превращений при селективном растворении интерметаллида Cu₅Zn₈ // *Конденсированные среды и межфазные границы*. 2020. Т. 22. № 3. С. 344–352. DOI: [10.17308/kcmf.2020.22/2965](https://doi.org/10.17308/kcmf.2020.22/2965).
 10. Dürrschnabel W. Eisen und Phosphor in CuZn₃₆: I. Die Löslichkeit von Eisen und Phosphor in CuZn₃₆ // *International Journal of Materials Research*. 1968. Vol. 59. № 12. P. 887–894. DOI: [10.1515/ijmr-1968-591201](https://doi.org/10.1515/ijmr-1968-591201).
 11. Щепочкина Ю.А. Латуны: патент РФ № 2625853, 2017. 3 с.
 12. Стеценко В.Ю. О модифицировании заэвтектических сулмунинов // *Литье и металлургия*. 2008. № 1. С. 151–154. EDN: [WAMPTB](https://www.edn.ru/wamptb).
 13. Adineh M., Doostmohammadi H., Raiszadeh R. Effect of Si and Al on the Microstructure, Mechanical Properties and Machinability of 65Cu–35Zn Brass // *Iranian Journal of Materials Science & Engineering*. 2019. Vol. 16. № 2. P. 21–32. DOI: [10.22068/IJMSE.16.2.21](https://doi.org/10.22068/IJMSE.16.2.21).
 14. Huang Hui-zhen, Lu De, Shuai Ge-wang, Wei Xiu-qin. Effects of Phosphorus Addition on the Corrosion Resistance of Sn–0.7Cu Lead-Free Solder Alloy // *Transactions of the Indian Institute of Metals*. 2016. Vol. 69. P. 1537–1543. DOI: [10.1007/s12666-015-0727-1](https://doi.org/10.1007/s12666-015-0727-1).
 15. Святкин А.В. Влияние температуры нагрева под штамповку на склонность к растрескиванию заготовок из ЛМЦАЖН 59-3,5-2,5-0,4-0,2 // *Вектор науки Тольяттинского государственного университета*. 2018. № 3. С. 48–56. DOI: [10.18323/2073-5073-2018-3-48-56](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2018-3-48-56).
 16. Sandström R. The role of phosphorus for mechanical properties in copper: technical reports. Stralsäkerhetsmyndigheten, 2014. 23 p.
 17. Yunguo Li, Korzhavyi P.A., Sandström R., Lilja C. Impurity effects on the grain boundary cohesion in copper // *Physical Review Materials*. 2017. Vol. 1. № 7. Article number 070602(R). DOI: [10.1103/PhysRevMaterials.1.070602](https://doi.org/10.1103/PhysRevMaterials.1.070602).
 18. Sandström R., Lousada C. The role of binding energies for phosphorus and sulphur at grain boundaries in copper // *Journal of Nuclear Materials*. 2020. Vol. 544. Article number 152682. DOI: [10.1016/j.jnucmat.2020.152682](https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2020.152682).
 19. Святкин А.В., Выбойщик М.А., Гнусина А.М. Влияние метастабильных соединений на склонность к растрескиванию многокомпонентных латуней // *Деформация и разрушение материалов*. 2024. № 4. С. 32–40. EDN: [OGLZJL](https://www.edn.ru/ogljzl).
 20. Kamali-M S., Häggström L., Ericsson T., Wappling R. Metallurgical behavior of iron in brass studied using Mössbauer spectroscopy // *Hyperfine Interact*. 2006. Vol. 168. P. 995–999. DOI: [10.1007/s10751-006-9386-2](https://doi.org/10.1007/s10751-006-9386-2).
 21. Svyatkin A.V., Gnusina A.M., Gryzunova N.N. On the effect of heating of two-phase alloyed brasses on morphological peculiarities of intermetallic inclusions // *Physics of Metals and Metallography*. 2024. Vol. 125. № 6. P. 594–602.

REFERENCES

1. Stavroulakis P., Toulfatzis A.I., Pantazopoulos G.A., Paipetis A.S. Machinable Leaded and Eco-Friendly Brass Alloys for High Performance Manufacturing Processes: A Critical Review. *Metals*, 2022, vol. 12, no. 2, article number 246. DOI: [10.3390/met12020246](https://doi.org/10.3390/met12020246).
2. Wang Jiong, Xua Honghui, Shang Shunli, Zhang Lijun, Du Yong, Zhang Wenqing, Liu Shuhong, Wang Peisheng, Liu Zi-Kui. Experimental investigation and thermodynamic modeling of the Cu–Si–Zn system with the refined description for the Cu–Zn system. *Calphad*, 2011, vol. 35, no. 35, pp. 191–203. DOI: [10.1016/j.calphad.2011.02.001](https://doi.org/10.1016/j.calphad.2011.02.001).
3. Bie Lifu, Chen Xiaohong, Liu Ping, Zhang Tao, Xu Xiangliu. Morphology Evolution of Mn₅Si₃ Phase and Effect of Mn content on Wear Resistance of Special Brass. *Metals and Materials International*, 2019, vol. 26, pp. 431–443. DOI: [10.1007/s12540-019-00243-0](https://doi.org/10.1007/s12540-019-00243-0).
4. Porter D.A., Easterling K.E., Sherif M.Y. *Phase transformations in metals and alloys*. London, Taylor & Francis Group Publ., 2009. 538 p.
5. Chen Nannan, Wang Hongliang, Veeresh P. et al. Achieving brittle-intermetallic-free and high-conductivity aluminum/copper joints using nickel-phosphorus coatings. *Materials & Design*, 2021, vol. 199, article number 109435. DOI: [10.1016/j.matdes.2020.109435](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.109435).
6. Gholami M.D., Hashemi R., Davoodi B. Investigation of microstructure evolution on the fracture toughness behaviour of Brass/Low Carbon Steel/Brass clad sheets fabricated by Cold Roll Bonding process. *Journal of Materials Research and Technology*, 2023, vol. 25, pp. 2570–2588. DOI: [10.1016/j.jmrt.2023.06.103](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.06.103).

7. Galai M., Benqlilou H., Ebntouhami M., Nassali H., Belhaj T., Berrami Kh., Mansouri I., Ouaki B. Effect of phosphorus content of α brass on its corrosion resistance in aggression soil: experimental and characterization studies. *Euro-Mediterranean Journal for Environmental Integration*, 2021, vol. 6, article number 41. DOI: [10.1007/s41207-021-00244-9](https://doi.org/10.1007/s41207-021-00244-9).
8. Alistratov V.N., Chigarev V.V., Ilenko V.V. Development of a powder tape composition intended for surfacing bronze operating under electrical erosion wear conditions. *Vestnik Priazovskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta. Seriya: Tekhnicheskie nauki*, 2003, no. 13, pp. 1–4.
9. Kozaderov O.A., Taranov D.M., Krivoshlykov A.N., Borodkina S.V. Kinetics of Phase Transformations during Selective Dissolution of Cu_5Zn_8 . *Condensed Matter and Interphases*, 2020, vol. 22, no. 3, pp. 344–352. DOI: [10.17308/kcmf.2020.22/2965](https://doi.org/10.17308/kcmf.2020.22/2965).
10. Dürschnabel W. Eisen und Phosphor in CuZn_{36} : I. Die Löslichkeit von Eisen und Phosphor in CuZn_{36} . *International Journal of Materials Research*, 1968, vol. 59, no. 12, pp. 887–894. DOI: [10.1515/ijmr-1968-591201](https://doi.org/10.1515/ijmr-1968-591201).
11. Shchepochkina Yu.A. *Latun* [Brass], patent RF no. 2625853, 2017. 3 p.
12. Stetsenko V.Yu. On modifying of hypereutectic silumins. *Lite i metallurgiya*, 2008, no. 1, pp. 151–154. EDN: [WAMPTB](https://www.edn.net/WAMPTB).
13. Adineh M., Doostmohammadi H., Raiszadeh R. Effect of Si and Al on the Microstructure, Mechanical Properties and Machinability of 65Cu–35Zn Brass. *Iranian Journal of Materials Science & Engineering*, 2019, vol. 16, no. 2, pp. 21–32. DOI: [10.22068/IJMSE.16.2.21](https://doi.org/10.22068/IJMSE.16.2.21).
14. Huang Hui-zhen, Lu De, Shuai Ge-wang, Wei Xiu-qin. Effects of Phosphorus Addition on the Corrosion Resistance of Sn–0.7Cu Lead-Free Solder Alloy. *Transactions of the Indian Institute of Metals*, 2016, vol. 69, pp. 1537–1543. DOI: [10.1007/s12666-015-0727-1](https://doi.org/10.1007/s12666-015-0727-1).
15. Svyatkin A.V. The influence of heating temperature for forging on the cracking tendency of a Cu–Mn–Al–Fe–Ni 59–3.5–2.5–0.5–0.4 workpiece. *Science Vector of Togliatti State University*, 2018, no. 3, pp. 48–56. DOI: [10.18323/2073-5073-2018-3-48-56](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2018-3-48-56).
16. Sandström R. *The role of phosphorus for mechanical properties in copper: technical reports*. Stralsäkerhetsmyndigheten, 2014. 23 p.
17. Yunguo Li, Korzhavyi P.A., Sandström R., Lilja C. Impurity effects on the grain boundary cohesion in copper. *Physical Review Materials*, 2017, vol. 1, no. 7, article number 070602(R). DOI: [10.1103/PhysRevMaterials.1.070602](https://doi.org/10.1103/PhysRevMaterials.1.070602).
18. Sandström R., Lousada C. The role of binding energies for phosphorus and sulphur at grain boundaries in copper. *Journal of Nuclear Materials*, 2020, vol. 544, article number 152682. DOI: [10.1016/j.jnucmat.2020.152682](https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2020.152682).
19. Svyatkin A.V., Vyboishchik M.A., Gnusina A.M. Effect of metastable compounds on susceptibility to cracking of multicomponent brasses. *Deformatsiya i razrushenie materialov*, 2024, no. 4, pp. 32–40. EDN: [OGLZJL](https://www.edn.net/OGLZJL).
20. Kamali-M S., Häggström L., Ericsson T., Wappling R. Metallurgical behavior of iron in brass studied using Mössbauer spectroscopy. *Hyperfine Interact*, 2006, vol. 168, pp. 995–999. DOI: [10.1007/s10751-006-9386-2](https://doi.org/10.1007/s10751-006-9386-2).
21. Svyatkin A.V., Gnusina A.M., Gryzunova N.N. On the effect of heating of two-phase alloyed brasses on morphological peculiarities of intermetallic inclusions. *Physics of Metals and Metallography*, 2024, vol. 125, no. 6, pp. 594–602.

The influence of phosphorus microalloying on the structure formation of CuZn32Mn3Al2FeNi multicomponent brass

© 2024

Anastasiya M. Gnusina^{*1}, postgraduate student
of Chair “Nanotechnologies, Materials Science and Mechanics”

*Aleksey V. Svyatkin*², PhD (Engineering),
assistant professor of Chair “Nanotechnologies, Materials Science and Mechanics”

Togliatti State University, Togliatti (Russia)

*E-mail: anastasiya.gnusina@vaz.ru,
myripru@gmail.com

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-8600-7566>²ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-8121-9084>

Received 26.06.2023

Accepted 19.07.2024

Abstract: Phosphorus in brass can have both a positive effect, such as improving mechanical properties, increasing corrosion resistance and machinability, and a negative effect, such as adversely affecting weldability and causing cracking. The study of the role of phosphorus in the processes of brass structure formation is of practical relevance, since it helps optimise the properties of the material, reduce the risk of defects, improve treatment processes and control properties and quality. The work covers the study of the role of phosphorus in brass, the need to control its content during production by limiting the share of secondary use. The study revealed the possibility of a positive effect of modifying copper alloys with phosphorus in order to improve performance properties, as well as the prospects of using phosphorus as a safe replacement for lead in brass. The authors assessed the content and distribution of phosphorus impurity at a concentration of 0.005 % in a brass sample of the CuZn32Mn3Al2FeNi grade, studied the nature of its interaction with other components of the alloy and the changes occurring at different temperatures of heat treatment. It has been found that phosphorus actively participates in diffusion processes and forms phosphides in both defective and defect-free blanks. When heated to the hot deformation temperature range, phosphorus redistribution occurs, phosphide locally dissolves, and metastable inclusions form.

Due to differences in the concentration of elements in areas adjacent to the phosphide, the brass structure changes leading to the formation of areas different from the matrix β -phase. Manganese phosphide in brass can improve its mechanical properties and cutting ability, but an excess of this compound can lead to problems with strength, crack resistance, and moulding.

Keywords: duplex and multicomponent brasses; phosphorus distribution analysis; silicides; phosphorus; compounds with phosphorus; shape and size of inclusions; effect of heating on microstructure; phosphorus redistribution; manganese phosphide; diffusion processes; metastable inclusions.

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: Gnusina A.M., Svyatkin A.V. The influence of phosphorus microalloying on the structure formation of CuZn32Mn3Al2FeNi multicomponent brass. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 3, pp. 31–40. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-3-69-3.

Влияние размера зерна на закономерности водородного охрупчивания многокомпонентного сплава $(\text{FeCrNiMnCo})_{99}\text{N}_1$

© 2024

*Гуртова Дарья Юрьевна**¹, студент*Панченко Марина Юрьевна*^{2,3}, младший научный сотрудник
лаборатории физики иерархических структур в металлах и сплавах*Мельников Евгений Васильевич*^{2,4}, младший научный сотрудник
лаборатории физики иерархических структур в металлах и сплавах*Астапов Денис Олегович*^{1,5}, студент*Астафурова Елена Геннадьевна*^{2,6}, доктор физико-математических наук,
заведующий лабораторией физики иерархических структур в металлах и сплавах¹Томский государственный университет, Томск (Россия)²Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН, Томск (Россия)*E-mail: dasha_gurtova@mail.ru³ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-0236-2227>⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8238-6055>⁵ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1277-4180>⁶ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1995-4205>

Поступила в редакцию 26.06.2023

Принята к публикации 05.02.2024

Аннотация: Проблема водородного охрупчивания остается актуальной во многих сферах, поэтому повышенный интерес среди исследователей вызывает сплав FeCrNiMnCo (сплав Кантора) как один из наименее подверженных негативному воздействию водорода материалов. Тем не менее малоизученным остается вопрос о влиянии параметров микроструктуры на закономерности водородного охрупчивания сплава Кантора и многокомпонентных сплавов системы FeCrNiMnCo в целом. В работе изучено влияние размера зерна на склонность высокоэнтропийного сплава Кантора, легированного азотом, к водородной хрупкости. Для этого с помощью термомеханических обработок в сплаве $(\text{FeCrNiMnCo})_{99}\text{N}_1$ были сформированы состояния с разным размером зерен (43 ± 21 , 120 ± 57 и 221 ± 97 мкм). Экспериментально установлено, что измельчение зерна приводит к увеличению прочностных свойств исследуемого сплава и способствует повышению устойчивости к эффектам водородной хрупкости: в образцах с наименьшим из представленных размером зерна водородно-индуцируемое снижение пластичности меньше, чем в образцах с наибольшим размером зерна. Уменьшение размера зерна вызывает также снижение длины хрупкой зоны, выявляемой на поверхностях разрушения образцов после растяжения. Это вызвано снижением диффузии водорода в процессе насыщения и уменьшением транспорта атомов водорода с подвижными дислокациями в процессе пластической деформации за счет уменьшения размера зерна.

Ключевые слова: водородное охрупчивание; многокомпонентные сплавы; высокоэнтропийные сплавы; сплав Кантора; $(\text{FeCrNiMnCo})_{99}\text{N}_1$; водородная хрупкость; водородно-индуцируемая хрупкая зона; границы зерен; разрушение; механические свойства.

Благодарности: Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 20-19-00261, <https://rscf.ru/project/20-19-00261/>.

Исследования выполнены на оборудовании ЦКП «Нанотех» ИФПМ СО РАН.

Авторы благодарны кандидату физико-математических наук С.В. Астафурову и К.А. Реуновой за помощь в проведении экспериментальных исследований.

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

Для цитирования: Гуртова Д.Ю., Панченко М.Ю., Мельников Е.В., Астапов Д.О., Астафурова Е.Г. Влияние размера зерна на закономерности водородного охрупчивания многокомпонентного сплава $(\text{FeCrNiMnCo})_{99}\text{N}_1$ // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 3. С. 41–51. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-3-69-4.

ВВЕДЕНИЕ

Известно, что водород отрицательно влияет на металлы и сплавы, приводя к ухудшению их свойств и сокращению срока службы. Вопрос о необходимости создания новых конструкционных материалов, устойчивых к негативному воздействию водорода, и поиска методов снижения склонности к водородной хрупкости для уже существующих материалов на сегодняшний день остро стоит во многих отраслях промышленности, в числе которых атомная энергетика, нефтегазовая от-

расль и перспективная и стремительно развивающаяся отрасль водородной энергетики. В настоящее время элементы конструкций, используемых в водородосодержащих рабочих средах, выполняются из стабильных аустенитных сталей как хорошо зарекомендовавших себя материалов, наименее склонных к водородному охрупчиванию среди сталей различных классов. Однако высокоэнтропийный сплав FeCrNiMnCo , названный в честь своего первооткрывателя Б. Кантора, демонстрирует большую устойчивость к эффектам водородной

хрупкости, чем вышеупомянутые аустенитные стали при одинаковых условиях наводороживания [1; 2]. Кроме того, сплав Кантора обладает уникальными механическими и физическими свойствами: устойчивостью к радиационным повреждениям и коррозии, износостойкостью, сочетанием высоких пластичности и прочности, благодаря которым может эксплуатироваться даже в экстремальных условиях [3; 4]. При этом сплав обладает относительно низким пределом текучести [5]. Одним из наиболее эффективных методов решения этой проблемы считается легирование сплава атомами внедрения, в частности азотом, для повышения прочностных свойств материала без существенной потери пластичности [6; 7].

Установлено, что легирование материалов оказывает влияние и на их склонность к водородному охрупчиванию. Так, в работе [8] было обнаружено, что легирование сплава CoCrFeNi алюминием способствует повышению устойчивости к эффектам водородной хрупкости, а также росту прочности и пластичности. В работе [9], посвященной изучению закономерностей водородного охрупчивания в сплаве Кантора, показано, что добавление в сплав 0,5 ат. % углерода увеличивает склонность сплава к негативному воздействию водорода. В то же время в работах [10; 11] установлено, что легирование углеродом, напротив, может повышать устойчивость сплава Кантора и сплавов на его основе к водородно-индуцируемой деградации механических характеристик. Неоднозначность результатов, полученных при изучении влияния атомов внедрения на закономерности водородного охрупчивания сплава Кантора, обуславливает необходимость дальнейшей разработки данной научной задачи.

Известно, что диффузионное поведение водорода является критическим параметром, влияющим на водородное охрупчивание сплавов [12]. Значимым аспектом, влияющим на диффузию водорода, являются места его захвата (так называемые ловушки), к которым обычно относят междоузлия, дислокации, границы зерен и межфазные границы, трещины, частицы и т. д. [13–15]. Увеличение количества ловушек, например межзеренных границ, путем измельчения зерна дает возможность уменьшить негативное воздействие водорода на металлы и сплавы. В работах [16; 17] установлено, что уменьшение размера зерна в сплаве Кантора снижает удельную концентрацию водорода на межзеренных границах, подавляя при этом хрупкое растрескивание и повышая устойчивость сплава к водородной хрупкости. Исходя из этого, интерес представляет изучение влияния размера зерна на закономерности водородного охрупчивания в многокомпонентном сплаве Кантора, легированном атомами азота.

Цель исследования – установить закономерности водородного охрупчивания высокоэнтропийного сплава $(\text{FeCrNiMnCo})_{99}\text{N}_1$ с разным размером зерна.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве объекта исследования был выбран многокомпонентный высокоэнтропийный сплав на основе сплава Кантора (ВЭС-N). Литые заготовки были получены индукционной плавкой порошков Cr, Ni, Fe, Co с добавлением нитрида марганца. Заданный при плавке состав соответствовал стехиометрическому соотноше-

нию $(\text{FeCrNiMnCo})_{99}\text{N}_1$ (19,8Fe–19,8Cr–19,8Ni–19,8Mn–19,8Co–1N, ат. %).

Литые заготовки подвергали термической обработке, заключающейся в отжиге при температуре 1200 °C в течение 2 ч с последующей закалкой в воде. После этого заготовки прокатывали до 80 % осадки. Для получения состояний с различным размером зерна прокатанные заготовки выдерживали при разных температурах и закаливали в воде: для получения зерна наименьшего размера (М_ВЭС-N) – при температуре 1000 °C в течение 1 ч; среднего (С_ВЭС-N) – при температуре 1100 °C в течение 1 ч; крупного (К_ВЭС-N) – при температуре 1200 °C в течение 2 ч. После всех термомеханических обработок образцы имели следующий химический состав: 19,9Fe–20,1Cr–20,0Ni–19,9Mn–19,3Co–0,8N, ат. %. Анализ элементного состава образцов (Co, Cr, Ni, Mn, Fe) проводили с помощью сканирующего электронного микроскопа LEO EVO 50 (Zeiss, Германия) с приставкой для энергодисперсионной спектроскопии. Концентрацию азота определяли с помощью спектрометра LECO ONH (LECO, США).

Из полученных заготовок на электроискровом станке были вырезаны образцы для растяжения в форме двойных лопаток с размерами рабочей части $12 \times 2,6 \times 1,4 \text{ мм}^3$.

Электролитическое насыщение образцов водородом осуществляли при комнатной температуре в 3%-м водном растворе NaCl, содержащем 3 г/л NH_4SCN . Продолжительность насыщения составила 50 ч при плотности тока 10 mA/cm^2 .

Анализ интенсивности выхода водорода с поверхности образцов проводили методом термодесорбционной спектроскопии (ТДС). Образцы исследовали в интервале температур 25–800 °C (скорость нагрева 4 °C/мин) с использованием вакуумной камеры с одновременным сбором спектров термодесорбции квадрупольным масс-спектрометром RGA100 (Stanford Research Systems, США). Концентрационный профиль водорода по глубине образцов был получен с помощью спектрометра плазмы тлеющего заряда GD-Profilер 2 (Horiba, Франция).

Микроструктуру образцов изучали с помощью сканирующего электронного микроскопа (FEG SEM) Apreo 2 S, оснащенного системой анализа структуры и текстуры кристаллических материалов методом дифракции отраженных электронов (ДОЭ) Velocity Super. Средний размер зерна определяли методом секущих по электронно-микроскопическим снимкам (без учета двойниковых границ).

Одноосное растяжение образцов проводили с начальными скоростями деформации $5 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ и $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ на установке LFM-125 (Walter+Bai AG, Швейцария) при комнатной температуре. Были проведены также механические испытания со скоростью деформации $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ при низкой температуре (–196 °C) на установке Instron 1185 (Instron, США). Для аттестации каждого из состояний было использовано не менее 5 образцов.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

После термомеханических обработок по выбранным режимам было сформировано три типа образцов с разным размером зерен. Все состояния обладают однофазной (γ -ГЦК) структурой. Согласно изображениям, полученным методом ДОЭ, все исследуемые образцы

характеризуются разориентированной поликристаллической структурой, преимущественной ориентации зерен не наблюдается. Кроме того, в структуре присутствует большое количество двойников отжига, которые могут свидетельствовать о достаточно низкой энергии дефектов упаковки исследуемого сплава (рис. 1). Средний размер зерна всех полученных образцов представлен в таблице 1.

Для всех исследуемых образцов на ТДС-кривых (рис. 2) наблюдается один низкотемпературный пик с максимумом интенсивности около 145 °С, который характеризует выход диффузионно-подвижного водорода из кристаллической решетки или из слабых обратимых ловушек: междоузлий, дислокаций, вакансий, границ зерен. При этом изменения в размере зерна слабо влияют на положение и интенсивность ТДС-пика.

Измельчение зерна, согласно диаграммам «напряжение – деформация» (рис. 3), приводит к увеличению предела текучести и предела прочности сплава ВЭС-N и незначительному снижению его пластичности.

Влияние наводороживания образцов с различным размером зерна на их механические характеристики, такие как предел текучести $\sigma_{0,2}$, предел прочности σ_B , удлинение до разрушения δ и коэффициент водородного охрупчивания K_H , показано в таблице 2. Величина

K_H , характеризующая снижение пластичности, вызванное водородом, была определена как

$$K_H = \frac{\delta_0 - \delta_H}{\delta_0} \times 100\%,$$

где δ_0 и δ_H – полное удлинение до разрушения образцов до и после наводороживания соответственно.

Электролитическое насыщение водородом не способствует возникновению заметных эффектов твердо-растворного упрочнения атомами водорода, не вызывая, соответственно, существенного изменения в величине предела текучести $\sigma_{0,2}$. Наводороживание приводит также к уменьшению предела прочности σ_B , причем наименьшее его снижение наблюдается в образцах с минимальным размером зерна М_ВЭС-N.

Коэффициент водородного охрупчивания K_H имеет максимальное значение в образцах с наибольшим размером зерна К_ВЭС-N, а при уменьшении размера зерна наблюдается значительное снижение величины K_H . В образцах с наименьшим размером зерна М_ВЭС-N ($d=43\pm 21$ мкм) значение $K_H \approx 0$: водородно-индуцируемого снижения пластичности при данных условиях насыщения в таких образцах не наблюдается. Таким

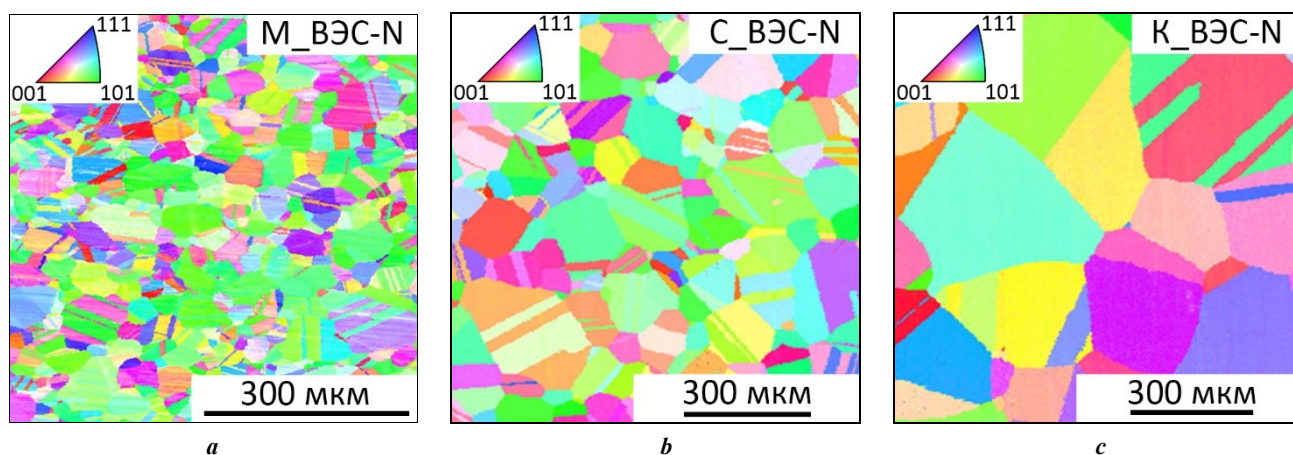


Рис. 1. ДОЭ-изображения микроструктуры образцов: *a* – с меньшим размером зерна (М_ВЭС-N); *b* – со средним размером зерна (С_ВЭС-N); *c* – с самым крупным размером зерна (К_ВЭС-N)
Fig. 1. EBSD image of the microstructure of samples: *a* – with the smallest grain size (M_VЭС-N); *b* – with a medium grain size (C_VЭС-N); *c* – with the largest grain size (K_VЭС-N)

Таблица 1. Средний размер аустенитных зерен в исследуемом сплаве в зависимости от режима обработки
Table 1. The average size of austenitic grains in the alloy under study depending on the treatment mode

ВЭС-N	Режим обработки		
	1000 °С, 1 ч	1100 °С, 1 ч	1200 °С, 2 ч
Средний размер зерна <i>d</i> , мкм	43±21	120±57	221±97
Обозначение	М_ВЭС-N	С_ВЭС-N	К_ВЭС-N
Фазовый состав	γ-фаза		

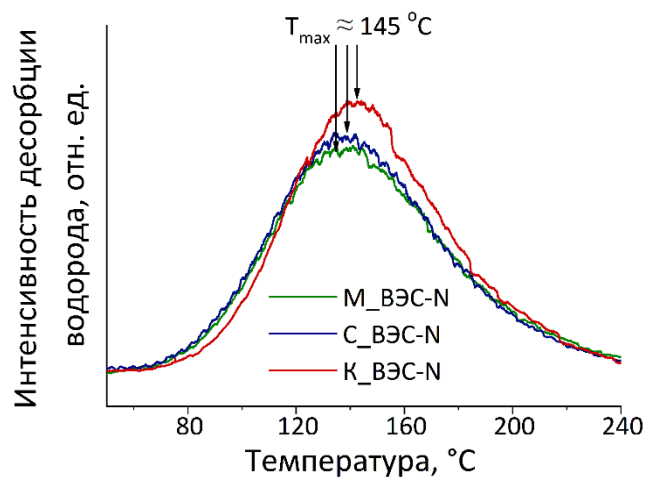


Рис. 2. ТДС-спектры десорбции водорода для образцов сплава $(FeCrMnCoNi)_{99}N_1$ с разным размером зерна
 Fig. 2. TDS spectra of hydrogen desorption for the $(FeCrMnCoNi)_{99}N_1$ alloy samples with different grain sizes

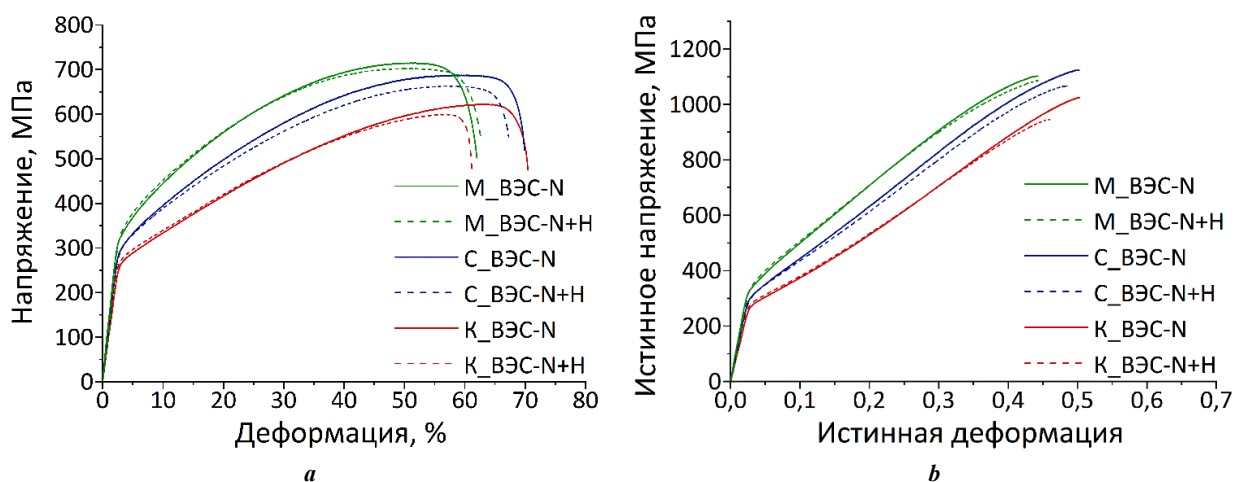


Рис. 3. Диаграммы растяжения образцов с малым (M_VЭC-N), средним (C_VЭC-N) и крупным (K_VЭC-N) размером зерна до и после наводороживания (+H):

a – инженерные координаты; **b** – истинные координаты

Fig. 3. Strain-stress diagrams of the samples with the smallest (M_VЭC-N), medium (C_VЭC-N) and the largest (K_VЭC-N) grain size before and after hydrogen-charging (+H):

a – engineering coordinates; **b** – true coordinates

Таблица 2. Влияние насыщения водородом (+H) на механические свойства сплава ВЭC-N с разным размером зерна
 Table 2. The influence of hydrogen-charging (+H) on the mechanical properties of a HEA-N alloy with different grain sizes

Материал	$\sigma_{0,2}$, МПа (± 5 МПа)	σ_B , МПа (± 10 МПа)	δ , % (± 2 %)	I_H , %
M_VЭC-N	310	715	58	0
M_VЭC-N+H	312	703	58	
C_VЭC-N	282	688	65	6
C_VЭC-N+H	285	663	61	
K_VЭC-N	252	622	66	14
K_VЭC-N+H	260	600	57	

образом, измельчение зеренной структуры способствует повышению устойчивости исследуемого сплава ВЭС-N к эффектам водородной хрупкости.

Насыщение образцов водородом приводит к формированию хрупкого поверхностного слоя, который претерпевает интенсивное растрескивание в процессе деформации (рис. 4). Характер растрескивания боковых поверхностей наводороженных образцов преимущественно интеркристаллитный, но наблюдаются и единичные транскристаллитные трещины в образцах С_ВЭС-N и К_ВЭС-N (рис. 4 а–с). Несмотря на хрупкий характер разрушения, на боковых поверхностях наблюдается большое количество линий скольжения.

Согласно СЭМ-анализу поверхностей разрушения, центральная часть образцов после наводороживания разрушается вязко транскристаллитно с формированием ямочного излома (рис. 4 d–f). Механизм разрушения и длина хрупкой зоны в изломе зависит от размера зерна на насыщенных водородом образцов. Характер разрушения хрупкой зоны в крупнокристаллических образцах К_ВЭС-N смешанный – наблюдаются как транскристаллитные, так и интеркристаллитные фасетки. Уменьшение размера зерна способствует снижению

доли транскристаллитного разрушения в образцах С_ВЭС-N и практически полному подавлению разрушения по телу зерен в образцах М_ВЭС-N.

Длина водородно-индуцируемой хрупкой зоны D после механических испытаний на растяжение при комнатной температуре не соответствует первоначальной толщине наводороженного слоя, сформированного непосредственно после электролитического насыщения водородом (D_0), поскольку в процессе пластической деформации атомы водорода перераспределяются на подвижных дислокациях (ΔD_d) и за счет диффузии под напряжением (ΔD_s).

Хрупкая зона в изломе наводороженных образцов характеризуется наибольшей длиной во всех образцах, подвергнутых деформации по режиму I. Изменение режима растяжения для всех образцов приводит к сокращению длины хрупкой зоны до минимальной (режим III) из-за подавления транспорта водорода в процессе деформации (таблица 3). Единые закономерности прослеживаются для всех режимов механических испытаний: максимальная длина водородно-индуцируемой хрупкой зоны характерна для крупнокристаллических образцов К_ВЭС-N, а измельчение зерна приводит к ее уменьшению (таблица 3).

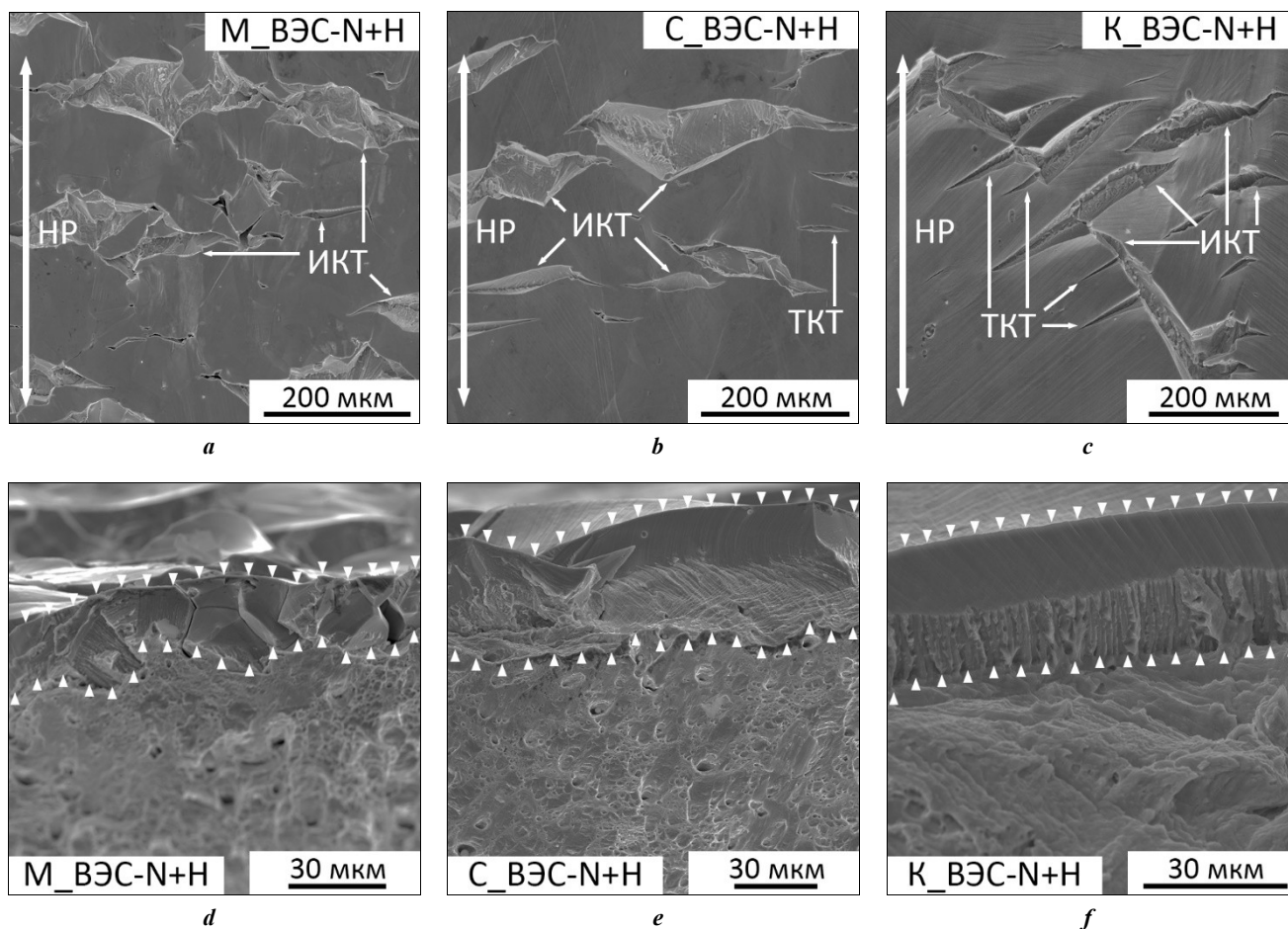


Рис. 4. СЭМ-изображения насыщенных водородом (+H) образцов с малым (М_ВЭС-N), средним (С_ВЭС-N) и крупным (К_ВЭС-N) размером зерна после растяжения: а, б, с – боковая поверхность; d, e, f – поверхность разрушения (HP – направление растяжения, ИКТ – интеркристаллитные трещины, ТКТ – транскристаллитные трещины)

Fig. 4. SEM images of hydrogen-charged (+H) samples with the smallest (M_ВЭС-N), medium (C_ВЭС-N) and the largest (K_ВЭС-N) grain size after failure: a, b, c – side surface; d, e, f – fracture surface (HP – tension direction, ИКТ – intergranular cracks, ТКТ – transgranular cracks)

Таблица 3. Режимы механических испытаний на растяжение насыщенных водородом образцов сплава ВЭС-N с малым (*M_ВЭС-N*), средним (*C_ВЭС-N*) и крупным (*K_ВЭС-N*) размером зерна и их влияние на длину хрупкой зоны в изломе
Table 3. Modes of mechanical tensile tests of hydrogen-charged samples of the HEA-N alloy with the smallest (*M_ВЭС-N*), medium (*C_ВЭС-N*) and the largest (*K_ВЭС-N*) grain size and their influence on the length of a brittle zone in a fracture

Параметры деформации и характеристики хрупкой зоны		Режим		
		I	II	III
Скорость деформации, с ⁻¹		5×10 ⁻⁴	1×10 ⁻²	1×10 ⁻²
Температура испытания, К		293	293	77
Транспорт водорода на дислокациях		активен	существенно подавлен	подавлен
Транспорт водорода за счет диффузии под напряжением		активен	активен	подавлен
Длина хрупкой зоны <i>D</i> , мкм	<i>M_ВЭС-N</i>	25±5	20±6	12±3
	<i>C_ВЭС-N</i>	33±7	25±8	13±5
	<i>K_ВЭС-N</i>	35±12	27±8	18±7

На рис. 5 показан профиль распределения водорода в структуре крупнокристаллических образцов *K_ВЭС-N*. Сопоставление данных рис. 5 с результатами, приведенными в таблице 3, показало, что в случае, когда диффузионный и дислокационный транспорт водорода подавлен (режим III), длина хрупкой зоны имеет значения, близкие к толщине насыщенного водородом поверхностного слоя.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Результаты анализа кривых термодесорбции исследуемого высокоэнтропийного сплава отличаются от результатов, полученных в работах, посвященных изучению закономерностей водородного охрупчивания в традиционных материалах с одним базовым компонентом. Для случаев аустенитных [18], ферритных [19]

и мартенситных [20] сталей показано, что уменьшение размера зерна приводит к увеличению содержания в образцах диффузионно-подвижного водорода (в кристаллической решетке или слабых обратимых ловушках). При этом режимы насыщения всех вышеперечисленных материалов были одинаковы.

В работе [18] наименьший из представленных размер зерна составлял 0,58 мкм, максимальный – 19 мкм, при этом концентрация водорода в крупнокристаллических образцах составляла 3,3 wppm (weight parts per million), что более чем в два раза меньше, чем в ультрамелкозернистых образцах (7,1 wppm). Для сплава ВЭС-N уменьшение размера зерна в ≈2 раза для *C_ВЭС-N* образцов ($d=120\pm57$ мкм) и в ≈5 раз для образцов *M_ВЭС-N* ($d=43\pm21$ мкм) относительно образцов с наибольшим размером зерна *K_ВЭС-N* ($d=221\pm97$ мкм) не приводит к существенным различиям на кривых

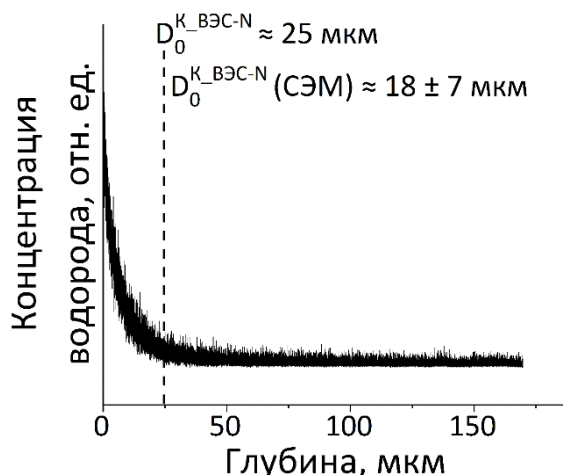


Рис. 5. Концентрационный профиль водорода для образцов с крупным размером зерна (*K_ВЭС-N*)
Fig. 5. Hydrogen concentration profile for the samples with the largest grain size (*K_ВЭС-N*)

термодесорбции: интенсивность и положение ТДС-пиков не претерпевают значительных изменений. Это согласуется с данными работы [16], где аналогичные результаты были получены для эквиатного высокоэнтропийного сплава Кантора без атомов внедрения, насыщенного водородом из газовой среды, с размерами зерна от 1,5 до 22 мкм. В работе [16] автор приходит к выводу, что в сталях разных классов границы зерен играют значимую роль в захвате водорода, тогда как в многокомпонентном сплаве Кантора атомы водорода главным образом захватываются междоузлиями кристаллической решетки.

Заметное повышение устойчивости к эффектам водородной хрупкости, выражающееся в уменьшении значений коэффициента водородного охрупчивания K_H , наблюдается в образцах ВЭС-N с мелким размером зерна. Обычно уменьшение склонности к водородному охрупчиванию при измельчении зерна связывают с тем, что при формировании большого количества межзеренных границ снижается количество абсорбированного водорода в зернах [1] и его содержание на единицу площади границы, что уменьшает концентрацию напряжений на границах зерен.

Путем анализа данных, экспериментально полученных в результате механических испытаний на одноосное растяжение по различным режимам (таблица 3), была проведена оценка длины хрупкой зоны в изломе сразу после наводороживания, а также вкладов в перенос водорода посредством дислокационного транспорта и за счет диффузии под напряжением в процессе деформации. Однако многочисленные факторы, влияющие на формирование хрупкой зоны в процессе пластической деформации, не позволяют получить точные количественные величины для каждого из вкладов, поэтому такой метод оценки дает возможность лишь качественно установить закономерности влияния размера зерна на поведение водорода в материале.

Как было сказано ранее, подавление обоих вкладов в перераспределение водорода при криогенной температуре испытаний и высокой скорости деформации делает длину водородно-индуцируемой хрупкой зоны, сформированной после деформации в режиме III (D_{III}), наиболее приближенной к длине хрупкой зоны непосредственно после насыщения (без деформации) D_0 .

Длина хрупкой зоны в образцах, деформированных в режиме II, значительно превышает значения, характерные для образцов, деформированных в режиме III (таблица 3). Для малых степеней пластической деформации, когда пробег дислокаций ограничен преимущественно границами зерен и дислокационный транспорт водорода может быть реализован на большие расстояния, характерны плотности дислокаций порядка 10^{12} $1/м^2$. При такой плотности дислокаций и скорости деформации $SR=10^{-2}$ $1/с$ скорость движения дислокаций составляет $v=4 \times 10^{-5}$ $м/с$ ($SR=\rho bv$, $b=2,55$ Å – вектор Бюргерса дислокации). Тогда время, за которое дислокация переместится на одно межатомное расстояние $a=3,6$ Å , составляет $\tau=9 \times 10^{-6}$ $с$, а движение водорода на ядрах подвижных дислокаций требует, чтобы коэффициент диффузии составлял $D=7 \times 10^{-15}$ $м^2/с$ ($D=a^2/2\tau$ [21]). Эта величина значительно больше характерной для диффузии водорода в кристаллической решетке гамма-железа при комнатной температуре ($D=1 \times 10^{-16}$ $м^2/с$ [22]).

Таким образом, при скорости деформации $SR=10^{-2}$ $1/с$ (режим II) дислокационный транспорт существенно подавлен, а длина хрупкой зоны увеличивается относительно значений, характерных для деформации в режиме III, в основном за счет решеточной диффузии водорода под напряжением (ΔD_s).

Предположив, что длина хрупкой зоны в изломе насыщенных водородом образцов, подвергнутых деформации по режиму I, определяется аддитивными вкладами разных механизмов переноса водорода ($D_{I-III} \approx D_0 + \Delta D_d + \Delta D_s$), можно найти совместный вклад от переноса на дислокациях (ΔD_d) и за счет напряжений (ΔD_s) как $D_{I-III} - D_{III} = \Delta D_d + \Delta D_s$. Вклад переноса водорода путем диффузии под напряжением можно грубо оценить как $\Delta D_s = D_{I-III} - D_{III}$. Далее можно в первом приближении оценить вклад дислокационного транспорта ΔD_d в длину хрупкой зоны. На рис. 6 представлены результаты оценок вкладов D_0 , ΔD_d и ΔD_s в длину индуцированной водородом хрупкой зоны в исследуемом сплаве в зависимости от размера зерна.

Наибольшая длина хрупкой зоны непосредственно после насыщения водородом D_0 наблюдается в крупнокристаллических образцах К_ВЭС-N. Величина D_0 снижается при уменьшении размера зерна (рис. 6). Поскольку величина D_0 определяется исключительно распределением водорода в процессе насыщения, она зависит только от диффузии атомов водорода в материале во время наводороживания. Эффективный коэффициент диффузии водорода в образцах можно оценить с помощью формулы [21]

$$x \approx \sqrt{2D_{eff}t}, \quad (1)$$

где x – характерный диффузионный путь; D_{eff} – эффективный коэффициент диффузии; t – продолжительность наводороживания.

За характерный диффузионный путь x можно принять длину D_0 , поскольку анализ профиля распределения концентрации водорода по глубине крупнокристаллических образцов К_ВЭС-N показывает согласованность результатов между экспериментально полученным распределением водорода по глубине сразу после насыщения и длиной хрупкой зоны в изломе $D_{III} \approx D_0$, оцененной по СЭМ-изображениям поверхности разрушения образцов К_ВЭС-N (рис. 5, 6).

Оценка эффективного коэффициента диффузии (1) водорода в образцах исследуемого сплава ВЭС-N показывает, что уменьшение размера зерна способствует снижению D_{eff} : $D_{eff}^{K_BЭС-N} \approx 9 \times 10^{-16}$ $м^2/с$, $D_{eff}^{C_BЭС-N} \approx 5 \times 10^{-16}$ $м^2/с$ и $D_{eff}^{M_BЭС-N} \approx 4 \times 10^{-16}$ $м^2/с$. Полученные значения D_{eff} имеют один порядок, однако минимальной величиной характеризуются образцы с наименьшим размером зерна. Таким образом, уменьшение размера зерна или, другими словами, повышение плотности межзеренных границ (в том числе увеличение количества двойников отжиг) приводит к подавлению диффузии водорода в глубь образцов. Несмотря на существование двойственных мнений о влиянии границ зерен и двойников на поведение водорода в материале [21; 23; 24], они могут выступать как в качестве ловушек для атомов водорода, так и в качестве преимущественных путей для их

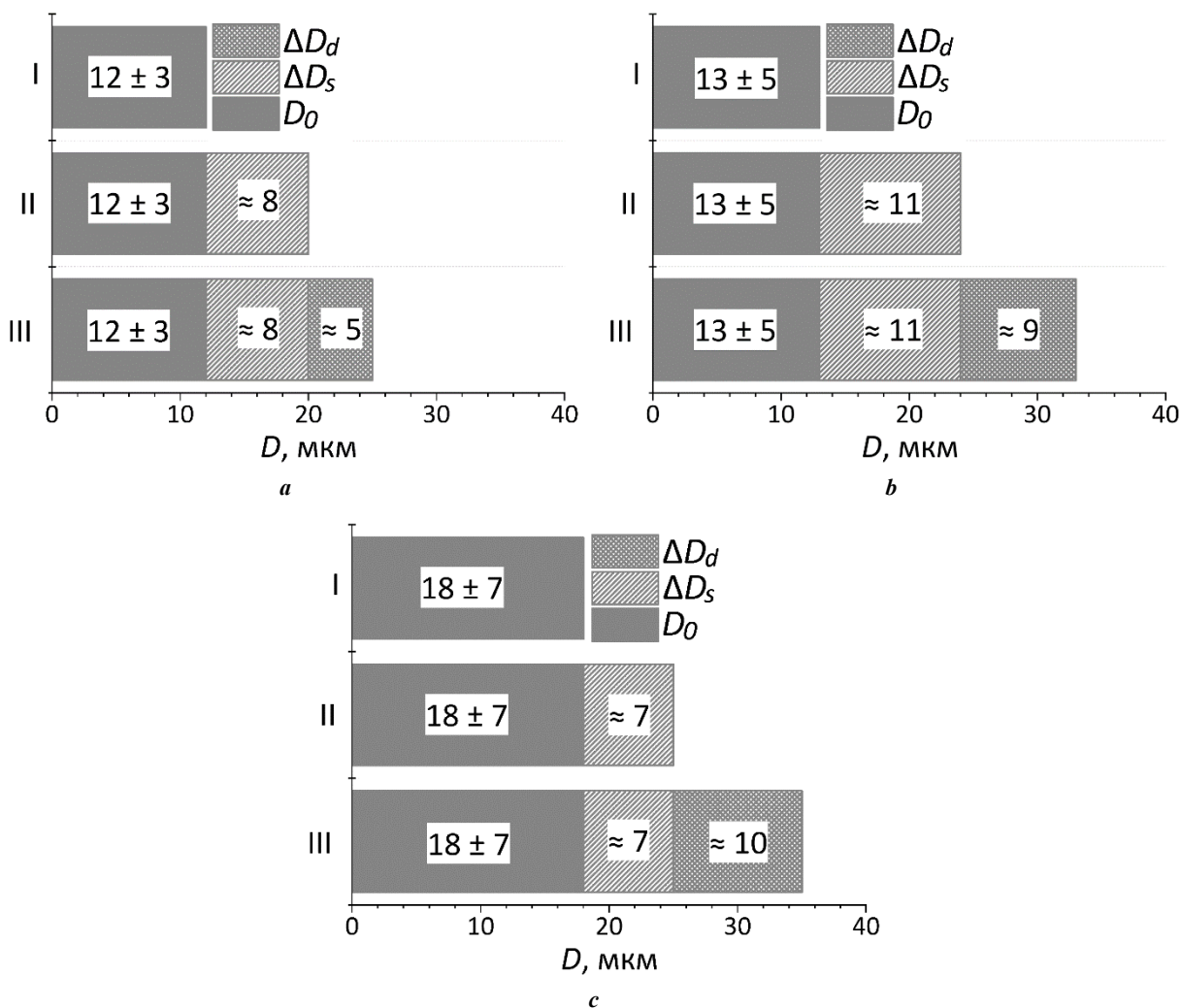


Рис. 6. Влияние режима механических испытаний на длину хрупкой водородно-индуцируемой зоны и оценка основных вкладов от диффузионного и дислокационного транспорта водорода при пластической деформации образцов с малым (М_ВЭС-N) (а), средним (С_ВЭС-N) (б) и крупным (К_ВЭС-N) (с) размером зерна
Fig. 6. The influence of a mechanical testing mode on the length of a brittle hydrogen-induced zone and evaluation of the main contributions from diffusion and dislocation hydrogen transport during plastic deformation of samples with the smallest (M_ВЭС-N) (a), medium (C_ВЭС-N) (b), and the largest (K_ВЭС-N) (c) grain size

диффузии. В настоящей работе в образцах сплава ВЭС-N при данных условиях насыщения водородом они скорее играют роль мест захвата, хотя и второй вариант исключать полностью не стоит.

Размер зерна исследуемых образцов ВЭС-N влияет не только на распределение водорода в процессе насыщения, но и на диффузию водорода в процессе пластической деформации (рис. 6). Изменения в размере зерна исследуемых образцов оказывают слабое влияние на диффузию водорода под напряжением в процессе пластической деформации (рис. 6). Вместе с этим, перенос водорода подвижными дислокациями напрямую зависит от размера зерна. Значения вклада дислокационного транспорта уменьшаются при снижении размера зерна и достигают минимального значения в образцах М_ВЭС-N. Они в два раза меньше, чем в крупнокристаллических образцах К_ВЭС-N, что обусловлено уменьшением свободного пробега дислокаций в процессе пластической деформации.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

С помощью различных термомеханических обработок в сплаве $(\text{FeCrNiMnCo})_{99}\text{N}_1$ была сформирована серия состояний с различным размером зерен: 43 ± 21 (М_ВЭС-N), 120 ± 57 (С_ВЭС-N) и 221 ± 97 (К_ВЭС-N) мкм.

Измельчение зерна способствует увеличению прочностных свойств исследуемого сплава и уменьшению удлинения до разрушения, значения которого во всех случаях остаются на высоком уровне ($\delta_{\text{М_ВЭС-N}}=58\%$, $\delta_{\text{С_ВЭС-N}}=65\%$, $\delta_{\text{К_ВЭС-N}}=66\%$).

Насыщение образцов исследуемого сплава водородом слабо влияет на предел текучести, однако приводит к уменьшению предела прочности и удлинения до разрушения. Сформированный поверхностный индуцированный водородом слой в образцах с наиболее крупным размером зерна разрушается хрупко, на боковых поверхностях разрушенных наводороженных образцов наблюдаются трещины как по телу зерен, так и по их границам. Увеличение числа межзеренных границ вследствие

измельчения зерна сопровождается сменой характера разрушения поверхностного хрупкого наводороженного слоя на преимущественно интеркристаллитный.

Экспериментально установлено, что уменьшение размера зерна способствует повышению устойчивости сплава $(\text{FeCrNiMnCo})_{99}\text{N}_1$ к негативному воздействию водорода. Это выражается в снижении коэффициента водородного охрупчивания, а также в уменьшении длины водородно-индуцируемой хрупкой зоны в изломе. Это вызвано снижением эффективного коэффициента диффузии водорода в материале, а также уменьшением длины свободного пробега дислокаций, переносящих водород в глубь материала в процессе пластической деформации.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Feng Zheng, Li Xinfeng, Song Xiaolong, Gu Tang, Zhang Yong. Hydrogen Embrittlement of CoCrFeMnNi High-Entropy Alloy Compared with 304 and IN718 Alloys // *Metals*. 2022. Vol. 12. № 6. Article number 998. DOI: [10.3390/met12060998](https://doi.org/10.3390/met12060998).
- Zhao Yakai, Lee Dong-Hyun, Seok Moo-Young, Lee Jung-A, Phaniraj M.P., Suh Jin-Yoo, Ha Heon-Young, Kim Ju-Young, Ramamurty U., Jang Jae-il. Resistance of CoCrFeMnNi high-entropy alloy to gaseous hydrogen embrittlement // *Scripta Materialia*. 2017. Vol. 135. P. 54–58. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2017.03.029](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2017.03.029).
- Cantor B., Chang I.T.H., Knight P., Vincent A.J.B. Microstructural development in equiatomic multi-component alloys // *Materials Science and Engineering: A*. 2004. Vol. 375–377. P. 213–218. DOI: [10.1016/j.msea.2003.10.257](https://doi.org/10.1016/j.msea.2003.10.257).
- Cantor B. Multicomponent high-entropy Cantor alloys // *Progress in Materials Science*. 2021. Vol. 120. Article number 100754. DOI: [10.1016/j.pmatsci.2020.100754](https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2020.100754).
- Bertsch K.M., Nygren K.E., Wang S., Bei H., Nagao A. Hydrogen-enhanced compatibility constraint for intergranular failure in FCC FeNiCoCrMn high-entropy alloy // *Corrosion Science*. 2021. Vol. 184. Article number 109407. DOI: [10.1016/j.corsci.2021.109407](https://doi.org/10.1016/j.corsci.2021.109407).
- Traversier M., Mestre-Rinn P., Peillon N., Rigal E., Boulnat X., Tancret F., Dhers J., Fraczkiewicz A. Nitrogen-induced hardening in an austenitic CrFeMnNi high-entropy alloy (HEA) // *Materials Science and Engineering: A*. 2021. Vol. 804. Article number 140725. DOI: [10.1016/j.msea.2020.140725](https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.140725).
- Klimova M., Shaysultanov D., Semenyuk A., Zhreb-tsov S., Salishchev G., Stepanov N. Effect of nitrogen on mechanical properties of CoCrFeMnNi high entropy alloy at room and cryogenic temperatures // *Journal of Alloys and Compounds*. 2020. Vol. 849. Article number 156633. DOI: [10.1016/j.jallcom.2020.156633](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.156633).
- Zhang Shidong, Liu Min, Luo Yun, Wang Lianbo, Wang Zemin, Wang Zhanyong, Li Fangjie, Shen Qin, Wang Xiaowei. Immunity of $\text{Al}_{0.25}\text{CoCrFeNi}$ high-entropy alloy to hydrogen embrittlement // *Materials Science and Engineering: A*. 2021. Vol. 821. Article number 141590. DOI: [10.1016/j.msea.2021.141590](https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141590).
- Luo Hong, Li Zhiming, Lu Wenjun, Ponge D., Raabe D. Hydrogen embrittlement of an interstitial equimolar high-entropy alloy // *Corrosion Science*. 2018. Vol. 136. P. 403–408. DOI: [10.1016/j.corsci.2018.03.040](https://doi.org/10.1016/j.corsci.2018.03.040).
- Wu Z., Parish C.M., Bei H. Nano-twin mediated plasticity in carbon-containing FeNiCoCrMn high entropy alloys // *Journal of Alloys and Compounds*. 2015. Vol. 647. P. 815–822. DOI: [10.1016/j.jallcom.2015.05.224](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2015.05.224).
- Wang Zhangwei, Baker I. Interstitial strengthening of a f.c.c. FeNiMnAlCr high entropy alloy // *Materials Letters*. 2016. Vol. 180. P. 153–156. DOI: [10.1016/j.matlet.2016.05.122](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2016.05.122).
- Li Xinfeng, Yin Jing, Zhang Jin, Wang Yanfei, Song Xiaolong, Zhang Yong, Ren Xuechong. Hydrogen embrittlement and failure mechanisms of multi-principal element alloys: A review // *Journal of Materials Science & Technology*. 2022. Vol. 122. P. 20–32. DOI: [10.1016/j.jmst.2022.01.008](https://doi.org/10.1016/j.jmst.2022.01.008).
- Bhadeshia H.K.D.H. Prevention of hydrogen embrittlement in steels // *ISIJ international*. 2016. Vol. 56. № 1. P. 24–36. DOI: [10.2355/isijinternational.ISIJINT-2015-430](https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2015-430).
- Lynch S. Hydrogen embrittlement phenomena and mechanisms // *Corrosion reviews*. 2012. Vol. 30. № 3–4. P. 105–123. DOI: [10.1515/correv-2012-0502](https://doi.org/10.1515/correv-2012-0502).
- Панченко М.Ю., Астафурова Е.Г., Нифонтов А.С. Влияние микроструктуры на особенности водородного охрупчивания высокоазотистой хромомарганцевой стали // *Физическая мезомеханика*. 2022. Т. 25. № 3. С. 84–97. DOI: [10.55652/1683-805X_2022_25_3_84](https://doi.org/10.55652/1683-805X_2022_25_3_84).
- Koyama M., Ichii K., Tsuzaki K., Grain refinement effect on hydrogen embrittlement resistance of an equiatomic CoCrFeMnNi high-entropy alloy // *International Journal of Hydrogen Energy*. 2019. Vol. 44. № 31. P. 17163–17167. DOI: [10.1016/j.ijhydene.2019.04.280](https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2019.04.280).
- Fu Z.H., Yang B.J., Chen M., Gou G.Q., Chen H. Effect of recrystallization annealing treatment on the hydrogen embrittlement behavior of equimolar CoCrFeMnNi high entropy alloy // *International Journal of Hydrogen Energy*. 2021. Vol. 46. № 9. P. 6970–6978. DOI: [10.1016/j.ijhydene.2020.11.154](https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2020.11.154).
- Bai Y., Momotani Y., Chen M.C., Shibata A., Tsuji N. Effect of grain refinement on hydrogen embrittlement behaviors of high-Mn TWIP steel // *Materials Science and Engineering: A*. 2016. Vol. 651. P. 935–944. DOI: [10.1016/j.msea.2015.11.017](https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.11.017).
- Park C., Kang N., Liu S. Effect of grain size on the resistance to hydrogen embrittlement of API 2W grade 60 steels using in situ slow-strain-rate testing // *Corrosion Science*. 2017. Vol. 128. P. 33–41. DOI: [10.1016/j.corsci.2017.08.032](https://doi.org/10.1016/j.corsci.2017.08.032).
- Fuchigami H., Minami H., Nagumo M. Effect of grain size on the susceptibility of martensitic steel to hydrogen-related failure // *Philosophical Magazine Letters*. 2006. Vol. 86. P. 21–29. DOI: [10.1080/09500830500482316](https://doi.org/10.1080/09500830500482316).
- Li J., Hallil A., Metsue A., Oudriss A., Bouhattate J., Feaugas X. Antagonist effects of grain boundaries between the trapping process and the fast diffusion path in nickel bicrystals // *Scientific Reports*. 2021. Vol. 11. Article number 15533. DOI: [10.1038/s41598-021-94107-6](https://doi.org/10.1038/s41598-021-94107-6).
- Owczarek E., Zakroczymski T. Hydrogen transport in a duplex stainless steel // *Acta Materialia*. 2000. Vol. 48. № 12. P. 3059–3070. DOI: [10.1016/S1359-6454\(00\)00122-1](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(00)00122-1).
- Du Y.A., Ismer L., Rogal J., Hickel T., Neugebauer J., Drautz R. First-principles study on the interaction of H interstitials with grain boundaries in α - and γ -Fe //

- Physical Review B. 2011. Vol. 84. Article number 144121. DOI: [10.1103/PhysRevB.84.144121](https://doi.org/10.1103/PhysRevB.84.144121).
24. Oudriss A., Creus J., Bouhattate J., Savall C., Peraudeau B., Feaugas X. The diffusion and trapping of hydrogen along the grain boundaries in polycrystalline nickel // *Scripta Materialia*. 2012. Vol. 66. № 1. P. 37–40. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2011.09.036](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2011.09.036).
- ## REFERENCES
- Feng Zheng, Li Xinfeng, Song Xiaolong, Gu Tang, Zhang Yong. Hydrogen Embrittlement of CoCrFeMnNi High-Entropy Alloy Compared with 304 and IN718 Alloys. *Metals*, 2022, vol. 12, no. 6, article number 998. DOI: [10.3390/met12060998](https://doi.org/10.3390/met12060998).
 - Zhao Yakai, Lee Dong-Hyun, Seok Moo-Young, Lee Jung-A, Phaniraj M.P., Suh Jin-Yoo, Ha Heon-Young, Kim Ju-Young, Ramamurty U., Jang Jae-il. Resistance of CoCrFeMnNi high-entropy alloy to gaseous hydrogen embrittlement. *Scripta Materialia*, 2017, vol. 135, pp. 54–58. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2017.03.029](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2017.03.029).
 - Cantor B., Chang I.T.H., Knight P., Vincent A.J.B. Microstructural development in equiatomic multi-component alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 2004, vol. 375-377, pp. 213–218. DOI: [10.1016/j.msea.2003.10.257](https://doi.org/10.1016/j.msea.2003.10.257).
 - Cantor B. Multicomponent high-entropy Cantor alloys. *Progress in Materials Science*, 2021, vol. 120, article number 100754. DOI: [10.1016/j.pmatsci.2020.100754](https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2020.100754).
 - Bertsch K.M., Nygren K.E., Wang S., Bei H., Nagao A. Hydrogen-enhanced compatibility constraint for intergranular failure in FCC FeNiCoCrMn high-entropy alloy. *Corrosion Science*, 2021, vol. 184, article number 109407. DOI: [10.1016/j.corsci.2021.109407](https://doi.org/10.1016/j.corsci.2021.109407).
 - Traversier M., Mestre-Rinn P., Peillon N., Rigal E., Boulnat X., Tancret F., Dhers J., Fraczkiewicz A. Nitrogen-induced hardening in an austenitic CrFeMnNi high-entropy alloy (HEA). *Materials Science and Engineering: A*, 2021, vol. 804, article number 140725. DOI: [10.1016/j.msea.2020.140725](https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.140725).
 - Klimova M., Shaysultanov D., Semenyuk A., Zherebtsov S., Salishchev G., Stepanov N. Effect of nitrogen on mechanical properties of CoCrFeMnNi high entropy alloy at room and cryogenic temperatures. *Journal of Alloys and Compounds*, 2020, vol. 849, article number 156633. DOI: [10.1016/j.jallcom.2020.156633](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.156633).
 - Zhang Shidong, Liu Min, Luo Yun, Wang Lianbo, Wang Zemin, Wang Zhanyong, Li Fangjie, Shen Qin, Wang Xiaowei. Immunity of Al_{0.25}CoCrFeNi high-entropy alloy to hydrogen embrittlement. *Materials Science and Engineering: A*, 2021, vol. 821, article number 141590. DOI: [10.1016/j.msea.2021.141590](https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141590).
 - Luo Hong, Li Zhiming, Lu Wenjun, Ponge D., Raabe D. Hydrogen embrittlement of an interstitial equimolar high-entropy alloy. *Corrosion Science*, 2018, vol. 136, pp. 403–408. DOI: [10.1016/j.corsci.2018.03.040](https://doi.org/10.1016/j.corsci.2018.03.040).
 - Wu Z., Parish C.M., Bei H. Nano-twin mediated plasticity in carbon-containing FeNiCoCrMn high entropy alloys // *Journal of Alloys and Compounds*. 2015. Vol. 647. P. 815–822. DOI: [10.1016/j.jallcom.2015.05.224](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2015.05.224).
 - Wang Zhangwei, Baker I. Interstitial strengthening of a f.c.c. FeNiMnAlCr high entropy alloy. *Materials Letters*, 2016, vol. 180, pp. 153–156. DOI: [10.1016/j.matlet.2016.05.122](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2016.05.122).
 - Li Xinfeng, Yin Jing, Zhang Jin, Wang Yanfei, Song Xiaolong, Zhang Yong, Ren Xuechong. Hydrogen embrittlement and failure mechanisms of multi-principal element alloys: A review. *Journal of Materials Science & Technology*, 2022, vol. 122, pp. 20–32. DOI: [10.1016/j.jmst.2022.01.008](https://doi.org/10.1016/j.jmst.2022.01.008).
 - Bhadeshia H.K.D.H. Prevention of hydrogen embrittlement in steels. *ISIJ international*, 2016, vol. 56, no. 1, pp. 24–36. DOI: [10.2355/isijinternational.ISIJINT-2015-430](https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2015-430).
 - Lynch S. Hydrogen embrittlement phenomena and mechanisms. *Corrosion reviews*, 2012, vol. 30, no. 3-4, pp. 105–123. DOI: [10.1515/correv-2012-0502](https://doi.org/10.1515/correv-2012-0502).
 - Panchenko M.Yu., Nifontov A.S., Astafurova E.G. Microstructural effect on hydrogen embrittlement of high nitrogen chromium-manganese steel. *Physical mesomechanics*, 2022, vol. 25, no. 5, pp. 453–465. DOI: [10.55652/1683-805X_2022_25_3_84](https://doi.org/10.55652/1683-805X_2022_25_3_84).
 - Koyama M., Ichii K., Tsuzaki K., Grain refinement effect on hydrogen embrittlement resistance of an equiatomic CoCrFeMnNi high-entropy alloy. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2019, vol. 44, no. 31, pp. 17163–17167. DOI: [10.1016/j.ijhydene.2019.04.280](https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2019.04.280).
 - Fu Z.H., Yang B.J., Chen M., Gou G.Q., Chen H. Effect of recrystallization annealing treatment on the hydrogen embrittlement behavior of equimolar CoCrFeMnNi high entropy alloy. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2021, vol. 46, no. 9, pp. 6970–6978. DOI: [10.1016/j.ijhydene.2020.11.154](https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2020.11.154).
 - Bai Y., Momotani Y., Chen M.C., Shibata A., Tsuji N. Effect of grain refinement on hydrogen embrittlement behaviors of high-Mn TWIP steel. *Materials Science and Engineering: A*, 2016, vol. 651, pp. 935–944. DOI: [10.1016/j.msea.2015.11.017](https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.11.017).
 - Park C., Kang N., Liu S. Effect of grain size on the resistance to hydrogen embrittlement of API 2W grade 60 steels using in situ slow-strain-rate testing. *Corrosion Science*, 2017, vol. 128, pp. 33–41. DOI: [10.1016/j.corsci.2017.08.032](https://doi.org/10.1016/j.corsci.2017.08.032).
 - Fuchigami H., Minami H., Nagumo M. Effect of grain size on the susceptibility of martensitic steel to hydrogen-related failure. *Phil Mag Lett*, 2006, vol. 86, pp. 21–29.
 - Li J., Hallil A., Metsue A., Oudriss A., Bouhattate J., Feaugas X. Antagonist effects of grain boundaries between the trapping process and the fast diffusion path in nickel bicrystals. *Scientific Reports*, 2021, vol. 11, article number 15533. DOI: [10.1038/s41598-021-94107-6](https://doi.org/10.1038/s41598-021-94107-6).
 - Owczarek E., Zakroczymski T. Hydrogen transport in a duplex stainless steel. *Acta Materialia*, 2000, vol. 48, no. 12, pp. 3059–3070. DOI: [10.1016/S1359-6454\(00\)00122-1](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(00)00122-1).
 - Du Y.A., Ismer L., Rogal J., Hickel T., Neugebauer J., Drautz R. First-principles study on the interaction of H interstitials with grain boundaries in α - and γ -Fe. *Physical Review B*, 2011, vol. 84, article number 144121. DOI: [10.1103/PhysRevB.84.144121](https://doi.org/10.1103/PhysRevB.84.144121).
 - Oudriss A., Creus J., Bouhattate J., Savall C., Peraudeau B., Feaugas X. The diffusion and trapping of hydrogen along the grain boundaries in polycrystalline nickel. *Scripta Materialia*, 2012, vol. 66, no. 1, pp. 37–40. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2011.09.036](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2011.09.036).

The influence of grain size on hydrogen embrittlement of a multicomponent (FeCrNiMnCo)₉₉N₁ alloy

© 2024

Darya Yu. Gurtova^{*1}, student

Marina Yu. Panchenko^{2,3}, junior researcher

of Laboratory of Physics of Hierarchic Structures in Metals and Alloys

Evgeny V. Melnikov^{2,4}, junior researcher

of Laboratory of Physics of Hierarchic Structures in Metals and Alloys

Denis O. Astapov^{1,5}, student

Elena G. Astafurova^{2,6}, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics),

Head of Laboratory of Physics of Hierarchic Structures in Metals and Alloys

¹Tomsk State University, Tomsk (Russia)

²Institute of Strength Physics and Materials Science of Siberian Branch of RAS, Tomsk (Russia)

*E-mail: dasha_gurtova@mail.ru

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-0236-2227>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8238-6055>

⁵ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1277-4180>

⁶ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1995-4205>

Received 26.06.2023

Accepted 05.02.2024

Abstract: The problem of hydrogen embrittlement remains relevant in many areas, so the FeCrNiMnCo alloy (Cantor alloy) generates increased interest among researchers as one of the materials least exposed to the negative effect of hydrogen. Nevertheless, the issue of the influence of microstructure parameters on hydrogen embrittlement of the Cantor alloy and multicomponent alloys of the FeCrNiMnCo system in general remains understudied. This work studies the influence of grain size on the susceptibility of a nitrogen-doped high-entropy Cantor alloy to hydrogen embrittlement. For this purpose, states with different grain sizes (43 ± 21 , 120 ± 57 , and 221 ± 97 μm) were formed in the (FeCrNiMnCo)₉₉N₁ alloy, using thermomechanical treatments. It is experimentally found that grain refinement leads to an increase in the strength properties of the alloy under study and promotes an increase in the resistance to the hydrogen embrittlement: in samples with the smallest grain size, the hydrogen-induced decrease in ductility is less than in samples with the largest one. A decrease in grain size causes as well a decrease in the length of the brittle zone detected on the fracture surfaces of samples after tension. This is caused by a decrease in hydrogen diffusion during the hydrogen-charging process and a decrease in the transport of hydrogen atoms with mobile dislocations during plastic deformation due to a decrease in grain size.

Keywords: hydrogen embrittlement; multicomponent alloys; high-entropy alloys; Cantor alloy; (FeCrNiMnCo)₉₉N₁; hydrogen-induced brittle zone; grain boundaries; fracture; mechanical properties.

Acknowledgements: The research was supported by the grant of the Russian Science Foundation No. 20-19-00261, <https://rscf.ru/project/20-19-00261/>.

The research was carried out on the equipment of the “Nanotech” Core Facility Centre of the Institute of Strength Physics and Materials Science of Siberian Branch of RAS (ISPMS SB RAS).

The authors thank S.V. Astafurov, PhD (Physics and Mathematics), and K.A. Reunova for their help in conducting experimental research.

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: Gurtova D.Yu., Panchenko M.Yu., Melnikov E.V., Astapov D.O., Astafurova E.G. The influence of grain size on hydrogen embrittlement of a multicomponent (FeCrNiMnCo)₉₉N₁ alloy. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 3, pp. 41–51. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-3-69-4.

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».

Точность геометрической формы отверстия в продольном сечении при хонинговании

© 2024

Денисенко Александр Федорович^{*1}, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Технология машиностроения, станки и инструменты»

*Гришин Роман Георгиевич*², кандидат технических наук, доцент, доцент кафедры «Технология машиностроения, станки и инструменты»

*Антипова Евгения Дмитриевна*³, аспирант кафедры «Технология машиностроения, станки и инструменты» Самарский государственный технический университет, Самара (Россия)

*E-mail: tmsi@samgtu.ru,
sammortor@yandex.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6393-2831>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4511-9147>

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1759-7080>

Поступила в редакцию 29.02.2024

Принята к публикации 16.07.2024

Аннотация: Широкое применение хонингования в качестве финишной обработки внутренних цилиндрических поверхностей для цилиндропоршневых систем, используемых в ряде конструкций, обусловлено высокой точностью, измеряемой десятками долями микрометра, и высокой производительностью процесса. Важнейшим показателем надежной работы цилиндропоршневых систем являются высокие требования к геометрической точности отверстий. В связи с отсутствием достаточных теоретических обоснований выбора параметров хонингования, обеспечивающих точность геометрической формы отверстия в продольном сечении, была предложена модель образования погрешностей геометрической формы отверстия, построенная на учете кинематических характеристик процесса, включающих соотношение размеров хонинговального бруска, длины отверстия, хода хонинговальной головки, соотношения скоростей поступательного и вращательного движений и силового воздействия в зоне обработки, которое изменялось за счет наличия перебега хонинговального бруска. Для получения аналитических зависимостей, обеспечивающих минимизацию отклонений формы, были рассмотрены условия съема припуска для точек обрабатываемой поверхности, величина которого принималась пропорциональной пути перемещения и величине давления. С этой целью были построены графики функций распределения перемещений и изменения давлений в зависимости от координаты расположения точки на образующей обрабатываемого отверстия. В результате использования полученных аналитических зависимостей установлено потенциальное появление погрешности формы в виде седлообразности, доминирующим фактором влияния на значение которой является величина перебега хонинговального бруска. Вместе с тем показано, что соотношение скоростей поступательного и вращательного движений несущественно влияет на нарушение формы в продольном сечении.

Ключевые слова: хонингование; геометрическая точность отверстий; кинематические характеристики хонингования; величина перебега; функция распределения перемещений.

Для цитирования: Денисенко А.Ф., Гришин Р.Г., Антипова Е.Д. Точность геометрической формы отверстия в продольном сечении при хонинговании // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 3. С. 53–62. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-3-69-5.

ВВЕДЕНИЕ

В последние годы хонингование находится на подъеме, что связано с необходимостью улучшения трибологических характеристик цилиндропоршневых систем, используемых в подъемно-транспортных машинах, гидравлических домкратах, компонентах двигателей и робототехнике. В технологии производственного процесса методы абразивной обработки всегда были важной областью исследований с точки зрения разработки и моделирования, поскольку они определяют характеристики качества поверхности обрабатываемой детали. Хонингование – процесс абразивной обработки, чаще всего используемый при черновой, полустачковой и чистовой обработке цилиндрических отверстий для получения деталей с высоким качеством обработанной поверхности и минимальными геометрическими погрешностями [1–3]. Особенностью хонингования являются попеременные царапины, нанесенные на поверхность двумя

движениями инструмента. Эти попеременные царапины придают поверхности особые эксплуатационные характеристики с точки зрения удержания и циркуляции масла. Поэтому обычно хонингование используется для того, чтобы поверхность элементов, которые находятся в контакте с другими в процессе относительного движения, как, например, в системе «поршень – цилиндр», соответствовала требованиям к геометрической и размерной точности и текстуре [4–6]. Одной из ключевых задач, которую необходимо решать в процессе хонингования, является обеспечение характерной текстуры поверхности, состоящей из сетки масляных царапин, образующих перекрестную штриховку, а также необходимых значений параметров профиля шероховатости [1; 2; 7].

За время использования процессов хонингования было выполнено много исследований, посвященных как традиционному, так и нетрадиционному хонингованию. Так, например, в работе [8] отмечаются положительные

результаты процесса обработки с переменными кинематическими параметрами и указывается, что хонингование, выполняемое с переменными параметрами кинематики, влияет на значение получаемых параметров профиля шероховатости, что является дополнительным стимулом, влияющим на дальнейшее развитие станков с ЧПУ, используемых для хонингования.

По данным, приведенным в [9; 10], процесс хонингования характеризуется тремя перекрывающимися движениями хонинговального инструмента: вращением вокруг оси инструмента, линейным возвратно-поступательным движением и движением подачи хонинговального бруска в радиальном направлении. Основные параметры, определяющие кинематику хонингования: осевая линейная скорость хонинговальной головки при возвратно-поступательном движении V_{Π} , м/мин, и окружная скорость хонинговальной головки $V_{\text{В}}$, м/мин:

$$V_{\Pi} = 2l_{\text{Х}} n_{\Pi}; V_{\text{В}} = 0,001\pi Dn, \quad (1)$$

где $l_{\text{Х}}$ – длина хода хонинговальной головки при возвратно-поступательном движении, м;

n_{Π} – частота хода хонинговальной головки при возвратно-поступательном движении, 1/мин;

n – частота вращения хонинговальной головки, об/мин;

D – диаметр хонингуемого отверстия, мм.

Указанные скорости определяют скорость резания V и угол хонингования α :

$$V = \sqrt{V_{\Pi}^2 + V_{\text{В}}^2}; \operatorname{tg} \alpha = V_{\text{В}}/V_{\Pi}. \quad (2)$$

Радиальное движение хонинговального бруска может управляться либо подачей, либо усилием. При хонинговании с регулируемой подачей хонинговальный брусок подается наружу определенными этапами и через определенные промежутки времени с помощью различных механизмов, например с помощью оправки с коническими элементами. При хонинговании с контролируемым усилием высота шагов подачи зависит от разницы между требуемыми и измеренными технологическими силами, что приводит к различным технологическим усилиям во время процесса хонингования [9]. При обработке, проводимой с постоянной силой хонингования, качество хонингованных отверстий может повыситься [11].

Одной из основных целей процесса хонингования является уменьшение отклонения формы хонингованных отверстий. В работе [12] на основе сравнения отклонений формы отверстия, которые можно получить при определенных видах обработки, сделан вывод, что процесс хонингования значительно улучшает цилиндричность обрабатываемого отверстия по сравнению с другими методами изготовления. Авторы работы [13] отметили, что цилиндричность отверстия цилиндра определяется в первую очередь шестью группами факторов, такими как жесткость станка и приспособления, конструкция хонинговальной головки, расположение хонинговальных брусков, свойства обрабатываемого материала, параметры процесса хонингования и заранее созданная исходная цилиндричность хонингованного отверстия в ходе ранее проведенной обработки.

В работе [14] рассмотрено влияние скорости хонинговального бруска на получение отверстий с минималь-

ными геометрическими погрешностями. Однако автор ограничивается исследованием точности отверстия только в поперечном сечении, не рассматривая ее влияние на точность в продольном направлении. Автор работы [15] описал влияние изменения скорости возвратно-поступательного движения и скорости вращения на улучшение овальности и заметил, что при постоянном перебегае наблюдалось снижение овальности с увеличением значения скорости возвратно-поступательного движения. Максимальная овальность наблюдалась при более высокой скорости возвратно-поступательного движения и при относительно более низкой скорости вращения. При более высокой скорости вращения хонинговальной головки овальность снижается для всех значений скорости возвратно-поступательного движения [15]. В [16] подтверждено влияние осевого ускорения движения хонинговальной головки на цилиндрическое отклонение. Установлено, что при ускорении величиной $<1g$ и при ускорении величиной $>2g$ получены большие отклонения цилиндричности хонингованного отверстия, чем при обработке, проводимой с величиной ускорения $1,5g$ (g – гравитационное значение ускорения).

Как следует из приведенного обзора, в опубликованных работах достаточно подробно изучалось получение хонингованных отверстий с минимальными отклонениями цилиндрической формы. Вместе с тем в немногочисленных опубликованных работах по обеспечению формы отверстия в продольном сечении, например [17–19], имеются рекомендации по выбору параметров хонингования, в частности величины перебега, не содержащие достаточных теоретических обоснований, а строящиеся лишь на основе ряда экспериментальных данных, ценность которых существенно зависит от конкретных условий хонингования.

Анализ работ, посвященных процессу хонингования, позволил выделить основные параметры, влияющие на точность геометрической формы отверстия: размеры хонинговальных брусков, соотношения скоростей вращательного и возвратно-поступательного движений хонинговальной головки и рациональный выбор давления в зоне контакта брусков с деталью.

В работе [19] отмечается, что для получения правильной геометрической формы обрабатываемого отверстия бруски должны выходить из отверстия на некоторую величину, называемую перебегом. Однако подчеркивается, что при неправильно выбранном симметричном перебеге в отверстии может быть получена седлообразность или бочкообразность. При этом делается вывод о том, что если считать доминирующей причиной перераспределения контактных радиальных усилий, то при любых значениях перебегов неизбежно должна формироваться погрешность формы в продольном сечении в виде седлообразности, которая по мере увеличения величин перебега возрастает. При этом автор считает оптимальным значение перебега l' , определяемого соотношением

$$l' = (0,33 \dots 0,25)l = \operatorname{opt}, \quad (3)$$

где длина бруска l определяется выражениями

$$l = (1,2 \dots 0,8)L \text{ и } l = \frac{1,5 \pi D \operatorname{tg} \alpha}{z}, \quad (4)$$

где L и D – длина и диаметр хонингуемого отверстия соответственно;
 z – количество брусков:

$$z = (0,25 \dots 0,35) \frac{\pi D}{b}, \quad (5)$$

где α – угол подъема траектории движения режущих инструментов;
 b – ширина бруска.

В указанный в работе [19] диапазон изменения величин перебегов укладываются значения, предлагаемые в работах [18; 20], однако без четких обоснований их выбора.

Цель исследования – разработка рекомендаций, основанных на моделировании реальных циклов хонингования, которые помогут конечным пользователям во время настройки процесса обработки.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Формирование погрешностей геометрической формы при хонинговании может быть проведено только на модели резания, учитывающей локальные контакты между заготовкой и абразивным инструментом, изменяющиеся вследствие воздействия кинематического и силового факторов.

Для получения аналитических зависимостей, обеспечивающих минимизацию отклонений формы, необходимо рассмотреть условия съема металла при вращательном и возвратно-поступательном движении хонинговальной головки. Указанную задачу можно решить, принимая, что величина съема металла U пропорциональна величине перемещения отдельных точек бруска относительно выбранной точки обрабатываемой поверхности S и величине давления p :

$$U = k p S, \quad (6)$$

где k – коэффициент удельного съема материала при данных условиях хонингования.

Для определения формы обрабатываемого отверстия в продольном направлении обозначим через $U(x)$ съем металла в точке x по длине отверстия (рис. 1). Давление в зоне контакта брусков с деталью может зависеть как от положения брусков относительно детали, т. е. являться функцией координаты x на обрабатываемой поверхности (рис. 1), так и от положения рассматриваемой точки на линии контакта бруска, т. е. являться функцией координаты x^* в подвижной системе координат, связанной с хонинговальной головкой:

$$p = p(x, x^*).$$

В дальнейших выкладках будем считать, что давление $p=p(x, x^*)$ не зависит от координаты x^* , а только от координаты x на обрабатываемой поверхности, т. е. $p=p(x)$.

Направление скорости вращательного движения V_B во время цикла обработки не изменяется, а направление скорости поступательного движения V_{Π} изменяется в конце каждого хода головки. В крайних положениях происходит снижение величины скорости поступательного движения до нуля, а затем возрастание от нуля

до V_{Π} в обратном направлении, в результате чего возникает задержка хода на некоторое время.

Такой характер движений головки приводит к неравенству пути перемещения отдельных точек режущей поверхности брусков относительно обрабатываемой поверхности. Для того чтобы учесть, какая доля общего пути трения приходится на отдельные участки поверхности детали и рабочей поверхности брусков, в работе [20] предложено ввести функцию распределения перемещений $\alpha(x)$ в продольном направлении и функцию распределения перемещений $\beta(x)$ в результате вращения головки.

На рис. 2, 3 представлены функции распределения для двух возможных условий симметричного хонингования (при одинаковых условиях обработки торцов отверстия). Для случая, изображенного на рис. 2, когда значение перебега $l'=0$, длина хода головки определяется как

$$l_x = L - l.$$

Для крайних участков, длина которых равна l , ординаты кривой распределения продольного перемещения изменяются по линейному закону, а ординаты для среднего участка длиной $(L-2l)$ остаются постоянными и определяются из условия нормировки, в соответствии с которым площадь, ограниченная кривой распределения и осью абсцисс, равна единице:

$$\alpha_{\max} l + \alpha_{\max} (L - 2l) = 1; \quad (7)$$

$$\alpha_{\max} = 1/(L - l). \quad (8)$$

Для кривой распределения перемещений при относительном повороте $\beta(x)$ характерно постоянство ординат для каждого участка, хотя их величины и отличаются друг от друга. Это отличие определяется характером изменения скорости продольного перемещения головки в конце продольного хода и временем, затраченным на изменение направления движения головки. Продолжительность задержки хода зависит от инерционности системы регулирования.

На рис. 3 изображен случай, для которого соблюдается соотношение

$$L - l < l_x < L + l.$$

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

При перемещении головки часть бруска выходит из отверстия в обоих направлениях, и над крайними точками образующей отверстия детали проходит только часть режущей поверхности брусков. Кривая продольного перемещения для крайних участков представляет собой трапецию. Для среднего участка длиной $(l_x - l)$ характерно постоянство ординат, величины которых определяются из условия нормировки:

$$(L + 2l' - 2l) \alpha_{\max} + 2 \frac{\alpha_{\max} + \alpha(0)}{2} (l - l') = 1, \quad (9)$$

где $\alpha(0) = \alpha_{\max} l' / l$.

Отсюда

$$\alpha_{\max} = \frac{l}{Ll - (l - l')^2}. \quad (10)$$

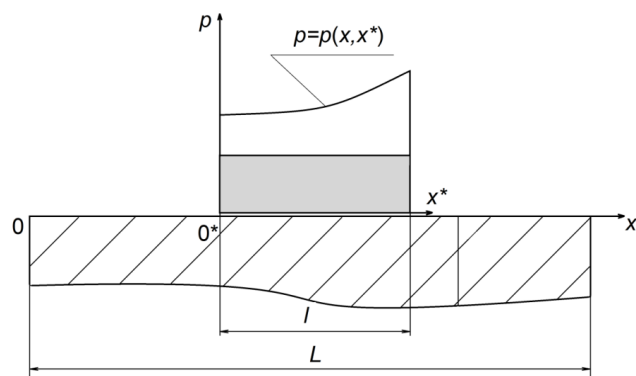


Рис. 1. Расчетная схема для определения съема металла при хонинговании
Fig. 1. Computational scheme for determining metal removal during honing

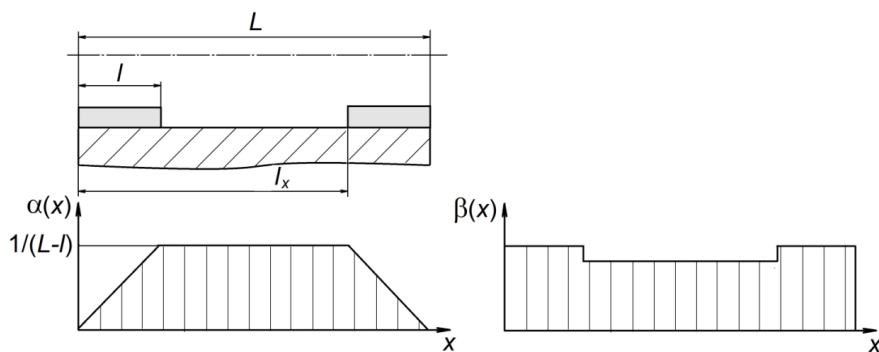


Рис. 2. Кривые распределения перемещений $\alpha(x)$ и $\beta(x)$ при хонинговании при отсутствии перебега ($l' = 0$)
Fig. 2. Distribution curves of displacements $\alpha(x)$ and $\beta(x)$ during honing without overrun ($l' = 0$)

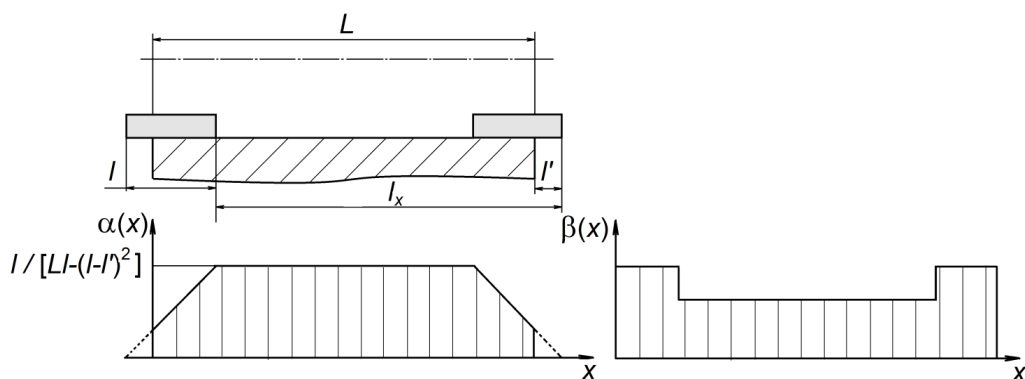


Рис. 3. Кривые распределения перемещений $\alpha(x)$ и $\beta(x)$ при хонинговании при наличии перебега ($l' \neq 0$)
Fig. 3. Distribution curves of displacements $\alpha(x)$ and $\beta(x)$ during honing in the presence of overrun ($l' \neq 0$)

Уравнение прямой $\alpha(x)$ для участка $0 \leq x \leq l-l'$:

$$\alpha(x) = \frac{(x+l')}{Ll - (l-l')^2} \quad (11)$$

Таким образом, величина относительного перемещения отдельных точек бруска для точки обрабатываемой поверхности с координатой x может быть определена в продольном направлении как

$$S_{\Pi} = V_{\Pi} \alpha(x) \tau,$$

а в направлении вращения головки как

$$S_{\text{В}} = V_{\text{В}} \beta(x) \tau,$$

где τ – продолжительность хонингования.

Для отыскания функции $U(x)$, определяющей сьем металла на участке отверстия с координатой x , необходимо учесть давление хонинговального бруска $p=p(x)$ на этот участок отверстия:

$$U(x) = U_{\Pi}(x) + U_{\text{В}}(x) = k_{\Pi} S_{\Pi} p(x) + k_{\text{В}} S_{\text{В}} p(x), \quad (12)$$

где $U_{\Pi}(x)$, $U_{\text{В}}(x)$ – сьем металла в точке с координатой x от перемещения бруска в продольном направлении и в направлении вращения хонинговальной головки соответственно;

k_{Π} , $k_{\text{В}}$ – коэффициенты удельного съема материала при данных условиях хонингования, обусловленные только поступательным или вращательным движением хонинговальной головки соответственно.

Рассмотрим подробнее случай хонингования при наличии перебега ($l' \neq 0$) (рис. 3) при условии, что эпюра давления в пределах длины контакта бруска с деталью представляет собой прямоугольник, т. е. имеет место равномерное распределение давления в зоне контакта. Учитывая симметричный характер обработки (перебеги по концам отверстия одинаковы), рассмотрим только одну сторону отверстия (рис. 4) для случая, когда $2l < L$. Приведенный на рис. 4 график $p=p(x)$ показывает постепенное снижение давления за счет увеличения площади контакта бруска с деталью. Таким образом, можно выделить три участка по координате x , отличающиеся условиями обработки: 1) $0 \leq x \leq l-l'$; 2) $l-l' < x < l$; 3) $l < x < L-l$. Соответственно, в пределах участков 1 и 3 давление $p=p(x)$ не меняется и составляет:

$$\text{– для участка 1: } p(x) = p_1 = \frac{P_y}{(l-l')b};$$

$$\text{– для участка 3: } p(x) = p_3 = \frac{P_y}{lb}.$$

Тогда для участка 2

$$p(x) = p_2 = \frac{P_y}{l(l-l')b} (2l-l'-x),$$

где P_y – сила прижима бруска к обрабатываемой поверхности;
 b – ширина бруска.

Таким образом, в соответствии с формулой (12), принимая, что $k_{\Pi} = k_{\text{В}} = k$, получим:

$$U_1(x) = U_{\Pi}(x) + U_{\text{В}}(x) = k\tau [V_{\Pi} \alpha_1(x) + V_{\text{В}} \beta(x)] p_1; \quad (13)$$

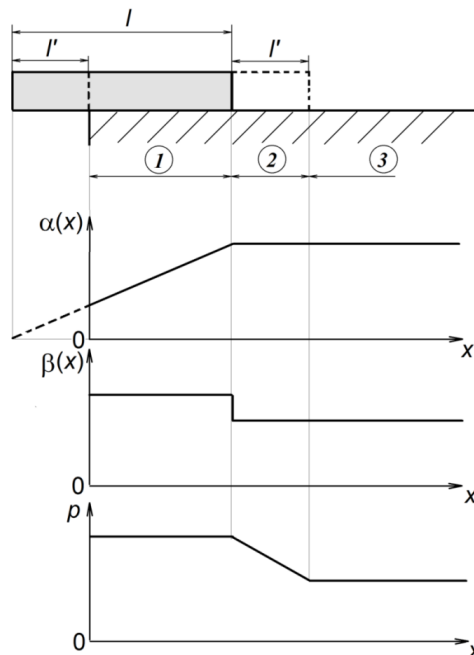


Рис. 4. Функции распределения перемещений $\alpha(x)$, $\beta(x)$ и давлений $p(x)$
Fig. 4. Distribution functions of displacements $\alpha(x)$, $\beta(x)$ and pressures $p(x)$

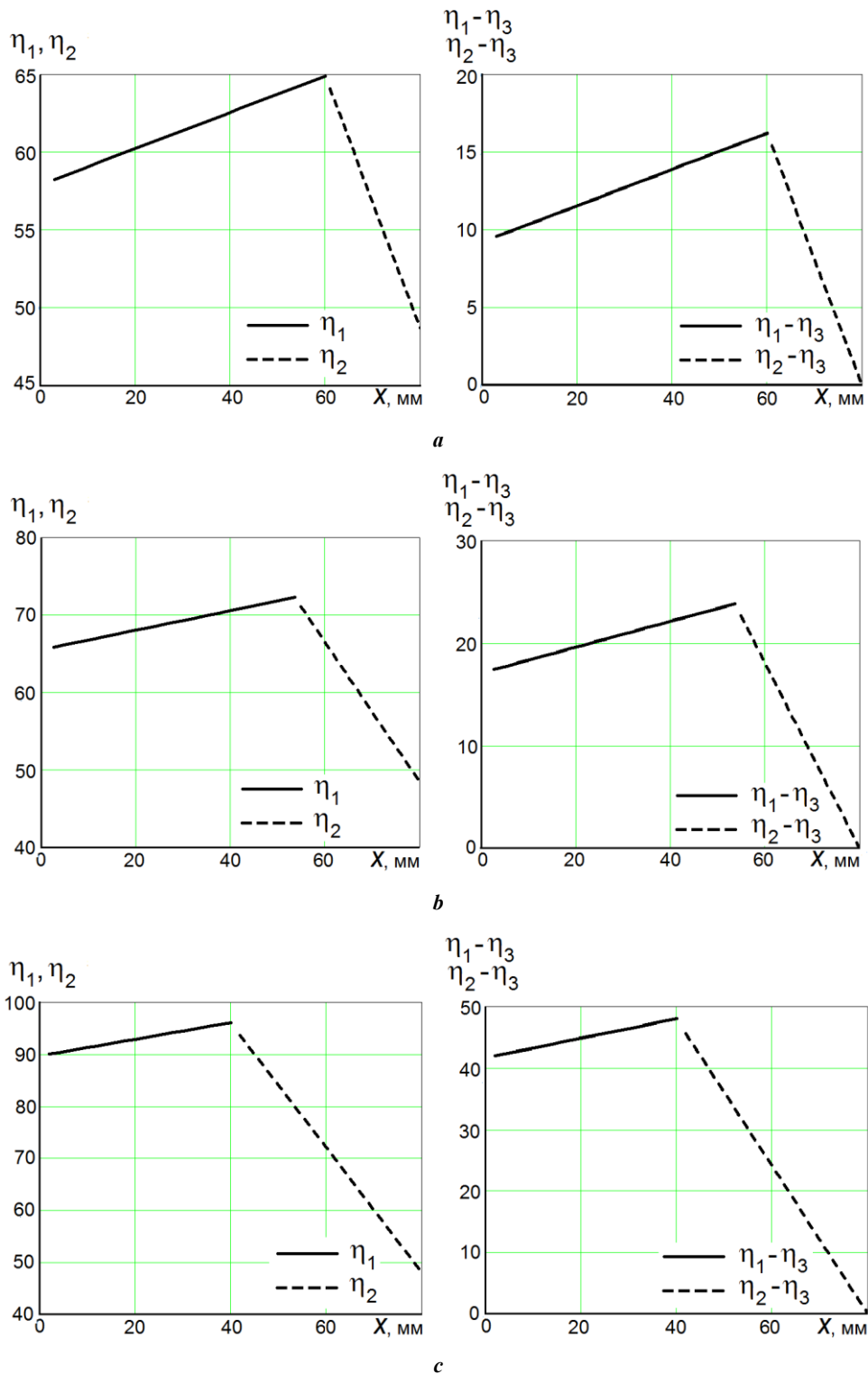


Рис. 5. Значения η_1 , η_2 , η_3 для $L=300$ мм; $l=80$ мм и $\zeta=1/7$: **a** – $\varepsilon=0,25$; **b** – $\varepsilon=0,33$; **c** – $\varepsilon=0,5$
Fig. 5. Values of η_1 , η_2 , η_3 for $L=300$ mm; $l=80$ mm and $\zeta=1/7$: **a** – $\varepsilon=0,25$; **b** – $\varepsilon=0,33$; **c** – $\varepsilon=0,5$

$$U_2(x) = U_{2П}(x) + U_{2В}(x) = k\tau[V_{П}\alpha_2(x) + V_{В}\beta(x)]p_2; \quad (14)$$

$$U_3(x) = U_{3П}(x) + U_{3В}(x) = k\tau[V_{П}\alpha_3(x) + V_{В}\beta(x)]p_3, \quad (15)$$

где с учетом отсутствия задержек хода в крайних положениях $\beta(x)=1/L$.

Если принять, что $V_{П}=\xi V_{В}$, то для сравнения снятия припуска по участкам полученные зависимости (13)–(15) можно представить в виде

$$\eta_1 = \frac{U_1(x)b}{k\tau V_{В} P_y} = \left[\xi\alpha_1(x) + \frac{1}{L} \right] \frac{1}{(l-l')} = \left[\xi \frac{(x+l')}{Ll - (l-l')^2} + \frac{1}{L} \right] \frac{1}{(l-l')} ; \quad (16)$$

$$\eta_2 = \frac{U_2(x)b}{k\tau V_{В} P_y} = \left[\xi\alpha_2(x) + \frac{1}{L} \right] \frac{1}{l(l-l')} (2l-l'-x) = \left[\xi \frac{l}{Ll - (l-l')^2} + \frac{1}{L} \right] \frac{1}{l(l-l')} (2l-l'-x) ; \quad (17)$$

$$\eta_3 = \frac{U_3(x)b}{k\tau V_{В} P_y} = \left[\xi\alpha_3(x) + \frac{1}{L} \right] \frac{1}{l} = \left[\xi \frac{l}{Ll - (l-l')^2} + \frac{1}{L} \right] \frac{1}{l} . \quad (18)$$

На рис. 5 приведены значения η_1 , η_2 , $(\eta_1-\eta_3)$ и $(\eta_2-\eta_3)$ для участков 1 и 2 при различных значениях перебега, где $\varepsilon=l'/l$.

Влияние величины перебега на максимальные значения $(\eta_1-\eta_3)$ при изменении длины бруска (80; 100; 120 мм) показано на графике рис. 6.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Из приведенных на рис. 5 и 6 графиков следует, что максимальные значения $(\eta_1-\eta_3)$, расположенные на границе участков 1 и 2, определяющие максимальные отклонения от прямолинейности образующей обрабатываемого отверстия, будут увеличиваться нелинейно по мере увеличения вылета. Полученный результат совпадает с выводами работы [19] о том, что при наличии перебега неизбежно формируется погрешность формы в продольном сечении в виде седлообразности, которая по мере увеличения величины перебега возрастает.

Влияние величины перебега на максимальные значения $(\eta_1-\eta_3)$ при изменении длины бруска, показанное на рис. 6, свидетельствует о том, что точность обработки будет повышаться с увеличением длины бруска.

Разработанная модель позволяет оценить влияние соотношения поступательной и вращательной скоростей, т. е. коэффициента ξ ($V_{П}=\xi V_{В}$). На рис. 7 приведена зависимость $\max(\eta_1-\eta_3)=f(\xi)$ для $L=300$ мм, $l=100$ мм и $l'=0,3l$, показывающая, что максимальное отклонение образующей отверстия от прямолинейности линейно зависит от коэффициента ξ . Однако при сравнении результатов, показанных на рис. 6 и 7, можно отметить, что влияние давления вследствие изменения перебега весьма существеннее выбора соотношения поступательной и вращательной скоростей бруска.

Учет конкретных условий хонингования (параметры $k, \tau, V_{В}, P_y, b$) позволяет с использованием зависимостей (12)...(18) найти значения $U_1(x), U_2(x), U_3(x)$ и определить линейные размеры отклонений образующей отверстия. Полученные аналитические зависимости дают возможность оценить точность геометрической формы отверстия в продольном сечении при хонинговании не только при симметричном, но и при асимметричном характере обработки, когда перебеги по концам отверстия неодинаковы. Указанное обстоятельство особенно актуально при хонинговании глухих отверстий.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

На основании разработанной модели хонингования, учитывающей влияние кинематического фактора, получены зависимости, позволяющие оценить погрешности геометрической формы отверстия в продольном сечении. Показано, что доминирующим фактором

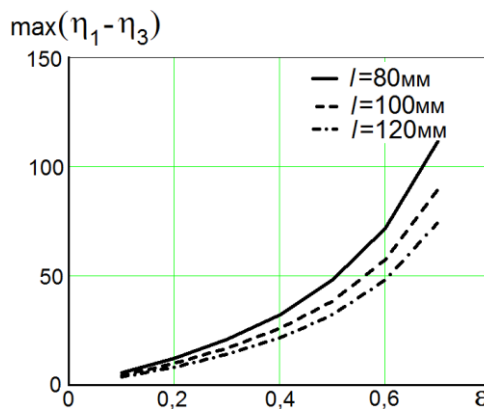


Рис. 6. Влияние величины перебега на максимальные значения $\eta_1-\eta_3$ при изменении длины бруска для $L=300$ мм и $\xi=1/7$

Fig. 6. The influence of the overrun value on the maximum values of $\eta_1-\eta_3$ when changing the length of the stone for $L=300$ mm and $\xi=1/7$

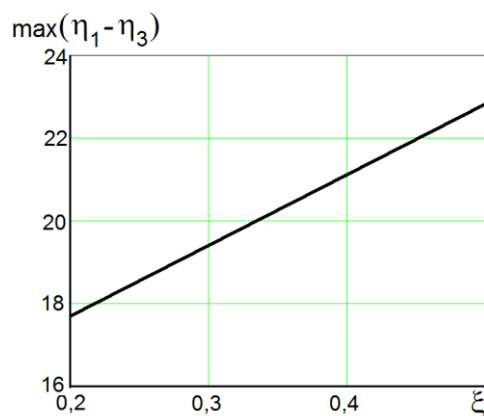


Рис. 7. Зависимость максимальных значений $\eta_1-\eta_3$ от коэффициента ζ для $L=300$ мм; $l=100$ мм и $\varepsilon=0,3$
 Fig. 7. Dependence of maximum $\eta_1-\eta_3$ values on the ζ coefficient for $L=300$ mm; $l=100$ mm and $\varepsilon=0.3$

является наличие перебега. Установлено, что вследствие наличия перебега обработанная поверхность имеет склонность к появлению седлообразности. Для повышения точности геометрической формы отверстия в продольном сечении при хонинговании могут быть использованы обоснованные рекомендации по увеличению длины хонинговального бруска и обеспечению постоянства давления в зоне контакта хона и обрабатываемой поверхности при перебега инструмента.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Sender P., Buj-Corral I. Influence of Honing Parameters on the Quality of the Machined Parts and Innovations in Honing Processes // *Metals*. 2023. Vol. 13. № 1. Article number 140. DOI: [10.3390/met13010140](https://doi.org/10.3390/met13010140).
- Buj-Corral I., Vivancos-Calvet J., Coba-Salcedo M. Modelling of surface finish and material removal rate in rough honing // *Precision Engineering*. 2014. Vol. 38. № 1. P. 100–108. DOI: [10.1016/j.precisioneng.2013.07.009](https://doi.org/10.1016/j.precisioneng.2013.07.009).
- Barakaev N.R., Isamov R.N., Rakhmonov S.K. ugli. Improvement of quality of internal cylindrical surfaces // *European Scholar Journal*. 2021. Vol. 2. № 6. P. 60–63.
- Pawlus P., Reizer R., Wieczorowski M. Analysis of surface texture of plateau-honed cylinder liner – A review // *Precision Engineering*. 2021. Vol. 72. P. 807–822. DOI: [10.1016/j.precisioneng.2021.08.001](https://doi.org/10.1016/j.precisioneng.2021.08.001).
- Zhang Xueping, Zhou Zaoyang, Yao Zhenqiang, Xi Lifeng. Analytically Predicating the Multi-Dimensional Accuracy of the Honed Engine Cylinder Bore // *Journal of Tribology*. 2020. Vol. 142. № 9. Article number 091201. DOI: [10.1115/1.4046677](https://doi.org/10.1115/1.4046677).
- Yang Changyong, Su Hao, Gao Shaowu, Fu Yucan, Ding Wenfeng, Xu Jihua. Surface quality and geometric accuracy control of fuel nozzle single-pass honing // *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2021. Vol. 114. P. 3325–3336. DOI: [10.1007/s00170-021-07103-5](https://doi.org/10.1007/s00170-021-07103-5).
- Бобровский И.Н. Параметры характеристики текстуры после хонингования // *Вестник Южно-Уральского государственного университета. Серия: Машиностроение*. 2017. Т. 17. № 3. С. 26–35. DOI: [10.14529/engin170303](https://doi.org/10.14529/engin170303).
- Hoffmeister H.-W., Grosse T., Gerdes A. Investigation of the Influence of Different Process Setting Parameters on the Surface Formation at Honing of Thermally Sprayed Layers // *Procedia CIRP*. 2012. Vol. 1. P. 371–376. DOI: [10.1016/j.procir.2012.04.066](https://doi.org/10.1016/j.procir.2012.04.066).
- Schmitt C., Bahre D. An Approach to the Calculation of Process Forces During the Precision Honing of Small Bores // *Procedia CIRP*. 2013. Vol. 7. P. 282–287. DOI: [10.1016/j.procir.2013.05.048](https://doi.org/10.1016/j.procir.2013.05.048).
- Barylski A., Sender P. The Proposition of an Automated Honing Cell with Advanced Monitoring // *Machines*. 2020. Vol. 8. № 4. Article number 70. DOI: [10.3390/machines8040070](https://doi.org/10.3390/machines8040070).
- Schmitt C., Bahre D. Analysis of the Process Dynamics for the Precision Honing of Bores // *Procedia CIRP*. 2014. Vol. 17. P. 692–697. DOI: [10.1016/j.procir.2014.01.055](https://doi.org/10.1016/j.procir.2014.01.055).
- Akkurt A. Comparison of Roller Burnishing Method with Other Hole Surface Finishing Processes Applied on AISI 304 Austenitic Stainless Steel // *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2010. Vol. 20. P. 960–968. DOI: [10.1007/s11665-010-9718-x](https://doi.org/10.1007/s11665-010-9718-x).
- Pawlus P., Cieslak T., Mathia T. The study of cylinder liner plateau honing process // *Journal of Materials Processing Technology*. 2009. Vol. 209. № 20. P. 6078–6086. DOI: [10.1016/j.jmatprotec.2009.04.025](https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2009.04.025).
- Sabri L., El Mansori M. Process variability in honing of cylinder liner with vitrified bonded diamond tools // *Surface and Coatings Technology*. 2009. Vol. 204. № 6-7. P. 1046–1050. DOI: [10.1016/j.surfcoat.2009.05.013](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2009.05.013).
- Kapoor J. Parametric Investigations into Bore Honing through Response Surface Methodology // *Materials Science Forum*. 2014. Vol. 808. P. 11–18. DOI: [10.4028/www.scientific.net/MSF.808.11](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.808.11).
- El Mansori M., Goedel B., Sabri L. Performance impact of honing dynamics on surface finish of precoated cylinder bores // *Surface and Coatings Technology*. 2013. Vol. 215. P. 334–339. DOI: [10.1016/j.surfcoat.2012.09.062](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2012.09.062).
- Бабичев А.П., Полянчиков Ю.Н., Славин А.В., Шумячкер В.М., Полянчикова М.Ю., Гусакова Л.В. Хонингование. Волгоград: ВолгГАСУ, 2013. 246 с.

18. Кремень З.И., Стратиевский И.Х. Хонингование и суперфиниширование деталей. Л.: Машиностроение, 1988. 137 с.
 19. Буюкли И.М., Колесник В.М. Повышение точности хонингования отверстий // Труды Одесского политехнического университета. 2015. № 1. С. 34–43. EDN: [TSNFFJ](#).
 20. Наерман М.С., Попов С.А. Прецизионная обработка деталей алмазными и абразивными брусками. М.: Машиностроение, 1971. 224 с.
- REFERENCES**
1. Sender P., Buj-Corral I. Influence of Honing Parameters on the Quality of the Machined Parts and Innovations in Honing Processes. *Metals*, 2023, vol. 13, no. 1, article number 140. DOI: [10.3390/met13010140](#).
 2. Buj-Corral I., Vivancos-Calvet J., Coba-Salcedo M. Modelling of surface finish and material removal rate in rough honing. *Precision Engineering*, 2014, vol. 38, no. 1, pp. 100–108. DOI: [10.1016/j.precisioneng.2013.07.009](#).
 3. Barakaev N.R., Isamov R.N., Rakhmonov S.K. ugli. Improvement of quality of internal cylindrical surfaces. *European Scholar Journal*, 2021, vol. 2, no. 6, pp. 60–63.
 4. Pawlus P., Reizer R., Wieczorowski M. Analysis of surface texture of plateau-honed cylinder liner – A review. *Precision Engineering*, 2021, vol. 72, pp. 807–822. DOI: [10.1016/j.precisioneng.2021.08.001](#).
 5. Zhang Xueping, Zhou Zaoyang, Yao Zhenqiang, Xi Lifeng. Analytically Predicating the Multi-Dimensional Accuracy of the Honed Engine Cylinder Bore. *Journal of Tribology*, 2020, vol. 142, no. 9, article number 091201. DOI: [10.1115/1.4046677](#).
 6. Yang Changyong, Su Hao, Gao Shaowu, Fu Yucan, Ding Wenfeng, Xu Jiuhua. Surface quality and geometric accuracy control of fuel nozzle single-pass honing. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2021, vol. 114, pp. 3325–3336. DOI: [10.1007/s00170-021-07103-5](#).
 7. Bobrovskiy I.N. The characterization parameters of the texture after honing. *Bulletin of the South Ural State University. Series “Mechanical engineering industry”*, 2017, vol. 17, no. 3, pp. 26–35. DOI: [10.14529/engin170303](#).
 8. Hoffmeister H.-W., Grosse T., Gerdes A. Investigation of the Influence of Different Process Setting Parameters on the Surface Formation at Honing of Thermally Sprayed Layers. *Procedia CIRP*, 2012, vol. 1, pp. 371–376. DOI: [10.1016/j.procir.2012.04.066](#).
 9. Schmitt C., Bahre D. An Approach to the Calculation of Process Forces During the Precision Honing of Small Bores. *Procedia CIRP*, 2013, vol. 7, pp. 282–287. DOI: [10.1016/j.procir.2013.05.048](#).
 10. Barylski A., Sender P. The Proposition of an Automated Honing Cell with Advanced Monitoring. *Machines*, 2020, vol. 8, no. 4, article number 70. DOI: [10.3390/machines8040070](#).
 11. Schmitt C., Bahre D. Analysis of the Process Dynamics for the Precision Honing of Bores. *Procedia CIRP*, 2014, vol. 17, pp. 692–697. DOI: [10.1016/j.procir.2014.01.055](#).
 12. Akkurt A. Comparison of Roller Burnishing Method with Other Hole Surface Finishing Processes Applied on AISI 304 Austenitic Stainless Steel. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2010, vol. 20, pp. 960–968. DOI: [10.1007/s11665-010-9718-x](#).
 13. Pawlus P., Cieslak T., Mathia T. The study of cylinder liner plateau honing process. *Journal of Materials Processing Technology*, 2009, vol. 209, no. 20, pp. 6078–6086. DOI: [10.1016/j.jmatprotec.2009.04.025](#).
 14. Sabri L., El Mansori M. Process variability in honing of cylinder liner with vitrified bonded diamond tools. *Surface and Coatings Technology*, 2009, vol. 204, no. 6-7, pp. 1046–1050. DOI: [10.1016/j.surfcoat.2009.05.013](#).
 15. Kapoor J. Parametric Investigations into Bore Honing through Response Surface Methodology. *Materials Science Forum*, 2014, vol. 808, pp. 11–18. DOI: [10.4028/www.scientific.net/MSF.808.11](#).
 16. El Mansori M., Goedel B., Sabri L. Performance impact of honing dynamics on surface finish of precoated cylinder bores. *Surface and Coatings Technology*, 2013, vol. 215, pp. 334–339. DOI: [10.1016/j.surfcoat.2012.09.062](#).
 17. Babichev A.P., Polyanchikov Yu.N., Slavin A.V., Shumyacher V.M., Polyanchikova M.Yu., Gusakova L.V. *Khoningovanie* [Honing]. Volgograd, VolgGASU Publ., 2013. 246 p.
 18. Kremen Z.I., Stratievskiy I.Kh. *Khoningovanie i superfinishirovanie detaley* [Honing and superfinishing of parts]. Leningrad, Mashinostroenie Publ., 1988. 137 p.
 19. Buyukli I.M., Kolesnik V.M. Improving accuracy of holes honing. *Trudy Odesskogo politekhnicheskogo universiteta*, 2015, no. 1, pp. 34–43. EDN: [TSNFFJ](#).
 20. Naerman M.S., Popov S.A. *Pretzionnaya obrabotka detaley almaznymi i abrazivnymi bruskami* [Precision machining of parts with diamond and abrasive stones]. Moscow, Mashinostroenie Publ., 1971. 224 p.

Accuracy of the geometric shape of the hole in the longitudinal section during honing

© 2024

*Aleksandr F. Denisenko*¹, Doctor of Sciences (Engineering), Professor,
professor of Chair “Mechanical Engineering Technology, Machines and Tools”

*Roman G. Grishin*², PhD (Engineering), Associate Professor,
assistant professor of Chair “Mechanical Engineering Technology, Machines and Tools”

*Evgeniya D. Antipova*³, postgraduate student
of Chair “Mechanical Engineering Technology, Machines and Tools”

Samara State Technical University, Samara (Russia)

*E-mail: tmsi@samgtu.ru,
sammortor@yandex.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6393-2831>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4511-9147>

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1759-7080>

Received 29.02.2024

Accepted 16.07.2024

Abstract: The wide application of honing as a finishing treatment of internal cylindrical surfaces for cylinder-piston systems, used in some structures, is caused by high accuracy measured in tenths of a micrometer, and high productivity of the process. The most important indicator of reliable operation of cylinder-piston systems are high requirements for the geometric accuracy of holes. Due to the lack of sufficient theoretical justification for the selection of honing parameters ensuring the accuracy of the geometric shape of the hole in the longitudinal section, the authors proposed a model for the formation of errors in the geometric shape of the hole. The model is built on the kinematic characteristics of the process including the ratio of the honing stone dimensions, the length of the hole, the stroke of the honing head, the ratio of the speeds of translational and rotational movements, and the force action in the processing zone, which changed due to the presence of an overrun of the honing stone. To obtain analytical dependencies ensuring the minimisation of form deviations, the conditions for stock removal for the points of the machined surface were considered, the value of which was taken proportional to the path of movement, and the pressure value. For this purpose, graphs of the distribution functions of displacements and pressure changes were constructed depending on the coordinate of the point location on the generating line of the hole being machined. Using the obtained analytical dependencies, the potential occurrence of a shape error in the form of a saddle shape was found, the dominant factor influencing the value of which is the value of the honing stone overrun. At the same time, it was identified that the ratio of the speeds of translational and rotational movements has an insignificant effect on the violation of the form in the longitudinal section.

Keywords: honing; geometric accuracy of holes; kinematic characteristics of honing; value of overrun; displacement distribution function.

For citation: Denisenko A.F., Grishin R.G., Antipova E.D. Accuracy of the geometric shape of the hole in the longitudinal section during honing. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 3, pp. 53–62. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-3-69-5.

Влияние режима 3D-печати на химический состав и структуру стали 30ХГСА

© 2024

Кабалдин Юрий Георгиевич, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Технология и оборудование машиностроения»
Аносов Максим Сергеевич*, кандидат технических наук, доцент, доцент кафедры «Технология и оборудование машиностроения»
Мордовина Юлия Сергеевна, аспирант, инженер по учебному процессу института переподготовки специалистов
Чернигин Михаил Алексеевич, аспирант, инженер кафедры «Технология и оборудование машиностроения»

Нижегородский государственный технический университет им. Р.Е. Алексеева, Нижний Новгород (Россия)

*E-mail: anosov.ms@nntu.ru,
anosov-maksim@list.ru

Поступила в редакцию 31.07.2023

Принята к публикации 18.12.2023

Аннотация: Проведено исследование влияния режимов 3D-печати на структуру и химический состав образцов из стали 30ХГСА (хромансиль, англ. *chromansil*), полученных методом аддитивной электродуговой наплавки. Для исследования влияния режима электродуговой наплавки на химический состав исследуемой стали проведен оптико-эмиссионный анализ образцов. Оценка влияния режима наплавки на получаемую структуру проводилась по всей высоте наплавленных стенок при увеличениях $\times 50$, $\times 100$, $\times 200$ и $\times 500$. В ходе оптико-эмиссионного анализа выявлено изменение химического состава материала, связанное с угаром химических элементов. Установлено, что степень угара C, Cr и Si растет практически линейно и прямо пропорциональна погонной энергии наплавки (Q , Дж/мм). Точного влияния роста величины погонной энергии наплавки на содержание Mn не установлено, но выявлена взаимосвязь между степенью его угара и напряжением (U , В) при наплавке образцов. В ходе микроструктурных исследований всех образцов не выявлено большого количества системно образовавшихся структурных дефектов, характерных для литых и сварных изделий (поры, усадочные раковины и т. д.), что подтверждает высокое качество металла в изделиях, полученных методом электродуговой наплавки. Анализ микроснимков, сделанных на различных участках образцов, позволил определить, что микроструктура металла не претерпевает сильных изменений при разных режимах наплавки, сохраняются основные тенденции изменения структуры по высоте образца. На всех образцах отмечено получение высокодисперсной структуры вне зависимости от параметров 3D-печати. Наиболее благоприятной структурой металла, подходящей для последующего использования при производстве изделий методом 3D-печати, признана структура образца, наплавленного по режиму № 5 ($I=160$ А, $U=24$ В, $Q=921,6$ Дж/мм). Данный режим может быть использован для дальнейшего изучения проблем аддитивной электродуговой наплавки стали 30ХГСА.

Ключевые слова: сталь 30ХГСА; аддитивная электродуговая наплавка; оптический эмиссионный анализ; металлографические исследования; 3D-печать.

Благодарности: Исследование выполнено при поддержке гранта Российского научного фонда № 22-79-00095 «Разработка научно-технологических основ структурообразования конструкционных материалов полученных путем аддитивного электродугового выращивания для формирования механических свойств при усталости с использованием подходов искусственного интеллекта», <https://www.rscf.ru/project/22-79-00095/>.

Для цитирования: Кабалдин Ю.Г., Аносов М.С., Мордовина Ю.С., Чернигин М.А. Влияние режима 3D-печати на химический состав и структуру стали 30ХГСА // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 3. С. 63–73. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-3-69-6.

ВВЕДЕНИЕ

Интенсивное развитие технологий 3D-печати ведет к необходимости тщательного изучения механических свойств, структуры и химического состава металлов, получаемых данным методом. На сегодняшний день основные методы 3D-печати металлами – послойное сплавление порошка (Selective Laser Melting, SLM), лазерная наплавка порошка (Laser Engineered Net Shape, LENS / Direct Metal Deposition, DMD) и электродуговая наплавка (Wire and Arc Additive Manufacturing, WAAM) [1]. Наиболее произ-

водительным и простым с технологической точки зрения является метод 3D-печати WAAM, используемый в данной работе [2; 3].

К преимуществам аддитивных методов можно отнести: возможность полной автоматизации процесса получения изделий; существенное снижение расхода материалов при изготовлении изделий из дорогостоящих материалов, например титана и никелевых сплавов; возможность мелкосерийного производства изделий, которое невыгодно при использовании традиционных методов производства [4–6].

Несмотря на отмеченные преимущества методов аддитивного производства, применение данных технологий сталкивается с рядом трудностей, обусловленных сложностью подбора режимов печати и параметров термического цикла. В зависимости от выбранного режима 3D-печати возможно получение различных механических свойств материала.

SLM – технология производства сложных изделий посредством лазерного плавления металлического порошка по математическим CAD-моделям. SLM считается высокоэнергетическим процессом. В месте плавления порошка плотность энергии выше по сравнению с другими электродуговыми процессами (например, сваркой), но при этом ниже, чем при лазерном воздействии [7]. Одной из проблем деталей, полученных методом SLM, является относительно высокая шероховатость поверхности, которая снижает усталостную стойкость за счет увеличения концентрации напряжений на поверхности образца [8].

Лазерная наплавка порошка (LENS/DMD) – аддитивная технология выращивания детали с помощью наплавления слоя порошкового материала на подложку. Лазерный луч создает наплавочную ванну, в которую вводится металл в порошковой форме, где он плавится и застывает, образуя металлическую связь с подложкой. Обычно для данного процесса используется одномодовый твердотельный волоконный лазер непрерывного действия, работающий при длине волны 1075 нм. Во время процесса металлический порошок из системы подачи автоматически подается на подложку, которая опускается на высоту, равную толщине наплаваемого слоя. Однако отмечается, что метод лазерной наплавки не обладает воспроизводимостью химического состава и механических свойств конечных изделий [9; 10], что является серьезным недостатком.

WAAM – относительно новая технология, появившаяся в 1990-е гг. Она заключается в наплавлении обычной сварочной проволоки, широко распространенной в продаже, на подложку, в результате чего образуется готовая деталь. По сравнению с традиционным производством, WAAM позволяет сократить время изготовления на 40–60 % и время последующей обработки на 15–20 % в зависимости от размера детали. Так, ребра жесткости шасси самолетов по этой технологии изготавливаются с экономией сырья примерно на 78 % по сравнению с традиционным производством [11]. Металлы с хорошей свариваемостью потенциально могут быть использованы для процесса WAAM, и до сих пор исследователи успешно изготавливали данным методом объекты из сплавов на основе Ti [11], Al [12], стали [13] и Ni [14].

Нержавеющие низкоуглеродистые стали (аустенитная, мартенситная и дуплексная) являются наиболее

предпочтительными кандидатами для наплавки методом WAAM благодаря сочетанию своих механических свойств, высокой коррозионной стойкости и свариваемости. Но этого нельзя сказать относительно среднеуглеродистых сталей, которые широко используются в машиностроении, авиастроении и других сферах. Поэтому исследовательский интерес вызывает поведение именно среднеуглеродистых сталей в процессе WAAM с перспективой использования наработок в промышленности.

В процессе наплавки слоев металл находится в жидком состоянии и затем подвергается многократным циклам нагрева до температур выше критических, что ведет к возможному изменению химического состава исходного материала. В результате неравновесной кристаллизации и многократного нагрева металла микроструктура получаемого материала существенно отличается от структуры материала, полученного из проката [15–17].

В зарубежных исследованиях все чаще рассматриваются аддитивные технологии, в т. ч. WAAM. Однако в России данные методы исследуются локально и не имеют такого повсеместного распространения. Но именно применение аддитивных технологий может снизить себестоимость единичного и мелкосерийного производства изделий из широко используемых конструкционных материалов, таких как сталь марки 30ХГСА. Развитие этих технологий будет способствовать развитию российской науки и импортозамещению.

Цель исследования – изучение влияния режимов аддитивной электродуговой наплавки на химический состав и микроструктуру стали 30ХГСА.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве материала исследования выступала конструкционная сталь 30ХГСА (ГОСТ 4543-2016 «Прокат из легированной конструкционной стали. Технические условия»). Марочный химический состав наплаваемой стали 30ХГСА представлен в таблице 1.

Образцы для исследования химического состава и микроструктуры наплавленного металла изготавливались на специализированном стенде для аддитивной электродуговой наплавки [18]. Всего было получено 9 заготовок в виде стенок (рис. 1) с применением различных режимов печати. Ширина наплавленных стенок составляла 1 наплавочный валик, высота стенок формировалась за счет наплавки 10 слоев. Перенос капли металла осуществлялся короткими замыканиями.

Режим наплавки задавали следующими параметрами: сила тока (I , А), напряжение (U , В), дуговой зазор (z , мм), скорость подачи проволоки (V , мм/с) и расход защитного газа. При этом дуговой зазор, скорость подачи проволоки и расход защитного газа были постоянными для всех экспериментов и составляли 11 мм

Таблица 1. Химический состав стали 30ХГСА (ГОСТ 4543-2016)
Table 1. Chemical composition of the 30HGSA steel (GOST 4543-2016)

Элемент	C	Si	Mn	Cr	S	P
Содержание, %	0,28–0,34	0,90–1,20	0,80–1,10	0,80–1,10	<0,025	<0,025

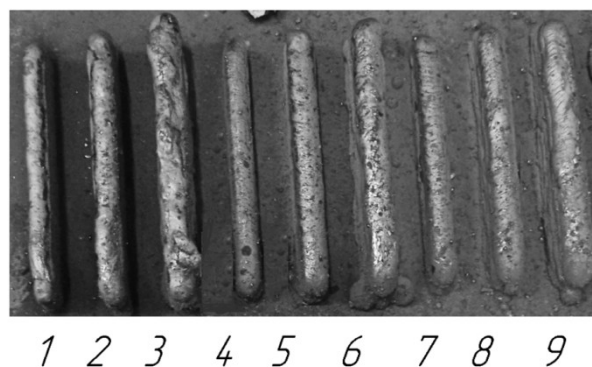


Рис. 1. Общий вид наплавленных стенок
Fig. 1. General view of the deposited walls

и 200 мм/мин соответственно (определены путем проведения предварительных испытаний) [19; 20].

По режимам 3D-печати определялась погонная энергия (Q) процесса (электрическая энергия, расходуемая на единицу длины шва) как один из комплексных информативных параметров согласно ГОСТ Р ИСО 857-1-2009 с учетом коэффициента энергетических потерь 0,8:

$$Q = \frac{0,8 IU}{V}$$

В таблице 2 показаны режимы наплавки для каждой наплавленной заготовки и значения погонной энергии процесса наплавки.

Вырезка образцов из стенки, наплавленной методом WAAM, осуществлялась поперек направления наплавки для изучения изменений структуры и твердости по высоте выращенного металла.

Химический состав материала определялся методом эмиссионного спектрального анализа на стационарном оптико-эмиссионном анализаторе Foundry-Master – высокоточном лабораторном многоматричном анализаторе с диапазоном чувствительности по большинству элементов 0,001 % (по некоторым данным, до 0,0001 %).

Исследование микроструктуры металла осуществлялось на микрошлифах с использованием оптического микроскопа Altami MET 1С при увеличениях $\times 50$, $\times 100$, $\times 200$ и $\times 500$. Пробоподготовка проводилась по стандартной методике (механическое шлифование при помощи

наждачной бумаги разной зернистости и полирование с использованием различных паст). Травление осуществлялось 4%-м водным раствором азотной кислоты [21].

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В ходе исследования химического состава образцов были получены данные, которые отражены на диаграмме (рис. 2). В качестве образца № 0, который показан на рис. 2, выступала исходная проволока. Содержание остальных химических элементов, которые выступают в качестве примесных, постоянно на всех исследуемых образцах, поэтому эти элементы на рис. 2 не показаны.

В ходе исследования микроструктуры образцов практически не выявлены технологические дефекты. Крупные единичные дефекты были обнаружены только на образцах, изготовленных по режимам № 3 и 7 (рис. 3).

Для сравнения качества различных режимов наплавки исследовалась микроструктура в различных областях по высоте наплавленной стенки образцов (рис. 4).

Основные микроструктурные изменения представлены на рис. 5–7 и соответствуют образцам, выплавленным по режимам № 1, 5 и 9 соответственно, так как они позволяют наиболее полно оценить основные изменения по высоте наплавленного металла.

У образца № 1 микроструктура стенки вблизи подложки состоит из отпущенного бейнита (рис. 5 а). В центре образца бейнитная структура в целом сохраняется, но заметно появление других структурных составляющих (троостита). В вершине образца микроструктура

Таблица 2. Режимы наплавки для каждой заготовки, полученной методом WAAM
Table 2. Deposition modes for each blank produced by the WAAM method

№ заготовки	1	2	3	4	5	6	7	8	9
I, A	120	160	200	120	160	200	120	160	200
U, B	18	18	18	24	24	24	27	27	27
$Q, Дж/мм$	518,4	691,2	864,0	691,2	921,6	1 152,0	777,6	1 036,8	1 296,0

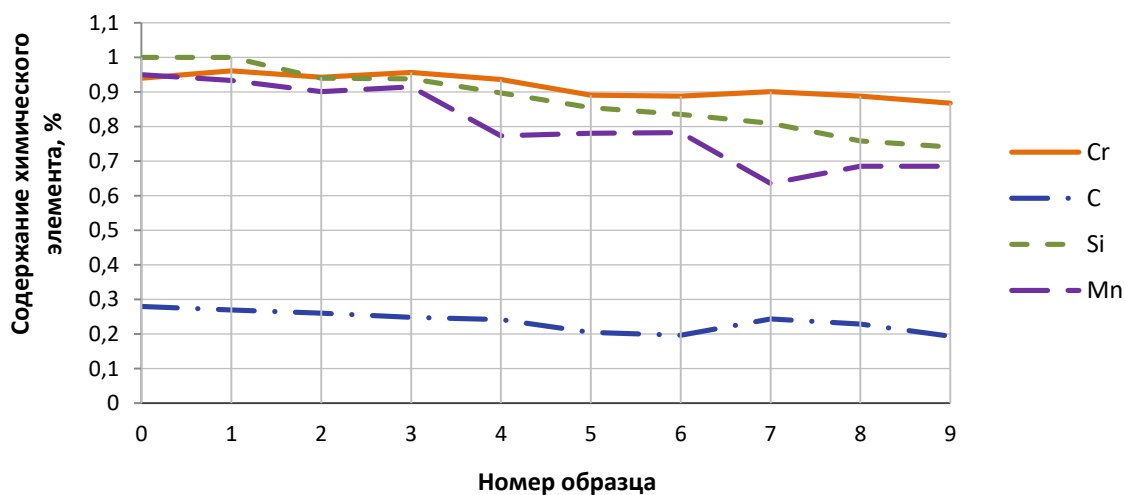


Рис. 2. Изменение содержания легирующих элементов в зависимости от режима наплавки
 Fig. 2. Change in the content of alloying elements depending on the deposition mode

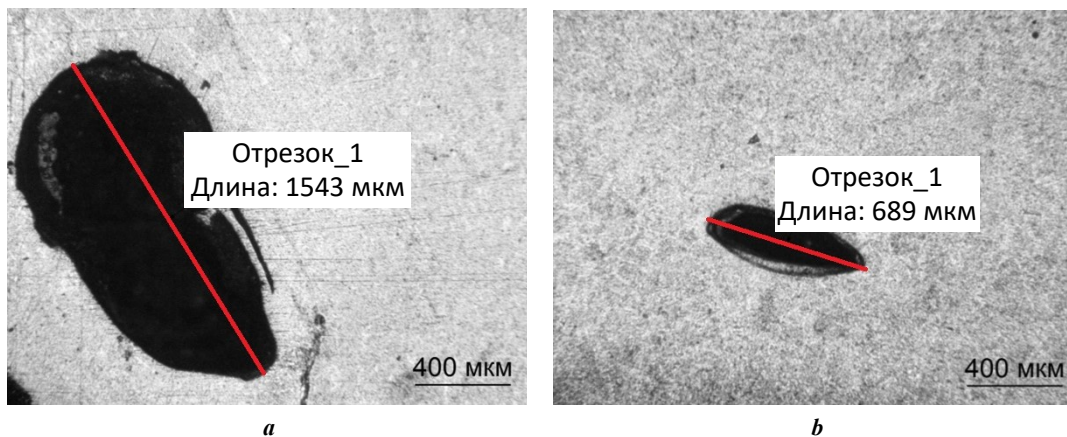


Рис. 3. Дефекты, выявленные в структуре образцов, $\times 50$:
 a – образец № 3; b – образец № 7
 Fig. 3. Defects identified in the structure of samples, $\times 50$:
 a – sample No. 3; b – sample No. 7

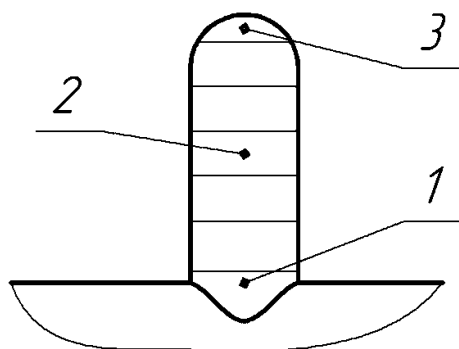


Рис. 4. Расположение характерных зон для исследования микроструктуры образца:
 1 – основание; 2 – центр; 3 – вершина
 Fig. 4. Location of characteristic zones for studying the microstructure of the sample:
 1 – base; 2 – center; 3 – top

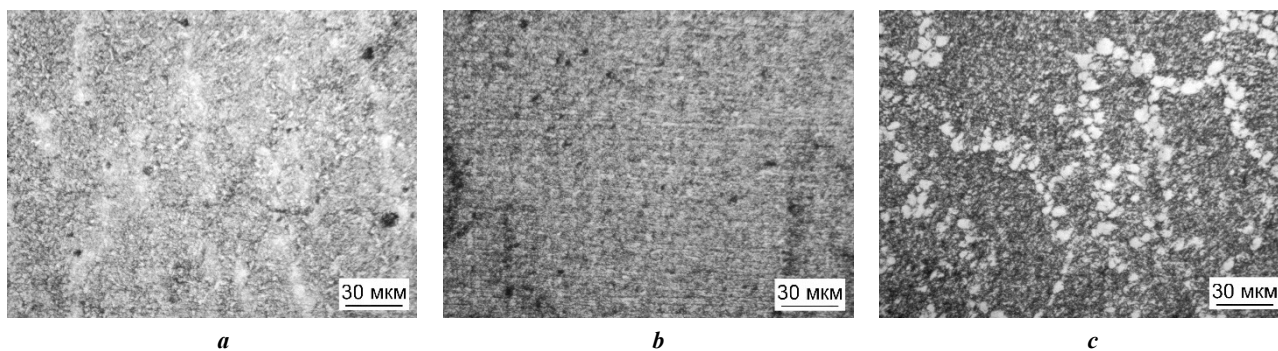


Рис. 5. Микроструктура наплавленной стенки (сталь 30ХГСА, образец № 1, $Q=518,4$ Дж/мм) ($\times 500$):
a – вблизи подложки; *b* – в центре образца; *c* – в вершине образца

Fig. 5. Microstructure of the deposited wall (30HGSA steel, sample No. 1, $Q=518.4$ J/mm) ($\times 500$):
a – near the substrate; *b* – in the center of the sample; *c* – at the top of the sample

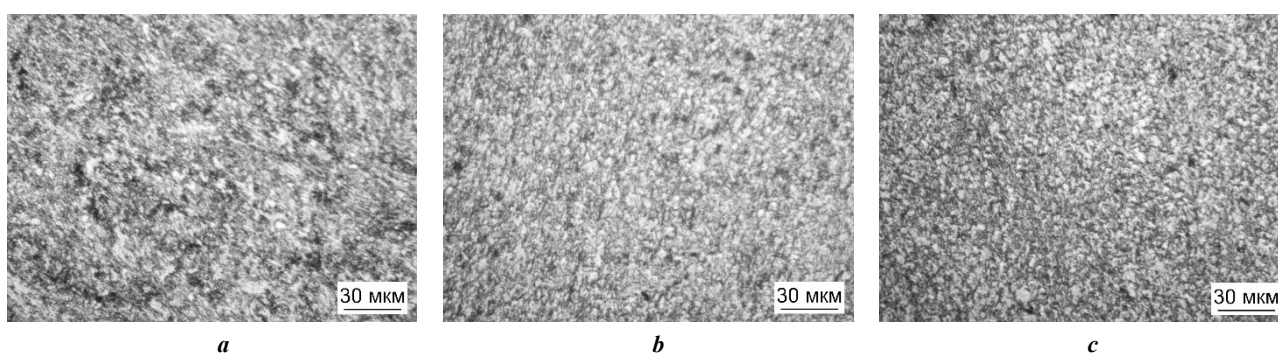


Рис. 6. Микроструктура наплавленной стенки (сталь 30ХГСА, образец № 5, $Q=921,6$ Дж/мм) ($\times 500$):
a – вблизи подложки; *b* – в центре образца; *c* – в вершине образца

Fig. 6. Microstructure of the deposited wall (30HGSA steel, sample No. 5, $Q=921.6$ J/mm) ($\times 500$):
a – near the substrate; *b* – in the center of the sample; *c* – at the top of the sample

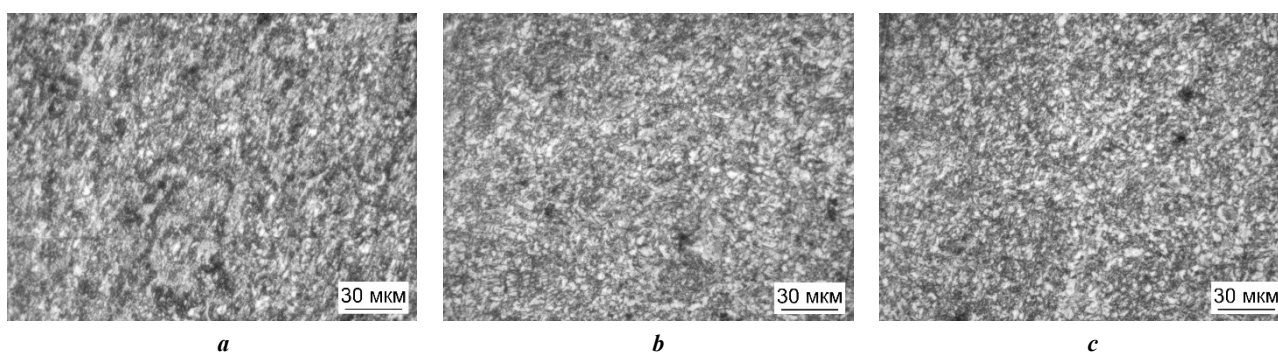


Рис. 7. Микроструктура наплавленной стенки (сталь 30ХГСА, образец № 9, $Q=1296$ Дж/мм) ($\times 500$):
a – вблизи подложки; *b* – в центре образца; *c* – в вершине образца

Fig. 7. Microstructure of the deposited wall (30HGSA steel, sample No. 9, $Q=1296$ J/mm) ($\times 500$):
a – near the substrate; *b* – in the center of the sample; *c* – at the top of the sample

меняется и состоит преимущественно из троостосорбита (рис. 5 с), при этом частично сохраняется столбчатость зерен, обусловленная градиентом температур при охлаждении наплавленного валика. Наблюдаются четко очерченные ферритные зерна. Следует отметить, что последние наплавленные слои у образца № 1 характеризуются достаточно высокой степенью разноразмерности.

Микроструктура образца № 5 вблизи подложки также представлена отпущенным бейнитом (рис. 6 а). На данном образце сохраняется тенденция равномерного перехода от бейнитной структуры к троостосорбитной, но изменение происходит плавней. В микроструктуре всех областей не выявлена разноразмерность и столбчатость зерен в последних наплавленных валиках.

Микроструктура образца № 9 вблизи наплавки в основном состоит из отпущенного бейнита (рис. 7 а). Следует отметить, что при данном режиме наплавки в основной бейнитной структуре видны включения других структурных составляющих (троостосорбита). На данном образце также сохраняется тенденция постепенного перехода от бейнитной структуры к структуре троостосорбита, но она представлена более крупным зерном. В целом микроструктура образца, наплавленного по режиму № 9, грубее, чем структура остальных образцов.

На образцах № 1–3 выявлена область с резким изменением структуры, относящаяся к последним 2–3 слоям наплавки (рис. 8).

В ходе исследования микроснимков разных образцов не выявлено большого количества структурных дефектов, характерных для литых и сварных изделий (поры, усадочные раковины и т. д.). Следует отметить получение высокодисперсной структуры для всех режимов наплавки.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

По результатам спектрального анализа было установлено, что при изготовлении изделий по технологии 3D-печати металлами происходит снижение содержания углерода и основных легирующих элементов, таких как Si, Mn и Cr. Данное явление активно проявляется при сварке и литье металлов и связано с нахождением материала в жидком состоянии. С технологической точки зрения процесс 3D-печати металлами схож со сваркой, следовательно, изменение содержания химических элементов является угаром металла.

Установлено, что содержание C, Si и Cr снижается практически линейно. Можно отметить, что с увеличением погонной энергии процесса наплавки увеличивается доля угара. Влияние погонной энергии наплавки на содержание Mn не так однозначно. Установлено, что

угар Mn одинаков для образцов, наплавленных с одинаковым напряжением. Снижение содержания Mn происходит ступенчато и соответствует увеличению напряжения при наплавке.

В ходе микроструктурного анализа практически не выявлены дефекты, характерные для литых или сварных изделий (поры, усадочные раковины и т. д.) [22]. Крупные единичные дефекты (усадочные раковины) выявлены только на образцах, изготовленных по режимам № 3 и 7 (рис. 3). Указанные выше дефекты не выявлены на образцах, выполненных по другим режимам наплавки.

При изучении других сечений образцов № 3 и 7 повторного выявления дефектов не произошло, что может говорить о несистемной природе образования усадочных раковин на образцах. Можно сделать вывод, что появление раковин не связано с режимом наплавки и обусловлено единичным нарушением технологии наплавки.

Обобщая данные микроструктурного анализа, можно выделить зональность у наплавленного материала в зависимости от очередности наплавленного слоя, при этом зоны плавно переходят из одной в другую (за исключением образцов № 1–3). Так, вблизи подложки структура представлена отпущенным бейнитом. Появление данной структуры обуславливается довольно высокой температурой охлаждения после наплавки и подведением достаточной тепловой энергии при наплавке последующих слоев. Микроструктура средних наплавленных слоев стали 30ХГСА, помимо бейнита, содержала троостит, что можно объяснить более медленным охлаждением данной области, в процессе которого был задет нос S-кривой (рис. 5 б). Подведенной после наплавки энергии также достаточно для протекания процессов отпуска. По режиму № 5 образуется наиболее гомогенная микроструктура, которая должна обеспечить изотропию свойств.

В последних наплавленных слоях выявляется троостосорбит, но у образца № 1 наблюдается разнотерность с резким переходом зоны (рис. 8), что может

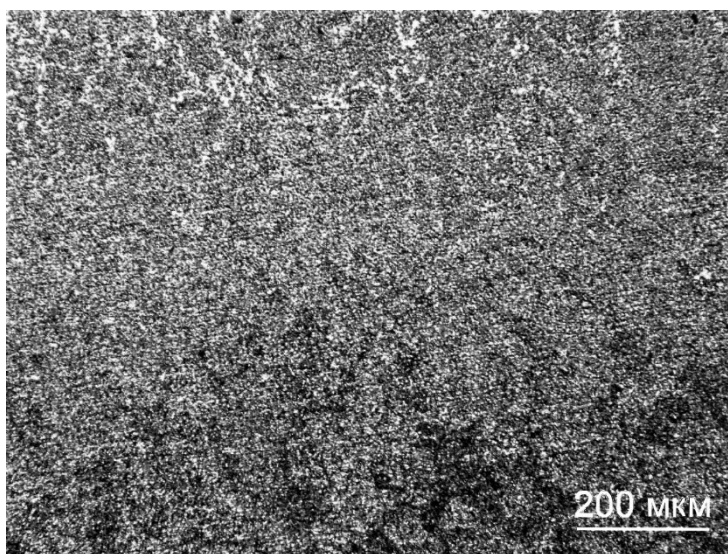


Рис. 8. Пример области с резким изменением структуры, $\times 100$
Fig. 8. Example of an area with a sharp change in the structure, $\times 100$

быть связано с меньшим временем нахождения металла данных областей при температурах, близких к критическим; а у образца № 9 – крупное зерно со столбчатостью кристаллов. Эти недостатки приводят к снижению прочностных свойств и неудовлетворительным результатам при последующей термообработке.

В отличие от образцов № 1 и 9, у образца № 5 эти дефекты в верхних слоях не обнаружены. Соответственно, даже без термообработки эта структура более работоспособна, а последующая термообработка по корректному режиму только улучшит свойства наплавленного металла 30ХГСА.

Описанные различия в микроструктуре образцов объясняются величиной погонной энергии при наплавке и скоростью охлаждения. Из-за относительно небольшого тепловклада (по сравнению с другими режимами) у образца № 1 скорость охлаждения меньше, что способствует протеканию фазового превращения стали по диффузионному механизму. Поэтому в микроструктуре появляются троостит и зерна феррита (рис. 5 с).

У образца № 5 количество подводимого тепла в процессе наплавки оптимально, поэтому градиент температур между металлом и окружающей средой достаточен, чтобы после наплавки 30ХГСА охлаждалась со скоростью, необходимой для образования высокодисперсного бейнита. Схожая бейнитная структура в стали 30ХГСА образуется при изготовлении сварных швов [23].

Погонная энергия наплавки для образца № 9 способствует образованию бейнита, однако большое количество подводимого тепла провоцирует рост зерен, что делает структуру верхних слоев более грубой.

У наплавленных образцов фиксировались поры различного размера (рис. 3), и это ставит вопрос об уровне допустимой пористости. Такой же вопрос возник в работе [24] применительно к SLM-технологии, родственной WAAM-технологии. Как отмечают авторы, управление плотностью энергии в ограниченных зонах процесса SLM, используемых в настоящее время для прогнозирования пористости, является недостаточным с учетом сложности процесса. Это утверждение применительно и к WAAM.

Таким образом, микроструктура стали 30ХГСА имеет зоны, структурный состав которых не зависит от режима наплавки, однако режим наплавки влияет на дисперсность и дефектность структуры. Иные результаты были получены для сталей 09Г2С и 06Х19Н9Т [25]. Получение отличных от описанных выше результатов может быть обусловлено различной свариваемостью рассматриваемых марок сталей. 30ХГСА, в отличие от 09Г2С и 06Х19Н9Т, является ограниченно свариваемой. Наличие зональности по высоте наплавленного металла отмечено также в титановых сплавах [26].

В результате микроструктурного анализа образцов, изготовленных при разных режимах наплавки, наиболее благоприятной структурой металла признана структура образца № 5 ($I=160$ А, $U=24$ В, $Q=921,6$ Дж/мм), что дает основания использовать его в качестве рабочего в дальнейших исследованиях.

Необходимо также проведение дополнительных исследований, которые показали бы коррозионную стойкость образцов, полученных методом WAAM. В статье [27] на примере коррозионностойкой стали SS 316 показано, что образцы, изготовленные методом WAAM,

имеют более высокую коррозионную стойкость, чем образцы, полученные литьем в песчаные формы. При этом нижние наплавленные слои WAAM-образцов имели более низкую коррозионную стойкость, чем верхние, что связывают с различием в тепловложении. Учитывая неоднородность микроструктуры стали 30ХГСА по высоте наплавленной стенки, следует ожидать также разброса коррозионных свойств в этом сечении.

Тем не менее в [28] на примере магниевых сплавов показано обратное. Авторы пытались получить магниевый сплав технологией WAAM с перспективой его применения в биомедицине. Но на данном этапе развития технологии это невозможно из-за пониженной коррозионной стойкости и биосовместимости магниевых сплавов, полученных методом WAAM. Схожие проблемы фиксируются и для сталей.

В работе [29] поднимаются проблемы сертификации изделий WAAM, проведение неразрушающего контроля. Это трудоемкая задача, так как первоначально способ наплавки WAAM нужно вывести из разряда исследовательского и применяемого в основном для единичного производства. Только после этого можно будет говорить о разработке стандартов, позволяющих корректно оценивать свойства изготовленных изделий.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

1. При наплавке изделий с применением различных режимов наплавки наблюдается изменение химического состава материала, связанное с угаром химических элементов. Степень угара С, Cr и Si растет с увеличением погонной энергии наплавки слоя (Q) и изменяется практически линейно. Угар Mn зависит от напряжения при 3D-печати.

2. Микроструктура металла не претерпевает сильных изменений при изменении режима наплавки. Сохраняются основные тенденции изменения структуры по высоте образца: фиксируется постепенный переход от бейнитной структуры вблизи подложки к троостосорбитной, соответствующей последним наплавающим валикам.

3. Для всех образцов не выявлено большого количества системно образовавшихся структурных дефектов, характерных для литых и сварных изделий (пор, усадочных раковин и т. д.). Следует отметить получение высокодисперсной структуры на всех образцах вне зависимости от параметров 3D-печати. Исключение составляет образец, наплавленный по режиму № 9 ($I=200$ А, $U=27$ В, $Q=1296$ Дж/мм): в данном случае образующаяся структура характеризовалась большим размером зерна, чем структура остальных образцов.

4. Наиболее благоприятной структурой металла, подходящей для последующего использования при производстве изделий методом 3D-печати, признана структура образца № 5 ($I=160$ А, $U=24$ В, $Q=921,6$ Дж/мм).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Li Johnnie Liew Zhong, Alkahari M.R., Rosli N.A.B., Hasan R., Sudin M.N., Ramli F.R. Review of Wire Arc Additive Manufacturing for 3D Metal Printing // International Journal of Automation Technology. 2019. Vol. 13. № 3. P. 346–353. DOI: [10.20965/ijat.2019.p0346](https://doi.org/10.20965/ijat.2019.p0346).

2. Ding Donghong, Pan Zengxi, Cuiuri D., Li Huijun. Wire-feed additive manufacturing of metal components: technologies, developments and future interests // *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2015. Vol. 81. P. 465–481. DOI: [10.1007/s00170-015-7077-3](https://doi.org/10.1007/s00170-015-7077-3).
3. Wu Bintaо, Pan Zengxi, Ding Donghong, Cuiuri D., Li Huijun, Xu Jing, Norrish J. A review of the wire arc additive manufacturing of metals: Properties, defects and quality improvement // *Journal of Manufacturing Processes*. 2018. Vol. 35. P. 127–139. DOI: [10.1016/j.jmapro.2018.08.001](https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2018.08.001).
4. Осколков А.А., Матвеев Е.В., Безукладников И.И., Трушников Д.Н., Кротова Е.Л. Передовые технологии аддитивного производства металлических изделий // *Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Машиностроение, материаловедение*. 2018. Т. 20. № 3. С. 90–105. DOI: [10.15593/2224-9877/2018.3.11](https://doi.org/10.15593/2224-9877/2018.3.11).
5. Cunningham C.R., Wikshåland S., Xu F., Kemakolam N., Shokrani A., Dhokia V., Newman S.T. Cost modelling and sensitivity analysis of wire and arc additive manufacturing // *Procedia Manufacturing*. 2017. Vol. 11. P. 650–657. DOI: [10.1016/j.promfg.2017.07.163](https://doi.org/10.1016/j.promfg.2017.07.163).
6. Pant H., Arora A., Gopakumar G.S., Chadha U., Saeidi A., Patterson A.E. Applications of wire arc additive manufacturing (WAAM) for aerospace component manufacturing // *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2023. Vol. 127. P. 4995–5011. DOI: [10.1007/s00170-023-11623-7](https://doi.org/10.1007/s00170-023-11623-7).
7. Wang Fude, Williams S., Rush M. Morphology investigation on direct current pulsed gas tungsten arc welded additive layer manufactured Ti6Al4V alloy // *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2011. Vol. 57. P. 597–603. DOI: [10.1007/s00170-011-3299-1](https://doi.org/10.1007/s00170-011-3299-1).
8. Ahmadkhaniha D., Möller H., Zanella C. Studying the Microstructural Effect of Selective Laser Melting and Electropolishing on the Performance of Maraging Steel // *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2021. Vol. 30. P. 6588–6605. DOI: [10.1007/s11665-021-05927-6](https://doi.org/10.1007/s11665-021-05927-6).
9. Beese A.M., Carroll B.E. Review of mechanical properties of Ti–6Al–4V made by laser-based additive manufacturing using powder feedstock // *JOM*. 2016. Vol. 68. P. 724–734. DOI: [10.1007/s11837-015-1759-z](https://doi.org/10.1007/s11837-015-1759-z).
10. Kirka M.M., Lee Y., Greeley D.A., Okello A., Goin M.J., Pearce M.T., Dehoff R.R. Strategy for texture management in metals additive manufacturing // *JOM*. 2017. Vol. 69. P. 523–531. DOI: [10.1007/s11837-017-2264-3](https://doi.org/10.1007/s11837-017-2264-3).
11. Williams S.W., Martina F., Addison A.C., Ding J., Pardal G., Colegrove P. Wire + arc additive manufacturing // *Materials Science and Technology*. 2016. Vol. 32. № 7. P. 641–647. DOI: [10.1179/1743284715Y.0000000073](https://doi.org/10.1179/1743284715Y.0000000073).
12. Gu Jianglong, Ding Jialuo, Williams S.W., Gu Huimin, Bai Jing, Zhai Yuchun, Ma Peihua. The strengthening effect of inter-layer cold working and post-deposition heat treatment on the additively manufactured Al–6.3Cu alloy // *Materials Science and Engineering: A*. 2016. Vol. 651. P. 18–26. DOI: [10.1016/j.msea.2015.10.101](https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.10.101).
13. Guo Nannan, Leu Ming. Additive manufacturing: Technology, applications and research needs // *Frontiers of Mechanical Engineering*. 2013. Vol. 8. P. 215–243. DOI: [10.1007/s11465-013-0248-8](https://doi.org/10.1007/s11465-013-0248-8).
14. Xu Fujia, Lv Yaohui, Liu Yuxin, Shu Fengyuan, He Peng, Xu Binshi. Microstructural Evolution and Mechanical Properties of Inconel 625 Alloy during Pulsed Plasma Arc Deposition Process // *Journal of Material Science and Technology*. 2013. Vol. 29. № 5. P. 480–488. DOI: [10.1016/j.jmst.2013.02.010](https://doi.org/10.1016/j.jmst.2013.02.010).
15. Кудряшов В.А., Лапышев А.А. Создание аддитивных технологий с учетом усталостного поведения материала в авиационном инжиниринге // *Известия Самарского научного центра Российской академии наук*. 2018. Т. 20. № 4-3. С. 406–413. EDN: [YVOALR](https://www.edn.ru/yvoalr).
16. Кубанова А.Н., Сергеев А.Н., Добровольский Н.М., Гвоздев А.Е., Медведев П.Н., Малий Д.В. Особенности материалов и технологий аддитивного производства изделий // *Чебышевский сборник*. 2019. Т. 20. № 3. С. 453–477. DOI: [10.22405/2226-8383-2019-20-3-453-477](https://doi.org/10.22405/2226-8383-2019-20-3-453-477).
17. Герентьев В.Ф., Кораблева С.А. Усталость металлов. М.: Наука, 2015. 484 с.
18. Кабалдин Ю.Г., Шатагин Д.А., Аносов М.С., Колчин П.В., Киселев А.В. Диагностика процесса 3D-печати на станке с ЧПУ с использованием подходов машинного обучения // *Вестник машиностроения*. 2021. № 1. С. 55–59. DOI: [10.36652/0042-4633-2021-1-55-59](https://doi.org/10.36652/0042-4633-2021-1-55-59).
19. Атрощенко В.В., Тефанов В.Н., Краев К.А. К вопросу об управлении переносом электродного металла при дуговой сварке плавящимся электродом с короткими замыканиями дугового промежутка // *Вестник Уфимского государственного авиационного технического университета*. 2008. Т. 11. № 2. С. 146–154. EDN: [JXECOH](https://www.edn.ru/jxecoh).
20. Аносов М.С., Шатагин Д.А., Чернигин М.А., Мордовина Ю.С., Аносова Е.С. Структурообразование сплава Hf–30XGCA при аддитивном электродуговом выращивании // *Известия высших учебных заведений. Черная металлургия*. 2023. Т. 66. № 3. С. 294–301. DOI: [10.17073/0368-0797-2023-3-294-301](https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-3-294-301).
21. Jovičević-Klug P., Lipovšek N., Jovičević-Klug M., Podgornik B. Optimized Preparation of Deep Cryogenic Treated Steel and Al-alloy Samples for Optimal Microstructure Imaging Results // *Materials Today Communications*. 2021. Vol. 27. Article number 102211. DOI: [10.1016/j.mtcomm.2021.102211](https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2021.102211).
22. Рыбаков А.А., Филипчук Т.Н., Демченко Ю.В. Оптимизация химического состава и структуры металла ремонтных швов при исправлении дефектов в сварных соединениях труб с применением многослойной сварки // *Автоматическая сварка*. 2013. № 12. С. 24–30. EDN: [SYLXOT](https://www.edn.ru/sylxot).
23. Чинахов Д.А., Скаков М.К., Градобоев А.В., Увалиев Б.К., Шаров В.В. Изменение микроструктуры и механических свойств многослойных соединений из стали 30XGCA при сварке плавлением разными способами // *Известия Томского политехнического университета. Инжиниринг георесурсов*. 2008. Т. 313. № 2. С. 119–122. EDN: [JVJFVT](https://www.edn.ru/jvjfvt).
24. Балякин А.В., Жученко Е.И., Смирнов Г.В., Проничев Н.Д. Исследование проблем появления негативной технологической наследственности при изготовлении деталей ГТД методом селективного лазер-

- ного сплавления // Известия Самарского научного центра Российской академии наук. 2019. Т. 21. № 1. С. 61–70. EDN: [XHSWIU](#).
25. Жаткин С.С., Никитин К.В., Деев В.Б., Панкратов С.С., Дунаев Д.А. Применение электродуговой наплавки для создания трехмерных объектов из стали // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. 2020. Т. 63. № 6. С. 443–450. DOI: [10.17073/0368-0797-2020-6-443-450](#).
 26. Wang Fude, Williams S., Colegrove P., Antony-samy A.A. Microstructure and Mechanical Properties of Wire and Arc Additive Manufactured Ti–6Al–4V // Metallurgical and Materials Transactions A. 2013. Vol. 44. P. 968–977. DOI: [10.1007/s11661-012-1444-6](#).
 27. Gürol U., Kocaman E., Dilibal S., Koçak M. A comparative study on the microstructure, mechanical properties, wear and corrosion behaviors of SS 316 austenitic stainless steels manufactured by casting and WAAM technologies // CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology. 2023. Vol. 47. P. 215–227. DOI: [10.1016/j.cirpj.2023.10.005](#).
 28. Takagi H., Sasahara H., Abe T., Sannomiya H., Nishiyama Sh., Ohta Sh., Nakamura K. Material-property evaluation of magnesium alloys fabricated using wire-and-arc-based additive manufacturing // Additive Manufacturing. 2018. Vol. 24. P. 498–507. DOI: [10.1016/j.ADDMA.2018.10.026](#).
 29. Rodrigues T.A., Duarte V., Miranda R.M., Santos T.G., Oliveira J.P. Current Status and Perspectives on Wire and Arc Additive Manufacturing (WAAM) // Materials. 2019. Vol. 12. № 7. Article number 1121. DOI: [10.3390/ma12071121](#).
 30. Pant H., Arora A., Gopakumar G.S., Chadha U., Saiedi A., Patterson A.E. Applications of wire arc additive manufacturing (WAAM) for aerospace component manufacturing. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2023, vol. 127, pp. 4995–5011. DOI: [10.1007/s00170-023-11623-7](#).
 31. Wang Fude, Williams S., Rush M. Morphology investigation on direct current pulsed gas tungsten arc welded additive layer manufactured Ti6Al4V alloy. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2011, vol. 57, pp. 597–603. DOI: [10.1007/s00170-011-3299-1](#).
 32. Ahmadkhaniha D., Möller H., Zanella C. Studying the Microstructural Effect of Selective Laser Melting and Electropolishing on the Performance of Maraging Steel. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2021, vol. 30, pp. 6588–6605. DOI: [10.1007/s11665-021-05927-6](#).
 33. Beese A.M., Carroll B.E. Review of mechanical properties of Ti–6Al–4V made by laser-based additive manufacturing using powder feedstock. *JOM*, 2016, vol. 68, pp. 724–734. DOI: [10.1007/s11837-015-1759-z](#).
 34. Kirka M.M., Lee Y., Greeley D.A., Okello A., Goin M.J., Pearce M.T., Dehoff R.R. Strategy for texture management in metals additive manufacturing. *JOM*, 2017, vol. 69, pp. 523–531. DOI: [10.1007/s11837-017-2264-3](#).
 35. Williams S.W., Martina F., Addison A.C., Ding J., Pardal G., Colegrove P. Wire + arc additive manufacturing. *Materials Science and Technology*, 2016, vol. 32, no. 7, pp. 641–647. DOI: [10.1179/1743284715Y.0000000073](#).
 36. Gu Jianglong, Ding Jialuo, Williams S.W., Gu Huimin, Bai Jing, Zhai Yuchun, Ma Peihua. The strengthening effect of inter-layer cold working and post-deposition heat treatment on the additively manufactured Al–6.3Cu alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 2016, vol. 651, pp. 18–26. DOI: [10.1016/j.msea.2015.10.101](#).
 37. Guo Nannan, Leu Ming. Additive manufacturing: Technology, applications and research needs. *Frontiers of Mechanical Engineering*, 2013, vol. 8, pp. 215–243. DOI: [10.1007/s11465-013-0248-8](#).
 38. Xu Fujia, Lv Yaohui, Liu Yuxin, Shu Fengyuan, He Peng, Xu Binshi. Microstructural Evolution and Mechanical Properties of Inconel 625 Alloy during Pulsed Plasma Arc Deposition Process. *Journal of Material Science and Technology*, 2013, vol. 29, no. 5, pp. 480–488. DOI: [10.1016/j.jmst.2013.02.010](#).
 39. Kudryashov V.A., Lapshev A.A. The creation of additive technologies taking into account the fatigue behaviour of a material in aviation engineering. *Izvestiya of Samara Scientific Center of the Russian Academy of Sciences*, 2018, vol. 20, no. 4-3, pp. 406–413. EDN: [YVOALR](#).
 40. Kubanova A.N., Sergeev A.N., Dobrovolskiy N.M., Gvozdev A.E., Medvedev P.N., Maliy D.V. Materials and technologies for production products by additive manufacturing. *Chebyshevskii sbornik*, 2019, vol. 20, no. 3, pp. 453–477. DOI: [10.22405/2226-8383-2019-20-3-453-477](#).
 41. Terentev V.F., Korableva S.A. *Uсталост металлов* [Fatigue of metals]. Moscow, Nauka Publ., 2015. 484 p.
 42. Kabalدين Yu.G., Shatagin D.A., Anosov M.S., Kolchin P.V., Kiselev A.V. Diagnostics of 3D printing on a CNC machine by machine learning. *Russian engi-*

- neering research, 2021, vol. 41, no. 4, pp. 320–324. DOI: [10.3103/S1068798X21040109](https://doi.org/10.3103/S1068798X21040109).
19. Atroshchenko V.V., Tefanov V.N., Kraev K.A. Revisited the control of metal transfer during welding by consumable electrode with a short circuit of arc interval. *Vestnik USATU*, 2008, vol. 11, no. 2, pp. 146–154. EDN: [JXECOH](https://www.edn.ru/jxecoh).
 20. Anosov M.C., Shatagin D.A., Chernigin M.A., Morodovina Yu.S., Anosova E.S. Structure formation of Np-30KHGSA alloy in wire and arc additive manufacturing. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy (Izvestiya vuzov. Chernaya Metallurgiya)*, 2023, vol. 66, no. 3, pp. 294–301. DOI: [10.17073/0368-0797-2023-3-294-301](https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-3-294-301).
 21. Jovičević-Klug P., Lipovšek N., Jovičević-Klug M., Podgornik B. Optimized Preparation of Deep Cryogenic Treated Steel and Al-alloy Samples for Optimal Microstructure Imaging Results. *Materials Today Communications*, 2021, vol. 27, article number 102211. DOI: [10.1016/j.mtcomm.2021.102211](https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2021.102211).
 22. Rybakov A.A., Filipchuk T.N., Demchenko Yu.V. Optimization of the chemical composition and structure of the metal of repair welds when fixing defects in welded pipe joints using multilayer welding. *The Paton Welding Journal*, 2013, no. 12, pp. 24–30. EDN: [SYLXOT](https://www.edn.ru/sylxot).
 23. Chinakhov D.A., Skakov M.K., Gradoboev A.V., Uvaliev B.K., Sharov V.V. Change of microstructure and mechanical properties of multilayered connections from steel 30XGSA at fusion welding using different methods. *Bulletin of the Tomsk Polytechnic University. Geo Assets Engineering*, 2008, vol. 313, no. 2, pp. 119–122. EDN: [JVJFVT](https://www.edn.ru/jvjfvt).
 24. Balyakin A.V., Zhuchenko E.I., Smirnov G.V., Pronichev N.D. The investigation of negative technological heredity appearance during GTE parts manufacturing by SLM method. *Izvestiya of Samara Scientific Center of the Russian Academy of Sciences*, 2019, vol. 21, no. 1, pp. 61–70. EDN: [XHSWIU](https://www.edn.ru/xhswiu).
 25. Zhatkin S.S., Nikitin K.V., Deev V.B., Pankratov S.S., Dunaev D.A. Application of electric arc surfacing in the manufacturing of three-dimensional steel products. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy (Izvestiya vuzov. Chernaya Metallurgiya)*, 2020, vol. 63, no. 6, pp. 443–450. DOI: [10.17073/0368-0797-2020-6-443-450](https://doi.org/10.17073/0368-0797-2020-6-443-450).
 26. Wang Fude, Williams S., Colegrove P., Antony A.A. Microstructure and Mechanical Properties of Wire and Arc Additive Manufactured Ti–6Al–4V. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2013, vol. 44, pp. 968–977. DOI: [10.1007/s11661-012-1444-6](https://doi.org/10.1007/s11661-012-1444-6).
 27. Gürol U., Kocaman E., Dilibal S., Koçak M. A comparative study on the microstructure, mechanical properties, wear and corrosion behaviors of SS 316 austenitic stainless steels manufactured by casting and WAAM technologies. *CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology*, 2023, vol. 47, pp. 215–227. DOI: [10.1016/j.cirpj.2023.10.005](https://doi.org/10.1016/j.cirpj.2023.10.005).
 28. Takagi H., Sasahara H., Abe T., Sannomiya H., Nishiyama Sh., Ohta Sh., Nakamura K. Material-property evaluation of magnesium alloys fabricated using wire-and-arc-based additive manufacturing. *Additive Manufacturing*, 2018, vol. 24, pp. 498–507. DOI: [10.1016/j.addma.2018.10.026](https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.10.026).
 29. Rodrigues T.A., Duarte V., Miranda R.M., Santos T.G., Oliveira J.P. Current Status and Perspectives on Wire and Arc Additive Manufacturing (WAAM). *Materials*, 2019, vol. 12, no. 7, article number 1121. DOI: [10.3390/ma12071121](https://doi.org/10.3390/ma12071121).

The influence of 3D printing mode on the chemical composition and structure of 30HGSA steel

© 2024

Yury G. Kabaldin, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, professor of Chair “Technology and Equipment of Mechanical Engineering”

Maksim S. Anosov*, PhD (Engineering), Associate Professor, assistant professor of Chair “Technology and Equipment of Mechanical Engineering”

Yuliya S. Morodovina, postgraduate student, educational process engineer of the Institute of Retraining of Specialists

Mikhail A. Chernigin, postgraduate student, engineer of Chair “Technology and Equipment of Mechanical Engineering”

R.E. Alekseev Nizhny Novgorod State Technical University, Nizhny Novgorod (Russia)

*E-mail: anosov.ms@nntu.ru,
anosov-maksim@list.ru

Received 31.07.2023

Accepted 18.12.2023

Abstract: The authors carried out the study of the influence of 3D printing modes on the structure and chemical composition of 30HGSA steel (chromansil) samples produced by the method of additive electric arc surfacing. To study the influence of the electric arc surfacing mode on the chemical composition of the steel under study, an optical emission analysis of the samples was carried out. The influence of the surfacing mode on the resulting structure was assessed over the entire height of the deposited walls at magnifications of $\times 50$, $\times 100$, $\times 200$ and $\times 500$. Optical emission analysis identified a change in the material chemical composition associated with the loss of chemical elements. It was found that the degree of loss of C, Cr and Si increases almost linearly and is directly proportional to the surfacing heat input (Q , J/mm). The exact influence of an increase in the surfacing heat input on the Mn content was not found, but a relationship between the degree of its loss and the voltage (U , V) during surfacing of samples was identified. Microstructural stu-

dies of all samples did not reveal a large number of systemically formed structural defects characteristic of cast and welded products (pores, shrinkage cavities, etc.), which confirms the high quality of the metal in goods produced by electric arc surfacing. Analysis of micrographs taken in different areas of the samples allowed determining that the metal microstructure does not undergo significant changes under different surfacing modes; the main tendencies in changes in the structure along the height of the sample are preserved. All samples demonstrated the formation of a highly dispersed structure, regardless of the 3D printing parameters. The most favorable metal structure, suitable for subsequent use in the production of goods using additive manufacturing, was recognized as the structure of the sample deposited using mode No. 5 ($I=160$ A, $U=24$ V, $Q=921.6$ J/mm). This mode can be used for further study of the problems of additive electric arc surfacing of 30HGSA steel.

Keywords: 30HGSA steel; additive electric arc surfacing; optical emission analysis; metallographic study; additive manufacturing.

Acknowledgements: The study was supported by the grant of the Russian Science Foundation No. 22-79-00095 “Development of scientific and technological foundations for the structure formation of structural materials obtained by additive electric arc growth for the formation of mechanical properties under fatigue using artificial intelligence approaches”, <https://www.rscf.ru/project/22-79-00095/>.

For citation: Kabaldin Yu.G., Anosov M.S., Mordovina Yu.S., Chernigin M.A. The influence of 3D printing mode on the chemical composition and structure of 30HGSA steel. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 3, pp. 63–73. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-3-69-6.

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.

Микроструктура, кристаллографическая текстура и механические свойства сплава Zn–1%Mg–1%Fe, подвергнутого интенсивной пластической деформации

© 2024

*Ситдигов Виль Даянович**^{1,2,4}, доктор физико-математических наук,
старший эксперт, старший научный сотрудник

Хафизова Эльвира Динифовна^{2,3,5}, кандидат технических наук,
доцент кафедры материаловедения и физики металлов,

старший научный сотрудник НИЛ «Металлы и сплавы при экстремальных воздействиях»

Поленок Милена Владиславовна^{2,3,6}, магистрант кафедры материаловедения и физики металлов,
лаборант НИЛ «Металлы и сплавы при экстремальных воздействиях»

¹ООО «РН-БашНИПИнефть», Уфа (Россия)

²Институт физики молекул и кристаллов Уфимского федерального исследовательского центра РАН, Уфа (Россия)

³Уфимский университет науки и технологий, Уфа (Россия)

*E-mail: SitdikovVD@bnpi.rosneft.ru

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9948-1099>

⁵ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4618-412X>

⁶ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9774-1689>

Поступила в редакцию 09.02.2024

Принята к публикации 19.07.2024

Аннотация: Статья посвящена получению, анализу микроструктуры, кристаллографической текстуры и механизмов деформации ультрамелкозернистого (УМЗ) цинкового Zn–1%Mg–1%Fe сплава, демонстрирующего уникальные физико-механические свойства по сравнению с его крупнокристаллическими аналогами. Цинковый сплав с улучшенными механическими свойствами разрабатывали в два этапа. На первом этапе на основе анализа литературных данных отливали сплав со следующим химическим составом: Zn–1%Mg–1%Fe. В дальнейшем сплав подвергали интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК) с целью повышения механических свойств в результате измельчения зеренной структуры и реализации в нем динамического деформационного старения. Проведенные механические испытания на растяжения образцов и оценка твердости сплава показали, что ИПДК-обработка приводит к росту предела его прочности до 415 МПа, увеличению твердости до значения 144 HV и повышению пластичности до 82 %. Полученные механические характеристики демонстрируют пригодность использования разработанного сплава в медицине в качестве некоторых имплантатов (стенгов), требующих больших приложенных нагрузок. Для объяснения причин повышения механических свойств данного сплава проведены комплексные испытания методами микроскопии и рентгеноструктурного анализа. Анализ микроструктуры показал, что при формировании УМЗ структуры реализуется фазовый переход по следующей схеме: $Zn_{\text{эвтектика}} + Mg_2Zn_{11\text{эвтектика}} + FeZn_{13} \rightarrow Zn_{\text{фаза}} + Mg_2Zn_{11\text{фаза}} + MgZn_{2\text{частицы}} + Zn_{\text{частицы}}$. Установлено, что в результате ИПДК-обработки в основных фазах (Zn, Mg_2Zn_{11}) происходит измельчение зеренной структуры, повышение плотности внесенных дефектов и формирование развитой кристаллографической текстуры, состоящей из базисных, пирамидальных, призматических и двойниковых компонент текстуры. Показано, что стойкость пирамидальных, призматических и двойниковых компонент текстуры на начальных этапах ИПДК определяет уровень и анизотропию прочностных свойств данного сплава. Обсуждается взаимосвязь обнаруженных структурных особенностей полученного сплава с его уникальными механическими свойствами.

Ключевые слова: сплав Zn–1%Mg–1%Fe; фазовые переходы в цинковом сплаве; интенсивная пластическая деформация; методы рентгеновского рассеяния; механические свойства; прочность; пластичность; кристаллографическая текстура.

Благодарности: Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 23-29-00667, <https://rscf.ru/project/23-29-00667>.

Для цитирования: Ситдигов В.Д., Хафизова Э.Д., Поленок М.В. Микроструктура, кристаллографическая текстура и механические свойства сплава Zn–1%Mg–1%Fe, подвергнутого интенсивной пластической деформации // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 3. С. 75–88. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-3-69-7.

ВВЕДЕНИЕ

Цинковые сплавы относятся к новому классу биоразлагаемых материалов, которые демонстрируют превосходящую биосовместимость и биоразлагаемость наряду с относительно высокой механической прочностью и достаточной пластичностью [1–4]. Согласно литературным данным, исходный чистый цинк является

очень хрупким материалом, и его низкие механические свойства (предел текучести ~10 МПа, предел прочности ~18 МПа, пластичность 0,3 %) ограничивают область его промышленного применения [5; 6]. Для повышения потенциала промышленного применения цинка, например в качестве имплантатов в медицине, необходимо оптимизировать его физико-механические свойства [1–4].

Традиционно достижение данной цели осуществляется путем легирования чистого цинка определенными атомами (Mg, Li, Ca, Fe, Mn, Ag, Cu и др.) и проведения термомеханической обработки [1–4]. Однако в большинстве полученных таким путем цинковых сплавов, пригодных к использованию в качестве имплантатов, могут содержаться токсичные для человеческого организма элементы. В этой связи научное сообщество все еще находится в поиске новых материалов, которые, с одной стороны, должны соответствовать желаемым механическим характеристикам для имплантатов, а с другой – являться биосовместимыми.

Как известно, при разработке биорезорбируемых имплантатов из различных сплавов необходимо контролировать скорость протекания коррозии, так как при больших скоростях нарушается механическая целостность имплантатов до заживления кости, а при слишком медленной скорости коррозии могут активизироваться процессы воспаления [7–9]. Клинические исследования показали, что в имплантатах системы Zn–xAl повышается риск возникновения воспалительной реакции [10], а легирование цинка атомами Fe значительно снижает ее [11]. Как известно, Fe является одним из важнейших элементов в организме человека, однако чрезмерное добавление Fe к Zn приводит к образованию хрупкой фазы FeZn₁₃, ухудшающей механические характеристики Zn–Fe сплавов [12]. С другой стороны, добавление определенного количества атомов Mg также может упрочнить фазу Zn, однако прочность и пластичность полученных Zn–Mg сплавов все еще остаются относительно низкими [13]. В частности, в работе [13] было показано, что предел прочности сплава Zn–Mg может вырасти до 125 МПа при увеличении в нем содержания Mg с 0,1 до 0,8 %, однако пластичность полученного сплава остается низкой (менее 1 %). При дальнейшем увеличении содержания Mg в сплаве до 3 % удается достичь роста предела прочности до ~150 МПа, а удлинение до разрушения при этом возрастает лишь до 2 % [14; 15]. Кроме того, исследования показали, что увеличение содержания Mg в Zn также приводит к росту твердости полученного сплава [11; 16]. В частности, было продемонстрировано, что добавление к чистому Zn 1 мас. % Mg приводит к увеличению его твердости с 40 до 78 HV по шкале Виккерса [16], а в работе [11] показано, что твердость Zn–1,3%Fe сплава может достигать 56 HV.

Проведенный анализ литературы выявил, что для получения цинковых сплавов с повышенной прочностью и биосовместимостью в медицине могут быть использованы сплавы системы Zn–Mg–Fe. В этой связи для создания цинкового сплава с улучшенной структурой в данной работе также были выбраны Mg и Fe в качестве легирующих элементов. На выбор этих элементов повлиял и тот факт, что скорость растворимости Zn в организме находится между скоростями растворимости Mg и Fe, а продукты разложения являются биосовместимыми [2; 7–9]. Кроме того, авторы работы [17] в результате варьирования степени легирования цинка атомами Mg и Fe обнаружили, что сплав Zn–1%Mg–1%Fe, по сравнению с иными содержаниями Mg и Fe в цинке, показывает наиболее высокие прочностные свойства (предел прочности σ_B 157 МПа, предел текучести σ_T 148 МПа) и приемлемую скорость коррозии (0,027 мм/год). Однако пластичность δ полученного сплава оказалась низкой

(не более 2,3 %) [17]. Тем не менее повышенные механические свойства, удовлетворительная скорость коррозии и биосовместимость крупнозернистого сплава Zn–1%Mg–1%Fe стали основанием для выбора авторами настоящей работы данного сплава для дальнейшей оптимизации его прочностных характеристик и пластичности, чтобы он соответствовал требуемым критериям для имплантатов ($\sigma_B > 300$ МПа, $\sigma_T > 200$ МПа, $\delta > 15$ %) [2]. При этом оптимизацию механических свойств Zn–1%Mg–1%Fe авторы данной работы проводили методом интенсивной пластической деформации (ИПД) [18].

В последнее время в ряде работ [19; 20] было показано, что методы ИПД позволяют эффективнее повысить прочностные характеристики цинковых сплавов за счет формирования ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры, повышения дефектности структуры и реализации процесса динамического деформационного старения, при котором выпадают упрочняющие фазы частицы. При этом совершенствование вышеперечисленных параметров микроструктуры, приводящее к повышению механических свойств цинковых сплавов, возможно за счет вариации приложенного давления, температуры и степени ИПД. В этой связи в данной работе улучшение механических свойств отлитого Zn–Mg–Fe сплава также достигалось путем оптимизации режимов (давление, температура, степень деформации) интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК) [18; 19].

Цель работы – получить методом ИПДК-обработки ультрамелкозернистый Zn–1%Mg–1%Fe цинковый сплав, демонстрирующий требуемые механические свойства для применения в медицине в качестве имплантатов (стентов).

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Цилиндрические образцы сплава Zn–1%Mg–1%Fe (массовые проценты) диаметром 20 мм и длиной 120 мм отливали из высокочистого Zn (>99,9 мас. %), Mg (>99,9 мас. %) и Fe (>99,9 мас. %) при температуре 600 °С в камерной печи с использованием графитового тигля. Для формирования УМЗ структуры с целью повышения прочностных характеристик вырезанные из цилиндрических образцов таблетки (радиус R 10 мм, толщина 1,7 мм) сплава подвергали ИПДК при комнатной температуре (27 °С) и при температуре 150 °С, варьируя число оборотов от 0,5 до 10. После каждого этапа ИПДК, соответствующего 0,5; 1; 2; 3; 6; 8 и 10 оборотам нижнего бойка (степень деформации γ соответствует 28,5; 57,1; 114,2; 171,3; 342,6; 456,8 и 571,0 для области $R/2$ согласно [18]), анализировали механические свойства и микроструктуру сплава. Приложенное гидростатическое давление при ИПДК равнялось 6 ГПа, скорость вращения бойков задавали 1 об/мин. Механические испытания на растяжение сплава осуществляли с помощью специализированной испытательной машины для малых образцов (длина рабочей части 4 мм, толщина 1 мм, ширина 1 мм). Рабочая часть образцов на растяжение располагалась в области, находящейся на половине радиуса дискообразного ИПДК-образца. Частоту оцифровки значений деформации при записи кривых растяжения при непрерывных испытаниях образцов задавали равной 4 Гц. Скорость перемещения траверсы равнялась $4 \cdot 10^{-4}$ мм/с. Микротвердость сплава в каждом структурном состоянии измеряли методом Виккерса на универсальном

твёрдомере Shimadzu HMV-G (Япония) при нагрузке на индентор 100 г. При этом измерения проводили в области, расположенной на половине радиуса дискообразного ИПДК-образца.

Параметры тонкой структуры сплава определяли методом рентгеноструктурного анализа (РСА). Дифрактограммы для РСА измеряли на дифрактометре Bruker D8 Advance (Германия) (схема Брэгга – Брентано). Съёмку проводили в режиме непрерывной съёмки со скоростью 1,5 °/мин в пределах угла рассеяния 2θ от 20 до 150° на медном излучении, сгенерированном при напряжении 40 кВ и силе тока 40 мА. Счёт импульсов проводили с использованием многоканального детектора LinxEye (Германия). Перед детектором устанавливали Ni-фильтр для отсекаания ненужных излучений. Оценку периода решетки, определение усредненного размера областей когерентного рассеяния (ОКР) и вычисление плотности дислокаций проводили в программе PM2K [21].

Качественный рентгенофазовый анализ проводили по базе дифрактометрических данных PDF-2 в программе EVAplus (www.bruker.com). Количественный рентгенофазовый анализ с определением соотношения выявленных фаз проводили методом Ритфельда [22] в программе TOPAS, вер. 4.2 (www.bruker.com). В данном алгоритме атомно-структурные параметры всех обнаруженных фаз закладывают в модель и воспроизводят теоретическую дифрактограмму. Для наилучшего приближения теоретической $I_{\text{измеренная}}$ кривой к экспериментальной $I_{\text{расчитанная}}$ оптимизируют параметры тонкой структуры (период решетки, микроискажения кристаллической решетки, размер кристаллитов, кристаллографическая текстура) с учетом возможных погрешностей, допущенных при съёмке. Анализ микроструктуры исследуемого сплава проводили методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) на растровом электронном микроскопе FEI Thermo Scientific Q250 (США). Основные характеристи-

ки съёмки: ускоряющее напряжение электронов – 25 кВ, диаметр пучка – 2 мкм, фокусное расстояние – 10 мм, давление в камере – $5 \cdot 10^{-4}$ Па. Исследования микроструктуры методами РСА и РЭМ были проведены в областях, в которых проводили механические испытания.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Результаты механических испытаний Zn–1%Mg–1%Fe сплава в различных структурных состояниях показали, что ИПДК-обработка (за исключением микротвёрдости при ИПДК 27 °С) приводит к повышению его прочностных характеристик (таблица 1). В частности, в исходном состоянии величина микротвёрдости сплава по Виккерсу не превышала значения 118 HV. В то же время применение 1 оборота ИПДК-обработки к сплаву при комнатной температуре привело к понижению величины микротвёрдости до 114 HV. При последующем увеличении степени ИПДК-обработки до 6 оборотов микротвёрдость сплава закономерно падает до 109 HV. При больших степенях деформации (10 оборотов) микротвёрдость исследуемого сплава практически не изменяется. Однако при повышении температуры проведения ИПДК-обработки (1 оборот, 150 °С), наоборот, даже на начальных этапах наблюдается закономерный рост микротвёрдости до 131 HV (таблица 1). При дальнейшем увеличении числа оборотов ИПДК-обработки сплав демонстрирует незначительное понижение микротвёрдости (таблица 1).

Результаты механических испытаний сплава на растяжение также сведены в таблицу 1. В целом, анализ таблицы 1 свидетельствует о том, что реализация ИПДК-обработки даже на начальных этапах (27 °С) приводит к повышению прочности и пластичности сплава. В частности, после 1 оборота ИПДК наблюдается рост предела прочности до 289 МПа, а пластичность достигает 95 %.

Таблица 1. Значения микротвёрдости и механических свойств сплава Zn–1%Mg–1%Fe
Table 1. The values of microhardness and mechanical properties of the Zn–1%Mg–1%Fe alloy

Состояние		HV	σ_T , МПа	σ_B , МПа	δ , %
Исходное		118 ± 3	28 ± 2	33 ± 3	6 ± 1
ИПДК 27 °С	1 об.	114 ± 4	213 ± 12	289 ± 11	95 ± 5
	3 об.	112 ± 4	189 ± 10	271 ± 9	96 ± 4
	6 об.	109 ± 3	177 ± 9	255 ± 12	97 ± 6
	10 об.	110 ± 4	191 ± 8	264 ± 11	61 ± 5
ИПДК 150 °С	1 об.	131 ± 4	313 ± 13	399 ± 15	85 ± 6
	3 об.	129 ± 3	312 ± 14	415 ± 10	82 ± 4
	6 об.	126 ± 5	307 ± 9	394 ± 13	86 ± 5
	10 об.	128 ± 4	304 ± 10	387 ± 14	89 ± 6

Примечание. HV – величина микротвёрдости по Виккерсу; σ_T – предел текучести; σ_B – предел прочности; δ – относительное удлинение до разрушения.

Note. HV is Vickers microhardness; σ_T is yield stress; σ_B is ultimate tensile strength; δ is percent elongation to fracture.

По мере увеличения числа оборотов ИПДК до 6 предел текучести и прочности сплава слегка падают, а уровень пластичности сохраняется. При больших степенях ИПДК-обработки, реализованной при комнатной температуре, прочностные характеристики снова растут, однако пластичность сплава заметно понижается. С другой стороны, повышение температуры проведения ИПДК-обработки (150 °С) приводит к росту как величины твердости, так и значений предела прочности и пластичности сплава. Так, после 1 оборота ИПДК предел прочности возрастает до 399 МПа, что на 110 МПа больше по сравнению с таковым, полученным после 1 оборота ИПДК (27 °С). После 3 оборотов ИПДК (150 °С) наблюдается дальнейшее повышение значения предела прочности (до 415 МПа) с сохранением пластичности. При последующем увеличении степени ИПДК прочностные характеристики сплава незначительно понижаются, а его пластичность слегка растет (таблица 1). В целом, проведенные механические испытания показали, что на начальных этапах ИПДК-обработки (1–3 оборота) при температуре 150 °С цинковый сплав демонстрирует высокие прочностные характеристики с достаточной пластичностью (таблица 1).

На рис. 1 показаны РЭМ-изображения микроструктуры исходного цинкового сплава, а также результаты поверхностного распределения атомов Zn, Mg и Fe в произвольном участке шлифа. Согласно фазовой диаграмме Zn–Mg [23] и Zn–Fe [24], в литом Zn–1%Mg–1%Fe сплаве должны присутствовать фазы Zn, Mg₂Zn₁₁ и FeZn₁₃. Действительно, полученные методами РЭМ и рентгенофазового анализа (данные приведены ниже) сведения показали, что микроструктура исследуемого сплава содержит фазы Zn, Mg₂Zn₁₁ и FeZn₁₃ (рис. 1 а). При этом фаза Mg₂Zn₁₁, согласно данным РЭМ, сосредоточена на границах фазы цинка (рис. 1 а). Поскольку атомная масса Zn больше, чем атомная масса Mg, то относительно светлые области овальной формы относятся к фазе цинка, а темные области соответствуют фазе Mg₂Zn₁₁ (рис. 1 а). Проведенный анализ микроструктуры методом элементного картирования действительно подтверждает обнаруженные выше форму

и характер залегания выявленных фаз в сплаве (рис. 1 б). Расчеты показали, что средний диаметр зерен фазы Zn равняется 88 мкм, а размер фазы FeZn₁₃ варьируется от 1,5 до 280 мкм (рис. 1 а, 1 б).

На рис. 2 представлены РЭМ-изображения микроструктуры исследуемого сплава после термической (150 °С) обработки и ИПДК-процессинга, проведенного при различных температурах (27 и 150 °С). После термической обработки микроструктура сплава содержит фазы Zn, Mg₂Zn₁₁ и FeZn₁₃. Эти фазы на рис. 2 а отмечены стрелками. При этом видно, что в фазе Mg₂Zn₁₁ (темная область) в результате термообработки выпадают частицы MgZn₂ цилиндрической формы (рис. 1 а, во вставке). Отметим, что в литом состоянии частицы MgZn₂ в фазе Mg₂Zn₁₁ не были обнаружены.

В случае ИПДК-обработки даже при небольшом повороте бойков (0,5 оборота) можно увидеть заметные изменения в микроструктуре анализируемого сплава (рис. 2 б). Эти изменения главным образом связаны с тем, что в сплаве формируется полосовая структура из чередующихся фаз Mg₂Zn₁₁, Zn и FeZn₁₃ (рис. 2 б). Кроме того, ИПДК-обработка привела к дроблению зерен фазы FeZn₁₃, а также изменению формы и размеров частиц, выпавших при отжиге (частицы MgZn₂ в фазе Mg₂Zn₁₁) (рис. 2 б, во вставке). При увеличении числа оборотов ИПДК, т. е. степени деформации, наблюдается не только уменьшение ширины полос наблюдаемых фаз, но и дальнейшее измельчение зерен каждой фазы. В частности, типичная микроструктура сплава после 6 оборотов ИПДК-обработки приведена на рис. 2 с. Для наглядности данная микроструктура представлена в виде карты распределения элементов Zn, Mg и Fe (рис. 2 с). Видно, что в данном состоянии сплава сохраняется полосовая структура, состоящая из фаз Zn (зеленые области), Mg₂Zn₁₁ (синие области) и FeZn₁₃ (красные области). В отличие от ранних этапов ИПДК-обработки, после 6 оборотов в фазе Mg₂Zn₁₁ наблюдается существенное измельчение ее зеренной структуры (рис. 2 с, во вставке). Средний размер зерен фазы Mg₂Zn₁₁ по данным микроскопии составил 320 нм.

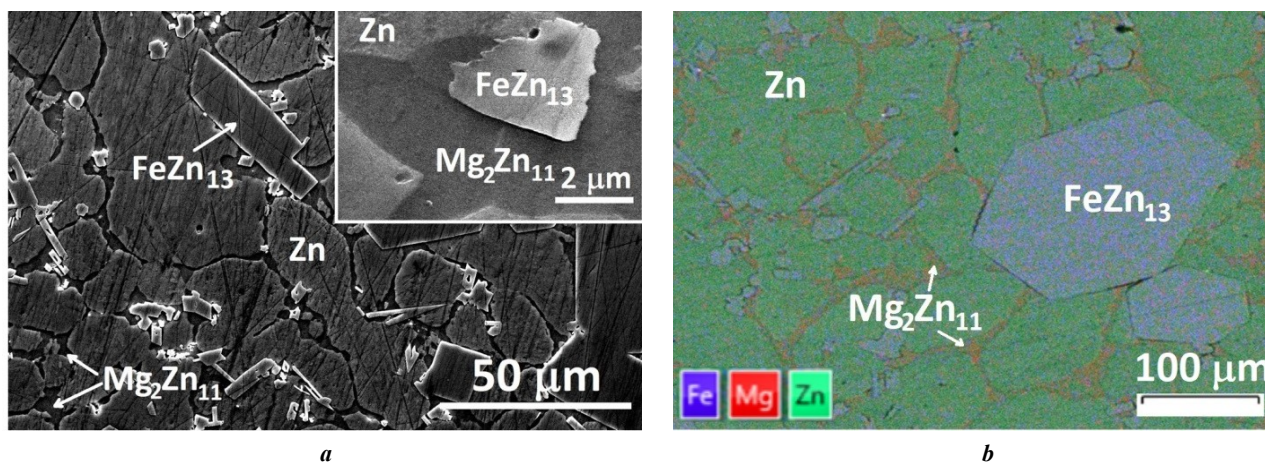


Рис. 1. Микроструктура Zn–1%Mg–1%Fe сплава (в произвольном участке шлифа) в исходном (литом) состоянии: **а** – изображение при увеличении $\times 2400$; **б** – изображение распределения атомов Zn, Mg и Fe при увеличении $\times 500$

Fig. 1. Microstructure of the Zn–1%Mg–1%Fe alloy (in a random area of the section) in initial (as-cast) state: **a** – image at $\times 2400$ magnification; **b** – image of the distribution of Zn, Mg and Fe atoms at $\times 500$ magnification

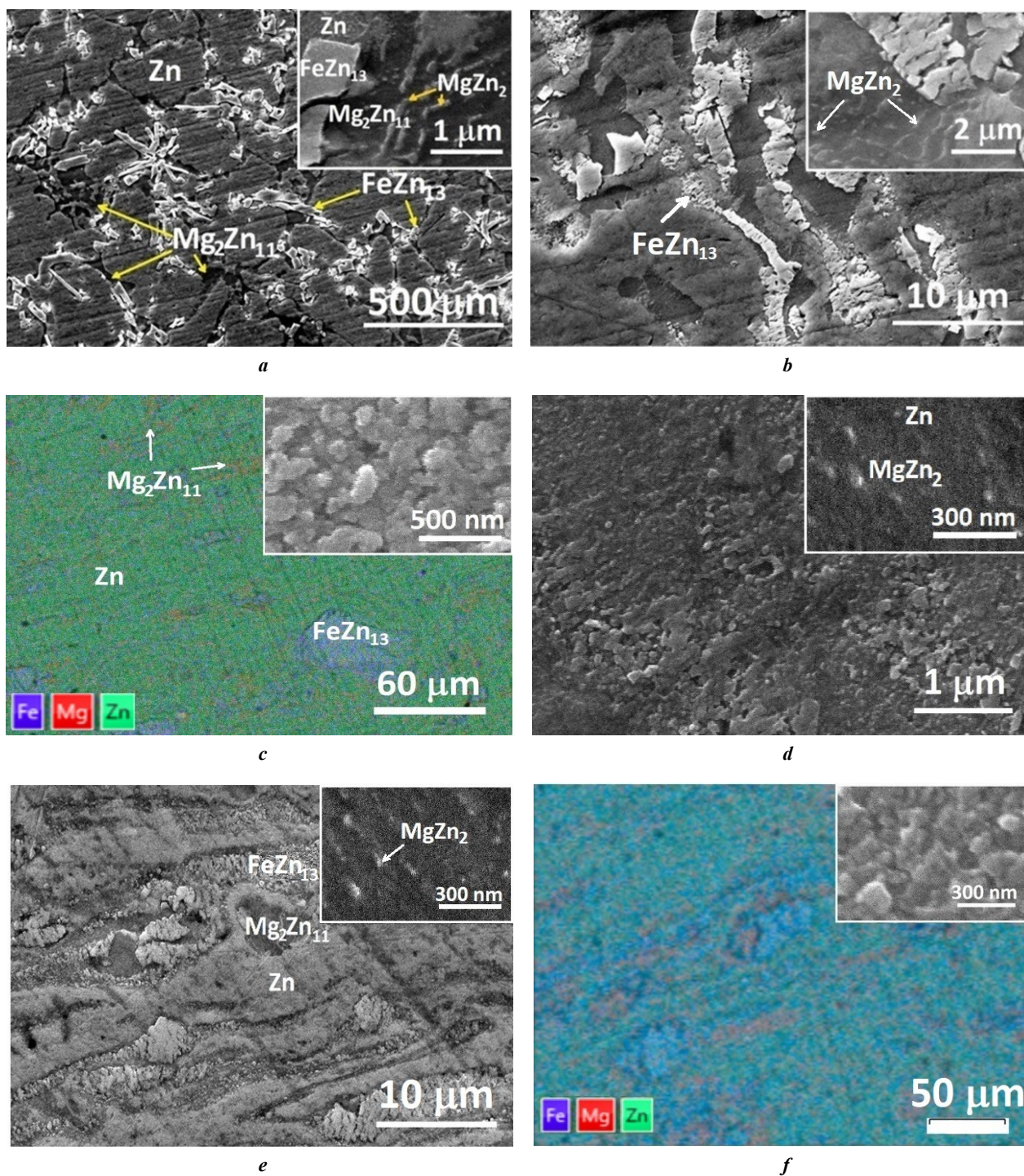


Рис. 2. Микроструктура Zn-1%Mg-1%Fe сплава в различных структурных состояниях: *a* – после термической обработки; *b* – после 0,5 об. ИПДК 27 °С; *c* – после 6 об. ИПДК 27 °С; *d* – после 10 об. ИПДК 27 °С; *e* – после 1 об. ИПДК 150 °С; *f* – после 3 об. ИПДК 150 °С

Fig. 2. Microstructure of the Zn-1%Mg-1%Fe alloy in different structural states:
a – after heat treatment; *b* – after 0.5 rev. of HPT 27 °С; *c* – after 6 rev. of HPT 27 °С;
d – after 10 rev. of HPT 27 °С; *e* – after 1 rev. of HPT 150 °С; *f* – after 3 rev. of HPT 150 °С

При больших степенях ИПДК-обработки (10 оборотов) сплав характеризуется уменьшением толщины полос, соответствующих фазам Zn и Mg_2Zn_{11} (рис. 2 d). В этих полосах наблюдается дальнейшее измельчение составляющих структуры (рис. 2 d). В частности, в данном состоянии зерна фазы Mg_2Zn_{11} также характеризуются равноосной структурой, однако средний размер зерен уменьшается до 230 нм. Анализ показал, что при больших оборотах ИПДК-обработки местами в фазе Mg_2Zn_{11} можно наблюдать выпавшие частицы Zn и $MgZn_2$ сферической морфологии (рис. 2 d, во вставке).

При проведении ИПДК-обработки сплава при повышенной температуре (150 °C) даже после 1 оборота формируется полосовая структура (рис. 2 e). Средняя толщина пластин фазы Mg_2Zn_{11} в данном состоянии равна 2,9 мкм, а внутри пластин средний размер равноосных зерен составляет 362 нм. Подобная структура наблюдается при реализации в сплаве больших степеней ИПДК при комнатной температуре. При увеличении степени ИПДК-обработки толщина пластин фаз Zn и $MgZn_2$ продолжает уменьшаться, а размер зерен в этих фазах становится менее 300 нм (рис. 2 f, во вставке).

На рис. 3 изображены дифрактограммы исследуемого сплава в различных структурных состояниях, а также общий вид проанализированной методом Ритфельда дифрактограммы (1 оборот ИПДК, 27 °C). Результаты качественного рентгенофазового анализа (РФА) показали, что после термической обработки в сплаве можно идентифицировать фазы Zn, Mg_2Zn_{11} , $FeZn_{13}$ и $MgZn_2$. В то же время при воздействии на сплав методом ИПДК существенно изменяется общий вид дифрактограмм (рис. 3 a). Так, даже после 0,5 оборота ИПДК-обработки (27 °C) наблюдается подавление рефлексов, соответствующих фазам $FeZn_{13}$, Mg_2Zn_{11} , и усиление

рефлексов фазы Zn (рис. 3 a). При этом ширина каждого рефлекса, в особенности фазы Mg_2Zn_{11} , существенно увеличивается по сравнению с характерной для исходного состояния (рис. 3 a). При дальнейшем увеличении степени ИПДК-обработки общий вид дифрактограмм практически не изменяется (рис. 3 a). Однако стоит отметить, что при больших степенях ИПДК-обработки наблюдается дальнейшее увеличение ширины рефлексов и подавление интенсивности рефлексов, соответствующих фазе Mg_2Zn_{11} .

В случае проведения ИПДК-обработки при температуре 150 °C уже на ранних этапах наблюдается усиление интенсивности рефлексов фазы $MgZn_2$ (рис. 3 a). При этом рефлексы, соответствующие фазам Zn и Mg_2Zn_{11} , становятся более широкими по сравнению с таковыми, полученными после ИПДК при температуре 27 °C. При дальнейшем увеличении степени ИПДК-обработки наблюдается усиление интенсивности рефлексов, соответствующих фазам Zn и $MgZn_2$, и рост ширины их пиков.

Пример анализа дифрактограммы для состояния сплава после 1 оборота ИПДК продемонстрирован на рис. 3 b. В нем показаны теоретическая и экспериментальная дифрактограммы, разностная линия и линия фона, разностная электронная плотность для основной фазы (Zn), а также позиции рефлексов в виде пиковых диаграмм (рис. 3 b). Видно, что изменение разностного значения ($\rho_{\text{измеренная}} - \rho_{\text{расчитанная}}$) электронной плотности эксперимента и теории для основной фазы крайне незначительно и заключено в малом интервале отклонений (от -1,35 до +1,35 ед.) (рис. 3 b). При этом разностная линия также имеет небольшие отклонения (рис. 3 b). Эти факты свидетельствуют о высокой степени сходимости экспериментальных и расчетных кривых, и это повышает надежность полученных данных.

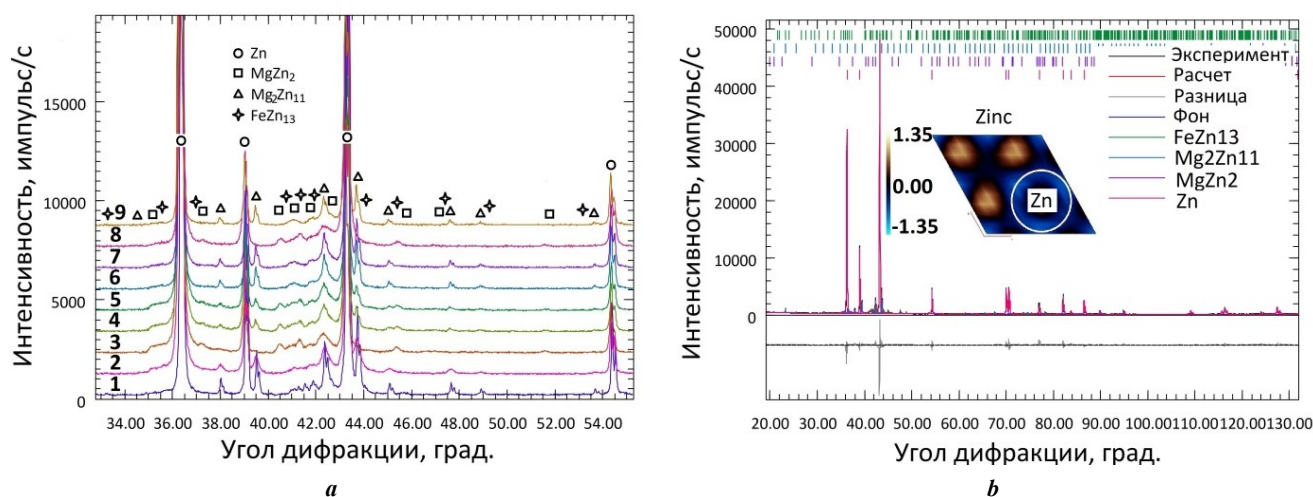


Рис. 3. Дифрактограммы сплава Zn-1%Mg-1%Fe: **a** – общий вид дифрактограмм: 1 – термическая обработка; 2 – ИПДК, 1 об., 27 °C; 3 – ИПДК, 1 об., 150 °C; 4 – ИПДК, 3 об., 27 °C; 5 – ИПДК, 3 об., 150 °C; 6 – ИПДК, 6 об., 27 °C; 7 – ИПДК, 6 об., 150 °C; 8 – ИПДК, 10 об., 27 °C; 9 – ИПДК, 10 об., 150 °C; **b** – пример обработанной методом Ритфельда дифрактограммы: ИПДК, 1 об., 27 °C

Fig. 3. X-Ray diffraction patterns of the Zn-1%Mg-1%Fe alloy: **a** – general view of diffraction patterns: 1 – heat treatment; 2 – HPT, 1 rev., 27 °C; 3 – HPT, 1 rev., 150 °C; 4 – HPT, 3 rev., 27 °C; 5 – HPT, 3 rev., 150 °C; 6 – HPT, 6 rev., 27 °C; 7 – HPT, 6 rev., 150 °C; 8 – HPT, 10 rev., 27 °C; 9 – HPT, 10 rev., 150 °C; **b** – an example of the diffraction pattern processed by the Rietveld method: HPT, 1 rev., 27 °C

Результаты количественного соотношения анализируемых фаз в зависимости от степени ИПДК-обработки, а также иные характеристики тонкой структуры основных фаз приведены на рис. 4. Данные количественного РФА показали, что применение ИПДК-обработки приводит, с одной стороны, к увеличению массовой доли фазы Zn в сплаве, а с другой – к подавлению содержания фаз Mg_2Zn_{11} и $FeZn_{13}$ (рис. 4 а). На основе анализа ширины и позиций рефлексов на дифрактограмме определили усредненный размер ОКР, среднюю плотность дислокаций, а также значения периода решетки основных фаз. Данные характеристики микроструктуры в зависимости от степени и температуры ИПДК-обработки приведены на рис. 4 б–д.

На рис. 5 показаны изменения кристаллографических ориентаций зерен в фазе Zn в зависимости от степени и температуры ИПДК-обработки. Для удобного и наглядного понимания эволюции процессов текстурообразования

преимущественные ориентации зерен на рис. 5 изображены в виде обратной полюсной фигуры (ОПФ) (0001), которая параллельна плоскости диска (образца). В исходном состоянии сплава зерна фазы Zn характеризуются наличием в них базисных $\{0001\}\langle 1000 \rangle$, пирамидальных $\{10\bar{1}1\}\langle 0\bar{1}10 \rangle$ и $\{21\bar{3}6\}\langle 1\bar{2}10 \rangle$, а также призматических $\{21\bar{3}0\}\langle 1\bar{2}10 \rangle$ и $\{31\bar{4}0\}\langle 1\bar{3}20 \rangle$ компонент текстуры (рис. 5). Кроме того, в некоторых зернах выявляются двойниковые компоненты $\{11\bar{2}2\}\langle uwtv \rangle$ сжатия (рис. 5). Анализ эволюции кристаллографической текстуры фазы Zn в ходе ИПДК показал, что процессы текстурообразования в зависимости от степени и температуры ее обработки имеют общности и различия. В частности, уже после 1 оборота ИПДК (27°C) характер распределения текстурных максимумов на ОПФ (0001) резко изменяется (рис. 5). При этом базисные $\{0001\}\langle 1000 \rangle$ текстурные компоненты усиливаются, а призматические $\{21\bar{3}0\}\langle 1\bar{2}10 \rangle / \{31\bar{4}0\}\langle 1\bar{3}20 \rangle$

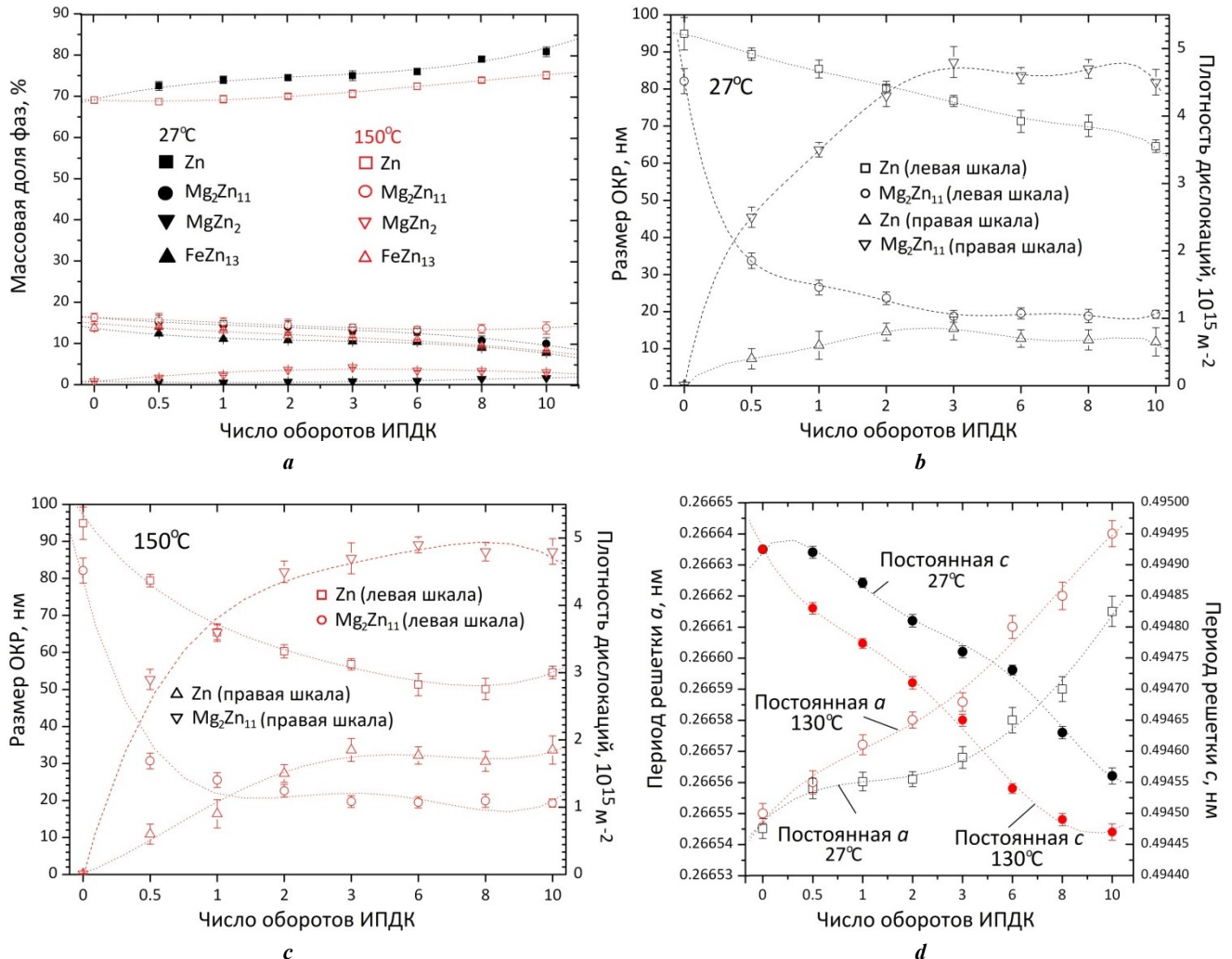


Рис. 4. Закономерности изменения параметров тонкой структуры в зависимости от числа оборотов ИПДК-обработки: **а** – массовой доли обнаруженных фаз; **б** – усредненного размера областей когерентного рассеяния (ОКР) и средней плотности дислокаций при 27°C ; **с** – усредненного размера ОКР и средней плотности дислокаций при 150°C ; **д** – периода решетки Zn
Fig. 4. Patterns of change in fine structure parameters depending on the number of revolutions of the HPT treatment: **a** – mass fraction of detected phases; **b** – average size of coherent scattering domains and average dislocation density at 27°C ; **c** – average size of coherent scattering domains and average dislocation density at 150°C ; **d** – lattice constant of Zn

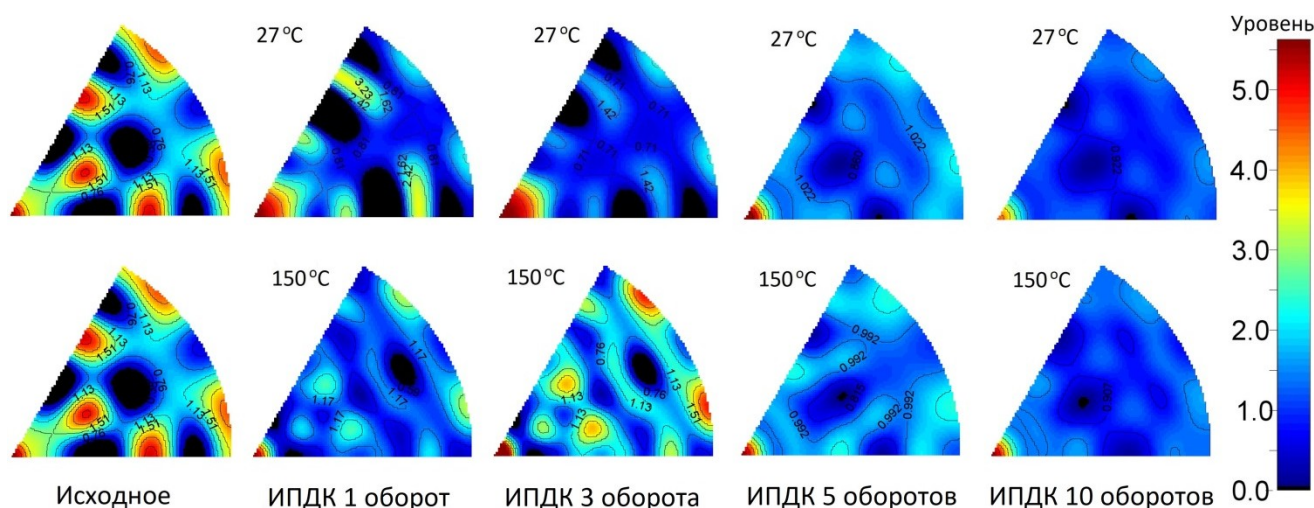


Рис. 5. Обратные полюсные фигуры (0001) для фазы Zn в исходном состоянии и в состояниях после ИПДК-обработки

Fig. 5. Inverse pole figures (0001) for the Zn phase in the initial state and after HPT treatment

и пирамидальные $\{21-36\}\langle 1-210\rangle$ ориентировки, наоборот, подавляются. В то же время формируются новые компоненты $\{11-21\}\langle 1-100\rangle$, $\{20-21\}\langle 0-110\rangle$ и $\{11-24\}\langle 1-100\rangle$ пирамидальных ориентаций зерен, а также компоненты $\{10-12\}\langle uvtv\rangle$ двойникования растяжения (рис. 5).

При увеличении числа оборотов до 3 выявленные после 1 оборота ИПДК пирамидальные, призматические и двойниковые компоненты текстуры подавляются, а полюсная плотность базисной компоненты усиливается (рис. 5). При больших оборотах ИПДК-обработки наблюдается дальнейшее подавление всех текстурных компонент в пользу базисной, которая становится главной компонентой текстуры (рис. 5).

При проведении ИПДК-обработки сплава при температуре 150 °C эволюция процессов текстурообразования в фазе Zn имеет свои особенности. Так, на начальном этапе (1 оборот) ИПДК-обработки по сравнению с таковым, реализованным при 27 °C, формируются дополнительные компоненты текстуры (рис. 5). В частности, на ОПФ видны новые компоненты, относящиеся к пирамидальным $\{21-34\}\langle 1-210\rangle$, $\{21-36\}\langle 1-210\rangle$ и $\{31-44\}\langle 1-320\rangle$ типам (рис. 5). Полюсные плотности дополнительных текстурных компонент усиливаются при увеличении числа оборотов ИПДК до 3 (рис. 5). В данном состоянии также наблюдается усиление базисных $\{0001\}\langle 1000\rangle$ и призматических $\{21-30\}\langle 1-210\rangle$ / $\{31-40\}\langle 1-320\rangle$ компонент текстуры (рис. 5). При больших степенях ИПДК-обработки наблюдается преобладание базисной $\{0001\}\langle 1000\rangle$ компоненты над всеми остальными составляющими кристаллографической текстуры (рис. 5).

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Проведенные исследования показали, что подвергнутый ИПДК-обработке Zn-1%Mg-1%Fe сплав демонстрирует повышенные прочностные характеристики наряду с достаточной пластичностью при его растяжении (таблица 1). Для выяснения причин повышения

прочности и пластичности данного сплава провели комплексные исследования его микроструктуры. Согласно проведенным исследованиям, исходный Zn-Mg-Fe сплав, подвергнутый термической обработке, состоит из фаз Zn, Mg_2Zn_{11} и $FeZn_{13}$. При этом в фазе Mg_2Zn_{11} выпадают частицы $MgZn_2$ цилиндрической формы (рис. 2 а). Ранее в ряде работ [25; 26] также было отмечено, что в фазе Mg_2Zn_{11} могут выпадать упрочняющие сплав частицы $MgZn_2$.

Проведенный анализ микроструктуры показал, что уже на ранних этапах ИПДК-обработки (0,5 оборота) в сплаве наблюдается отсутствие эвтектических структур, характерных для литого состояния. При этом формируется полосовая структура, состоящая из смеси фаз Zn, $FeZn_{13}$ и фазы Mg_2Zn_{11} , в которой выпадают частицы $MgZn_2$ (рис. 2 б). Частицы $MgZn_2$ внутри полос Mg_2Zn_{11} (более темные участки) выявляются в виде многочисленных светлых областей различной морфологии (рис. 2 б, во вставке). Согласно данным микроскопии, при увеличении степени и температуры ИПДК-обработки ширина полос, соответствующих фазам Zn, Mg_2Zn_{11} и $FeZn_{13}$, уменьшается. Кроме того, внутри полос каждой фазы наблюдается измельчение структурных составляющих. В частности, формирование равноосных зерен диаметром 230 нм в полосах Mg_2Zn_{11} продемонстрировано во вставке к рис. 2 с. Помимо измельчения структуры, при больших оборотах ИПДК-обработки в фазе Mg_2Zn_{11} выпадают упрочняющие сплав частицы Zn и $MgZn_2$ сферической морфологии (рис. 2 d, во вставке). При повышении температуры ИПДК (150 °C) процесс динамического деформационного старения реализуется полнее. Данный факт объясняется увеличением доли частиц $MgZn_2$ в фазе Mg_2Zn_{11} (рис. 4 а). В этой связи можно утверждать, что роль дисперсионного упрочнения сплава при повышении температуры проведения ИПДК существенно возрастает.

Полученные результаты микроскопии хорошо согласуются с данными РФА. В частности, методом количественного РФА установили, что в исходном (литом)

состоянии сплава содержание фаз Zn , Mg_2Zn_{11} , $FeZn_{13}$ и $MgZn_2$ равно 69,0; 17,3; 13,5 и 0,2 % соответственно (рис. 4 а). Согласно литературным данным [23; 24], смесь фаз Zn и Mg_2Zn_{11} находится в состоянии эвтектики, и этот факт согласуется с данными РЭМ-исследований. При этом наличие в микроструктуре фазы $FeZn_{13}$ также было выявлено в результате РЭМ-анализа, а следы интенсивного выпадения частиц $MgZn_2$ в фазе Mg_2Zn_{11} наблюдали после термической обработки сплава (рис. 2 а, 3 а).

В случае ИПДК-обработки даже небольшая деформация (0,5 оборота) приводит к изменениям в соотношении выявленных фаз. В частности, видно, что после 0,5 оборота ИПДК наблюдается закономерное понижение массовых долей Mg_2Zn_{11} и $FeZn_{13}$ (рис. 4 а). При этом массовая доля Zn монотонно растет (рис. 4 а). Увеличение степени деформации приводит к дальнейшему закономерному понижению содержания фаз Mg_2Zn_{11} и $FeZn_{13}$ (рис. 4 а). При больших степенях и повышении температуры ИПДК-обработки содержание фазы Zn , а также массовая доля $MgZn_2$ (выделений) существенно растут (рис. 4 а).

Как известно [18; 19; 27; 28], металлические материалы, подвергнутые ИПД, характеризуются измельчением зеренной структуры, повышенной плотностью внесенных дефектов, развитой кристаллографической текстурой и крайне неравновесным состоянием границ зерен. Проведенный РСА данных цинкового сплава свидетельствует о том, что изменения микроструктуры в каждой из основных фаз в процессе деформации методом ИПДК протекают различно. В частности, для фазы Mg_2Zn_{11} характерно резкое уменьшение размера ОКР (рис. 4 б), которое можно связать с измельчением зерен в результате ИПДК. Видно, что даже на начальных этапах ИПДК-обработки (до 1 оборота) средний размер ОКР фазы Mg_2Zn_{11} понижается до ~30 нм (рис. 4 б). При увеличении числа оборотов ИПДК до 3 наблюдается дальнейшее уменьшение среднего размера ОКР вплоть до ~20 нм. При больших степенях ИПДК средний размер ОКР в фазе Mg_2Zn_{11} практически не изменяется и остается в интервале 18...22 нм (рис. 4 б). Такая же закономерность в уменьшении размера ОКР в фазе Mg_2Zn_{11} наблюдается при повышении температуры ИПДК (рис. 4 с). С другой стороны, процесс измельчения элементов структуры в фазе Zn при ИПДК-обработке реализуется не так эффективно, как ожидалось (рис. 4 б). В частности, видно, что на ранних стадиях ИПДК (до 1 оборота) средний размер ОКР практически не изменяется (рис. 4 б). Только после достижения высоких степеней ИПДК-обработки (после 10 оборотов) усредненный размер ОКР в фазе Zn понижается до ~65 нм (рис. 4 б). Напротив, при повышении температуры ИПДК до 150 °С размер ОКР фазы Zn существенно уменьшается даже на начальных этапах деформации (рис. 4 с). При больших степенях ИПДК размер ОКР фазы Zn достигает насыщения и составляет ~50 нм.

Сравнительный анализ показал, что усредненные плотности внесенных дефектов в анализируемых фазах также изменяются немонотонно (рис. 4 б). В частности, в фазе Mg_2Zn_{11} после 3 оборотов ИПДК плотность дислокаций достигает максимального значения ($\sim 4,5 \cdot 10^{15} \text{ м}^{-2}$) и далее немного падает при увеличении числа оборотов (рис. 4 б). В фазе Zn согласно данным РСА наблюдается

аналогичная тенденция. Однако в ней по сравнению с фазой Mg_2Zn_{11} выявили относительно низкую плотность дислокаций, не превышающую значения $0,8 \cdot 10^{15} \text{ м}^{-2}$ (рис. 4 б). При больших степенях ИПДК-обработки в фазе Zn наблюдается понижение плотности дислокаций (рис. 4 б). При повышении температуры проведения ИПДК до 150 °С плотность дислокаций в фазе Zn существенно возрастает (рис. 4 с). При этом в фазе Mg_2Zn_{11} найденные значения плотности дислокаций сопоставимы с полученными после ИПДК 27 °С (рис. 4 с).

Интересными являются изменения значений периода решетки в фазе Zn в зависимости от степени ИПДК-обработки, которые приведены на рис. 4 d. В частности, в литом состоянии период решетки Zn вдоль ребра a гексагональной плотноупакованной (ГПУ) решетки равен 0,266549 нм, а вдоль ребра базиса c – 0,494952 нм (рис. 4 d). Найденные значения отличаются от табличных данных ($a=0,26648$ нм, $c=0,49467$ нм [29]), особенно в направлении базиса c ГПУ решетки. После 0,5 оборота ИПДК-обработки наблюдается постепенное увеличение периода решетки вдоль ребра a и уменьшение значения вдоль направления c ГПУ решетки (рис. 4 d). При дальнейшем увеличении числа оборотов и температуры ИПДК период решетки Zn вдоль ребра a продолжает расти, а вдоль грани c закономерно уменьшается. Данное изменение периода решетки Zn , скорее всего, связано с наличием в данной фазе примесных атомов Fe и Mg , которое подкрепляется данными РЭМ-анализа (рис. 1 d).

Как показали исследования, легирование Zn атомами Mg и Fe и проведение ИПДК-обработки позволило значительно повысить прочностные характеристики сплава с одновременным увеличением его пластичности (таблица 1), которые удовлетворяют требованиям для фиксации костей и стентов. Несмотря на низкий предел прочности (33 МПа) исходного сплава, его микротвердость (118 НВ) гораздо выше, чем у чистого цинка (41 НВ согласно [1]). Как показали РЭМ-исследования, в исходном сплаве имеются достаточно крупные фазы Mg_2Zn_{11} и $FeZn_{13}$ (рис. 1). При этом твердость фазы Mg_2Zn_{11} , согласно работе [30], равна ~300 НВ, а фазы $FeZn_{13}$ – 290 НВ [31]. В этой связи высокое значение микротвердости исходного сплава можно объяснить наличием в его структуре крупных фаз Mg_2Zn_{11} и $FeZn_{13}$. В результате ИПДК-обработки (например, после 1 оборота, 27 °С) прочность сплава возрастает до 289 МПа, однако величина микротвердости сплава в данном состоянии составляет не более 114 НВ (таблица 1). Исследования показали, что при ИПДК-обработке сплава происходит не только дробление фаз Mg_2Zn_{11} и $FeZn_{13}$ (рис. 2), но и понижение содержания этих фаз (рис. 4). При этом доля фазы Zn растет (рис. 4). Эти факты, по-видимому, ограничивают рост микротвердости сплава и объясняют наблюдаемое понижение его микротвердости в ходе ИПДК. В целом, формирование в цинковом сплаве полосовой структуры, состоящей из фаз Zn , $FeZn_{13}$ и Mg_2Zn_{11} , измельчение зерен в основных фазах и выпадение в них частиц оказались основными факторами, повышающими его механические свойства. Не менее важным фактором, определяющим уровень и анизотропию прочностных свойств исследуемого сплава, является его развитая кристаллографическая текстура.

Анализ кристаллографических текстур показал, что в исходном сплаве ориентации зерен фазы Zn относятся к базисным $\{0001\}\langle 1000 \rangle$, пирамидальным $\{10\text{--}11\}\langle 0\text{--}110 \rangle$ и $\{21\text{--}36\}\langle 1\text{--}210 \rangle$, а также призматическим $\{21\text{--}30\}\langle 1\text{--}210 \rangle$ и $\{31\text{--}40\}\langle 1\text{--}320 \rangle$ компонентам текстуры. В то же время имеются двойниковые компоненты $\{11\text{--}22\}\langle \text{uvw} \rangle$ сжатия (рис. 5). Однако при воздействии на сплав методом ИПДК-обработки существенно изменяется пространственная ориентация зерен фазы Zn в образце, на что указывает перераспределение текстурных максимумов на ОПФ (0001) (рис. 5). В частности, уже на ранних этапах ИПДК-обработки (после 1 оборота, 27 °С) наблюдается подавление призматических и пирамидальных компонент текстуры и усиление базисной ориентации зерен. При этом формируются нехарактерные для исходного состояния иные ориентировки пирамидального $\{11\text{--}21\}\langle 1\text{--}100 \rangle$, $\{20\text{--}21\}\langle 0\text{--}110 \rangle$ и $\{11\text{--}24\}\langle 1\text{--}100 \rangle$ типов, а также компоненты двойникования $\{10\text{--}12\}\langle \text{uvw} \rangle$ растяжения (рис. 5). При увеличении числа оборотов ИПДК до 3 повышается доля базисной $\{0001\}\langle 1000 \rangle$ компоненты, а все остальные выявленные ориентации зерен слегка подавляются. При больших степенях ИПДК наблюдается дальнейшее подавление всех компонент текстуры в пользу базисной, которая становится основной.

При повышении температуры проведения ИПДК-обработки (150 °С) процессы текстурообразования протекают идентично с преобладанием базисной $\{0001\}\langle 1000 \rangle$ компоненты текстуры (рис. 5). Однако на ранних этапах ИПДК при температуре 150 °С, помимо компонент, характерных для ИПДК при температуре 27 °С, формируются новые ориентации зерен в образце. При этом полусные плотности новых компонент текстуры усиливаются при увеличении числа оборотов ИПДК до 3 (рис. 5). В данном состоянии также усиливаются базисные $\{0001\}\langle 1000 \rangle$ и призматические $\{21\text{--}30\}\langle 1\text{--}210 \rangle$ / $\{31\text{--}40\}\langle 1\text{--}320 \rangle$ компоненты текстуры (рис. 5).

Как показали испытания на растяжение, в состоянии после 3 оборотов ИПДК 150 °С сплав демонстрирует самые высокие механические свойства (таблица 1). В данном состоянии зерна фазы Zn имеют помимо базисной еще и пирамидальные, призматические и двойниковые компоненты текстуры высокой плотности. Как известно [32; 33], величина критического скалывающего напряжения сдвига, определяющая начало работы тех или иных систем скольжения, для базисных систем минимальна, а для пирамидальных, призматических и двойниковых систем имеет наиболее высокие значения. В этой связи можно утверждать, что формирование пирамидальных, призматических и двойниковых компонент текстуры на начальных этапах ИПДК-обработки сплава способствует повышению его прочностных свойств, ведь для их работы требуются большие нагрузки. При больших степенях ИПДК главной ориентировкой становится базисная компонента, и для работы сплава, т.е. для реализации его пластической деформации, требуется меньшее воздействие. Формированием преимущественно базисной компоненты текстуры можно объяснить понижение прочностных свойств данного сплава при больших степенях ИПДК.

Проведенные методами РСА и микроскопии исследования показали, что в результате ИПДК в Zn–1%Mg–1%Fe сплаве формируется уникальная УМЗ структура,

состоящая из фаз Zn, Mg₂Zn₁₁ и FeZn₁₃, в которой выпадают частицы сферической морфологии. В ходе ИПДК также повышается плотность внесенных дефектов структуры и формируется развитая кристаллографическая текстура. Обнаруженные факты указывают на то, что в сплаве реализуются дисперсионный, зернограничный (по закону Холла – Петча) и дислокационный механизмы упрочнения. При этом устойчивость пирамидальных, призматических и двойниковых компонент текстуры при ИПДК-обработке определяют уровень и анизотропию прочностных свойств данного сплава. В целом, по сравнению с чистым Zn, оптимизированный методом ИПДК Zn–1%Mg–1%Fe сплав демонстрирует более высокие прочностные свойства (предел прочности, твердость) с достаточной пластичностью, и с такими характеристиками он может быть использован в качестве имплантатов для некоторых случаев применения [34].

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Для применения в медицине в качестве имплантатов получен новый сплав Zn–1%Mg–1%Fe с улучшенными механическими свойствами (предел прочности 415 МПа, пластичность 82 %) путем легирования и формирования в нем УМЗ структуры в результате ИПДК (3 оборота, 150 °С). Установлено, что в результате ИПДК в основных фазах (Zn и Mg₂Zn₁₁) происходит эффективное измельчение зеренной структуры, повышение плотности внесенных дефектов. На начальных этапах ИПДК в фазе Zn формируется развитая кристаллографическая текстура, состоящая из базисных, пирамидальных, призматических и двойниковых компонент текстуры. Стойкость пирамидальных, призматических и двойниковых компонент текстуры при ИПДК определяет уровень и анизотропию прочностных свойств данного сплава. Эффективное измельчение зерен в основных фазах и формирование УМЗ структуры, а также выпадение сферических частиц с высоким содержанием являются основными факторами, повышающими механические свойства данного сплава.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- García-Mintegui C., Córdoba L.C., Buxadera-Palomero J., Marquina A., Jiménez-Piqué E., Ginebra M.-P., Cortina J.L., Pegueroles M. Zn-Mg and Zn-Cu alloys for stenting applications: From nanoscale mechanical characterization to in vitro degradation and biocompatibility // *Bioactive Materials*. 2021. Vol. 6. № 12. P. 4430–4446. DOI: [10.1016/j.bioactmat.2021.04.015](https://doi.org/10.1016/j.bioactmat.2021.04.015).
- Yuan Wei, Xia Dandan, Wu Shuilin, Zheng Yufeng, Guan Zhenpeng, Rau J.V. A review on current research status of the surface modification of Zn-based biodegradable metals // *Bioactive Materials*. 2022. Vol. 7. P. 192–216. DOI: [10.1016/j.bioactmat.2021.05.018](https://doi.org/10.1016/j.bioactmat.2021.05.018).
- 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).

4. Huang Tian, Liu Zhilin, Wu Dachao, Yu Hailiang. Microstructure, mechanical properties, and biodegradation response of the grain-refined Zn alloys for potential medical materials // *Journal of materials research and technology*. 2021. Vol. 15. P. 226–240. DOI: [10.1016/j.jmrt.2021.08.024](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.08.024).
5. Young J., Reddy R.G. Synthesis, mechanical properties, and in vitro corrosion behavior of biodegradable Zn–Li–Cu alloys // *Journal of Alloys and Compounds*. 2020. Vol. 844. Article number 156257. DOI: [10.1016/j.jallcom.2020.156257](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.156257).
6. Zhuo Xiaoru, Wu Yuna, Ju Jia, Liu Huan, Jiang Jinghua, Hu Zhichao, Bai Jing, Xue Feng. Recent progress of novel biodegradable zinc alloys: from the perspective of strengthening and toughening // *Journal of Materials Research and Technology*. 2022. Vol. 17. P. 244–269. DOI: [10.1016/j.jmrt.2022.01.004](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.01.004).
7. Shao Xiaoxi, Wang Xiang, Xu Fangfang et al. In vivo biocompatibility and degradability of a Zn-Mg-Fe alloy osteosynthesis system // *Bioactive Materials*. 2021. Vol. 7. P. 154–166. DOI: [10.1016/j.bioactmat.2021.05.012](https://doi.org/10.1016/j.bioactmat.2021.05.012).
8. 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).
9. He Jin, Li Da-Wei, He Feng-Li et al. A study of degradation behaviour and biocompatibility of Zn-Fe alloy prepared by electrodeposition // *Materials Science and Engineering: C*. 2020. Vol. 117. Article number 111295. DOI: [10.1016/j.msec.2020.111295](https://doi.org/10.1016/j.msec.2020.111295).
10. Oliver A.A., Guillory R.J., Flom K.L., Morath L.M., Kolesar T.M., Mostaed E., Sikora-Jasinska M., Drelich J.W., Goldman J. Analysis of vascular inflammation against bioresorbable Zn-Ag based alloys // *ACS Applied Bio Materials*. 2020. Vol. 3. № 10. P. 6779–6789. DOI: [10.1021/acsabm.0c00740](https://doi.org/10.1021/acsabm.0c00740).
11. Kafri A., Ovadia S., Goldman J., Drelich J., Aghion E. The Suitability of Zn–1.3%Fe Alloy as a Biodegradable Implant Material // *Metals*. 2018. Vol. 8. № 3. Article number 153. DOI: [10.3390/met8030153](https://doi.org/10.3390/met8030153).
12. 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).
13. Liu Shiyang, Kent D., Doan Nghiem, Dargusch M., Wang Gui. Effects of deformation twinning on the mechanical properties of biodegradable Zn-Mg alloys // *Bioactive Materials*. 2019. Vol. 4. P. 8–16. DOI: [10.1016/j.bioactmat.2018.11.001](https://doi.org/10.1016/j.bioactmat.2018.11.001).
14. Galib R.H., Sharif A. Development of Zn-Mg alloys as a degradable biomaterial // *Advances in Alloys and Compounds*. 2015. Vol. 1. № 1. P. 1–7.
15. Vojtech D., Kubasek J., Serak J., Novak 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).
16. Li Huafang, Xie Xin-Hui, Zheng Yufeng et al. Development of biodegradable Zn-1X binary alloys with nutrient alloying elements Mg, Ca and Sr // *Scientific Reports*. 2015. Vol. 5. Article number 10719. DOI: [10.1038/srep10719](https://doi.org/10.1038/srep10719).
17. 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).
18. 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).
19. Ситдиков В.Д., Хафизова Э.Д., Поленок М.В. Микроструктура и свойства сплава Zn–1%Li–2%Mg, подвергнутого интенсивной пластической деформации // *Frontier Materials & Technologies*. 2023. № 2. С. 117–130. DOI: [10.18323/2782-4039-2023-2-64-7](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2023-2-64-7).
20. Luqman M., Ali Y., Zaghoul M.M.Y., Sheikh F.A., Chan V., Abdal-hay A. Grain Refinement Mechanism and its effect on Mechanical Properties and Biodegradation Behaviors of Zn Alloys – A Review // *Journal of Materials Research and Technology*. 2023. Vol. 24. P. 7338–7365. DOI: [10.1016/j.jmrt.2023.04.219](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.04.219).
21. Leoni M., Confente T., Scardi P. PM2K: A flexible program implementing Whole Powder Pattern Modelling // *Zeitschrift für Kristallographie, Supplement*. 2006. Vol. 1. № 23. P. 249–254.
22. Rietveld H.M. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures // *Journal of Applied Crystallography*. 1969. Vol. 2. № 2. P. 65–71. DOI: [10.1107/S0021889869006558](https://doi.org/10.1107/S0021889869006558).
23. Jiang Pingli, Blawert C., Zheludkevich M.L. The Corrosion Performance and Mechanical Properties of Mg-Zn Based Alloys – A Review // *Corrosion and Materials Degradation*. 2020. Vol. 1. № 1. P. 92–158. DOI: [10.3390/cmd1010007](https://doi.org/10.3390/cmd1010007).
24. Shi Zhang-Zhi, Gao Xi-Xian, Zhang Hai-Jun, Liu Xue-Feng, Li Hui-Yan, Zhou Chao, Yin Xu-Xia, Wang Lu-Ning. Design biodegradable Zn alloys: Second phases and their significant influences on alloy properties // *Bioactive Materials*. 2020. Vol. 5. № 2. P. 210–218. DOI: [10.1016/j.bioactmat.2020.02.010](https://doi.org/10.1016/j.bioactmat.2020.02.010).
25. Ye Lifeng, Huang He, Sun Chao et al. Effect of grain size and volume fraction of eutectic structure on mechanical properties and corrosion behavior of as-cast Zn-Mg binary alloys // *Journal of Materials Research and Technology*. 2021. Vol. 16. P. 1673–1685. DOI: [10.1016/j.jmrt.2021.12.101](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.12.101).
26. Huang He, Liu Huan, Wang Lisha, Yan Kai, Li Yuhua, Jiang Jinghua, Ma Aibin, Xue Feng, Bai Jing. Revealing the effect of minor Ca and Sr additions on microstructure evolution and mechanical properties of Zn-0.6 Mg alloy during multi-pass equal channel angular pressing // *Journal of Alloys and Compounds*. 2020. Vol. 844. Article number 155923. DOI: [10.1016/j.jallcom.2020.155923](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.155923).
27. Ситдиков В.Д., Кулясова О.Б., Ситдикова Г.Ф., Исламгалиев Р.К., Юфенг Ж. Структурно-фазовые превращения в Zn–Li–Mg сплаве, подвергнутом ин

- тенсивной пластической деформации кручением // *Frontier Materials & Technologies*. 2022. № 3-2. С. 44–55. DOI: [10.18323/2782-4039-2022-3-2-44-55](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2022-3-2-44-55).
28. Nazarov A.A. Nonequilibrium grain boundaries in bulk nanostructured metals and their recovery under the influences of heating and cyclic deformation. Review // *Letters on materials*. 2018. Vol. 8. № 3. P. 372–381. DOI: [10.22226/2410-3535-2018-3-372-381](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2018-3-372-381).
 29. Wyckoff R.W.G. Hexagonal closest packed, HCP, structure // *Crystal Structures*. New York: Interscience Publishers, 1963. Vol. 1. P. 7–83.
 30. Necas D., Marek I., Pinc J., Vojtech D., Kubásek J. Advanced Zinc–Magnesium Alloys Prepared by Mechanical Alloying and Spark Plasma Sintering // *Materials*. 2022. Vol. 15. № 15. Article number 5272. DOI: [10.3390/ma15155272](https://doi.org/10.3390/ma15155272).
 31. Han Kwangsik, Lee Inho, Ohnuma I., Okuda K., Kainuma R. Micro-Vickers Hardness of Intermetallic Compounds in the Zn-rich Portion of Zn–Fe Binary System // *ISIJ International*. 2018. Vol. 58. № 9. P. 1578–1583. DOI: [10.2355/isijinternational.ISIJINT-2018-111](https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2018-111).
 32. Liu Shiyang, Kent D., Zhan Hongyi, Doan Nghiem, Dargusch M., Wang Gui. Dynamic recrystallization of pure zinc during high strain-rate compression at ambient temperature // *Materials Science and Engineering: A*. 2020. Vol. 784. Article number 139325. DOI: [10.1016/j.msea.2020.139325](https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139325).
 33. Nguyen Pham, Abbès F., Lecomte J.S., Schuman C., Abbès B. Inverse Identification of Single-Crystal Plasticity Parameters of HCP Zinc from Nanoindentation Curves and Residual Topographies // *Nanomaterials (Basel)*. 2022. Vol. 12. № 3. Article number 300. DOI: [10.3390/nano12030300](https://doi.org/10.3390/nano12030300).
 34. Yang Hongtao, Qu Xinhua, Lin Wenjiao, Chen Dafu, Zhu Donghui, Dai Kerong, Zheng Yufeng. Enhanced osseointegration of Zn-Mg composites by tuning the release of Zn ions with sacrificial Mg rich anode design // *ACS Biomaterials Science & Engineering*. 2018. Vol. 5. № 2. P. 453–467. DOI: [10.1021/acsbiomaterials.8b01137](https://doi.org/10.1021/acsbiomaterials.8b01137).
- ## REFERENCES
1. García-Mintegui C., Córdoba L.C., Buxadera-Palomero J., Marquina A., Jiménez-Piqué E., Ginebra M.-P., Cortina J.L., Pegueroles M. Zn-Mg and Zn-Cu alloys for stenting applications: From nanoscale mechanical characterization to in vitro degradation and biocompatibility. *Bioactive Materials*, 2021, vol. 6, no. 12, pp. 4430–4446. DOI: [10.1016/j.bioactmat.2021.04.015](https://doi.org/10.1016/j.bioactmat.2021.04.015).
 2. Wei Yuan, Dandan Xia, Shuilin Wu, Yufeng Zheng, Zhenpeng Guan, Rau J.V. A review on current research status of the surface modification of Zn-based biodegradable metals. *Bioactive Materials*, 2022, vol. 7, pp. 192–216. DOI: [10.1016/j.bioactmat.2021.05.018](https://doi.org/10.1016/j.bioactmat.2021.05.018).
 3. 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).
 4. Huang Tian, Liu Zhilin, Wu Dachao, Yu Hailiang. Microstructure, mechanical properties, and biodegradation response of the grain-refined Zn alloys for potential medical materials. *Journal of materials research and technology*, 2021, vol. 15, pp. 226–240. DOI: [10.1016/j.jmrt.2021.08.024](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.08.024).
 5. Young J., Reddy R.G. Synthesis, mechanical properties, and in vitro corrosion behavior of biodegradable Zn–Li–Cu alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 2020, vol. 844, article number 156257. DOI: [10.1016/j.jallcom.2020.156257](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.156257).
 6. Zhuo Xiaoru, Wu Yuna, Ju Jia, Liu Huan, Jiang Jinghua, Hu Zhichao, Bai Jing, Xue Feng. Recent progress of novel biodegradable zinc alloys: from the perspective of strengthening and toughening. *Journal of Materials Research and Technology*, 2022, vol. 17, pp. 244–269. DOI: [10.1016/j.jmrt.2022.01.004](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.01.004).
 7. Shao Xiaoxi, Wang Xiang, Xu Fangfang et al. In vivo biocompatibility and degradability of a Zn-Mg-Fe alloy osteosynthesis system. *Bioactive Materials*, 2021, vol. 7, pp. 154–166. DOI: [10.1016/j.bioactmat.2021.05.012](https://doi.org/10.1016/j.bioactmat.2021.05.012).
 8. 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).
 9. He Jin, Li Da-Wei, He Feng-Li et al. A study of degradation behaviour and biocompatibility of Zn-Fe alloy prepared by electrodeposition. *Materials Science and Engineering: C*, 2020, vol. 117, article number 111295. DOI: [10.1016/j.msec.2020.111295](https://doi.org/10.1016/j.msec.2020.111295).
 10. Oliver A.A., Guillory R.J., Flom K.L., Morath L.M., Kolesar T.M., Mostaed E., Sikora-Jasinska M., Drelich J.W., Goldman J. Analysis of vascular inflammation against bioresorbable Zn-Ag based alloys. *ACS Applied Bio Materials*, 2020, vol. 3, no. 10, pp. 6779–6789. DOI: [10.1021/acsabm.0c00740](https://doi.org/10.1021/acsabm.0c00740).
 11. Kafri A., Ovadia S., Goldman J., Drelich J., Aghion E. The Suitability of Zn–1.3%Fe Alloy as a Biodegradable Implant Material. *Metals*, 2018, vol. 8, no. 3, article number 153. DOI: [10.3390/met8030153](https://doi.org/10.3390/met8030153).
 12. 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).
 13. Shiyang Liu, Kent D., Doan Nghiem, Dargusch M., Gui Wang. Effects of deformation twinning on the mechanical properties of biodegradable Zn-Mg alloys. *Bioactive Materials*, 2019, vol. 4, pp. 8–16. DOI: [10.1016/j.bioactmat.2018.11.001](https://doi.org/10.1016/j.bioactmat.2018.11.001).
 14. Galib R.H., Sharif A. Development of Zn-Mg alloys as a degradable biomaterial. *Advances in Alloys and Compounds*, 2015, vol. 1, no. 1, pp. 1–7.
 15. Vojtech D., Kubasek J., Serak J., Novak 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).

16. Li Huafang, Xie Xin-Hui, Zheng Yufeng et al. Development of biodegradable Zn-1X binary alloys with nutrient alloying elements Mg, Ca and Sr. *Scientific Reports*, 2015, vol. 5, article number 10719. DOI: [10.1038/srep10719](https://doi.org/10.1038/srep10719).
17. 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).
18. 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).
19. Sitdikov V.D., Khafizova E.D., Polenok M.V. Microstructure and properties of the Zn–1%Li–2%Mg alloy subjected to severe plastic deformation. *Frontier Materials & Technologies*, 2023, no. 2, pp. 117–130. DOI: [10.18323/2782-4039-2023-2-64-7](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2023-2-64-7).
20. Luqman M., Ali Y., Zaghoul M.M.Y., Sheikh F.A., Chan V., Abdal-hay A. Grain Refinement Mechanism and its effect on Mechanical Properties and Biodegradation Behaviors of Zn Alloys – A Review. *Journal of Materials Research and Technology*, 2023, vol. 24, pp. 7338–7365. DOI: [10.1016/j.jmrt.2023.04.219](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.04.219).
21. Leoni M., Confente T., Scardi P. PM2K: A flexible program implementing Whole Powder Pattern Modelling. *Zeitschrift für Kristallographie, Supplement*, 2006, vol. 1, no. 23, pp. 249–254.
22. Rietveld H.M. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. *Journal of Applied Crystallography*, 1969, vol. 2, no. 2, pp. 65–71. DOI: [10.1107/S0021889869006558](https://doi.org/10.1107/S0021889869006558).
23. Pingli Jiang, Blawert C., Zheludkevich M.L. The Corrosion Performance and Mechanical Properties of Mg-Zn Based Alloys – A Review. *Corrosion and Materials Degradation*, 2020, vol. 1, no. 1, pp. 92–158. DOI: [10.3390/cmd1010007](https://doi.org/10.3390/cmd1010007).
24. Shi Zhang-Zhi, Gao Xi-Xian, Zhang Hai-Jun, Liu Xue-Feng, Li Hui-Yan, Zhou Chao, Yin Xu-Xia, Wang Lu-Ning. Design biodegradable Zn alloys: Second phases and their significant influences on alloy properties. *Bioactive Materials*, 2020, vol. 5, no. 2, pp. 210–218. DOI: [10.1016/j.bioactmat.2020.02.010](https://doi.org/10.1016/j.bioactmat.2020.02.010).
25. Ye Lifeng, Huang He, Sun Chao et al. Effect of grain size and volume fraction of eutectic structure on mechanical properties and corrosion behavior of as-cast Zn-Mg binary alloys. *Journal of Materials Research and Technology*, 2021, vol. 16, pp. 1673–1685. DOI: [10.1016/j.jmrt.2021.12.101](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.12.101).
26. Huang He, Liu Huan, Wang Lisha, Yan Kai, Li Yuhua, Jiang Jinghua, Ma Aibin, Xue Feng, Bai Jing. Revealing the effect of minor Ca and Sr additions on microstructure evolution and mechanical properties of Zn-0.6 Mg alloy during multi-pass equal channel angular pressing. *Journal of Alloys and Compounds*, 2020, vol. 844, article number 155923. DOI: [10.1016/j.jallcom.2020.155923](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.155923).
27. Sitdikov V.D., Kulyasova O.B., Sitdikova G.F., Islamgaliev R.K., Yufeng Zheng. Structural-phase transformations in the Zn-Li-Mg alloy exposed to the severe plastic torsion deformation. *Frontier Materials & Technologies*, 2022, no. 3-2, pp. 44–55. DOI: [10.18323/2782-4039-2022-3-2-44-55](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2022-3-2-44-55).
28. Nazarov A.A. Nonequilibrium grain boundaries in bulk nanostructured metals and their recovery under the influences of heating and cyclic deformation. Review. *Letters on materials*, 2018, vol. 8, no. 3, pp. 372–381. DOI: [10.22226/2410-3535-2018-3-372-381](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2018-3-372-381).
29. Wyckoff R.W.G. Hexagonal closest packed, hcp, structure. *Crystal Structures*. New York, Interscience Publishers Publ., 1963. Vol. 1, pp. 7–83.
30. Necas D., Marek I., Pinc J., Vojtech D., Kubásek J. Advanced Zinc–Magnesium Alloys Prepared by Mechanical Alloying and Spark Plasma Sintering. *Materials*, 2022, vol. 15, no. 15, article number 5272. DOI: [10.3390/ma15155272](https://doi.org/10.3390/ma15155272).
31. Han Kwangsik, Lee Inho, Ohnuma I., Okuda K., Kainuma R. Micro-Vickers Hardness of Intermetallic Compounds in the Zn-rich Portion of Zn–Fe Binary System. *ISIJ International*, 2018, vol. 58, no. 9, pp. 1578–1583. DOI: [10.2355/isijinternational.ISIJINT-2018-111](https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2018-111).
32. Liu Shiyang, Kent D., Zhan Hongyi, Doan Nghiem, Dargusch M., Wang Gui. Dynamic recrystallization of pure zinc during high strain-rate compression at ambient temperature. *Materials Science and Engineering: A*, 2020, vol. 784, article number 139325. DOI: [10.1016/j.msea.2020.139325](https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139325).
33. Pham Nguyen, Abbès F., Lecomte J.S., Schuman C., Abbès B. Inverse Identification of Single-Crystal Plasticity Parameters of HCP Zinc from Nanoindentation Curves and Residual Topographies. *Nanomaterials (Basel)*, 2022, vol. 12, no. 3, article number 300. DOI: [10.3390/nano12030300](https://doi.org/10.3390/nano12030300).
34. Yang Hongtao, Qu Xinhua, Lin Wenjiao, Chen Dafu, Zhu Donghui, Dai Kerong, Zheng Yufeng. Enhanced osseointegration of Zn-Mg composites by tuning the release of Zn ions with sacrificial Mg rich anode design. *ACS Biomaterials Science & Engineering*, 2018, vol. 5, no. 2, pp. 453–467. DOI: [10.1021/acsbiomaterials.8b01137](https://doi.org/10.1021/acsbiomaterials.8b01137).

Microstructure, crystallographic texture and mechanical properties of the Zn–1%Mg–1%Fe alloy subjected to severe plastic deformation

© 2024

Vil D. Sitdikov^{1,2,4}, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics),
senior expert, senior researcher

Elvira D. Khafizova^{2,3,5}, PhD (Engineering),

assistant professor of Chair of Materials Science and Metal Physics,

senior researcher at the Research Laboratory “Metals and Alloys under Extreme Exposures”

Milena V. Polenok^{2,3,6}, graduate student of Chair of Materials Science and Physics of Metals,
research assistant at the Research Laboratory “Metals and Alloys under Extreme Exposures”

¹OOO RN-BashNIPIneft, Ufa (Russia)

²Institute of Physics of Molecules and Crystals of Ufa Federal Research Center of RAS, Ufa (Russia)

³Ufa University of Science and Technology, Ufa (Russia)

*E-mail: SitdikovVD@bnipi.rosneft.ru

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9948-1099>

⁵ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4618-412X>

⁶ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9774-1689>

Received 09.02.2024

Accepted 19.07.2024

Abstract: The paper covers the production, analysis of the microstructure, crystallographic texture and deformation mechanisms of the ultrafine-grained (UFG) Zn–1%Mg–1%Fe zinc alloy demonstrating unique physical and mechanical properties compared to its coarse-crystalline analogs. The zinc alloy with improved mechanical properties was developed in two stages. At the first stage, based on the analysis of literature data, an alloy with the following chemical composition was cast: Zn–1%Mg–1%Fe. Then, the alloy was subjected to high-pressure torsion (HPT) to improve mechanical properties due to grain structure refinement and implementation of dynamic strain aging. The conducted mechanical tensile tests of the samples and assessment of the alloy hardness showed that HPT treatment leads to an increase in its tensile strength to 415 MPa, an increase in hardness to 144 HV, and an increase in ductility to 82 %. The obtained mechanical characteristics demonstrate the suitability of using the developed alloy in medicine as some implants (stents) requiring high applied loads. To explain the reasons for the improvement of the mechanical properties of this alloy, the authors carried out comprehensive tests using microscopy and X-ray diffraction analysis. The microstructure analysis showed that during the formation of the ultrafine-grained structure, a phase transition is implemented according to the following scheme: $Zn_{\text{eutectic}} + Mg_2Zn_{1\text{eutectic}} + FeZn_{13} \rightarrow Zn_{\text{phase}} + Mg_2Zn_{1\text{phase}} + MgZn_{2\text{particles}} + Zn_{\text{particles}}$. It was found that as a result of high pressure torsion in the main phases (Zn, Mg_2Zn_{11}), the grain structure is refined, the density of introduced defects increases, and a developed crystallographic texture consisting of basic, pyramidal, prismatic, and twin texture components is formed. The study showed that the resistance of pyramidal, prismatic and twin texture components at the initial stages of high-pressure torsion determines the level and anisotropy of the strength properties of this alloy. The relationship between the discovered structural features of the produced alloy and its unique mechanical properties is discussed.

Keywords: Zn–1%Mg–1%Fe alloy; phase transformations in zinc alloy; severe plastic deformation; X-ray scattering methods; mechanical properties; strength; ductility; crystallographic texture.

Acknowledgements: The study was funded by the grant of the Russian Science Foundation No. 23-29-00667, <https://rscf.ru/project/23-29-00667>.

For citation: Sitdikov V.D., Khafizova E.D., Polenok M.V. Microstructure, crystallographic texture and mechanical properties of the Zn–1%Mg–1%Fe alloy subjected to severe plastic deformation. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 3, pp. 75–88. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-3-69-7.

Импульсная диффузионная сварка охватывающих соединений

© 2024

Стрижаков Евгений Львович, доктор технических наук, профессор,
ведущий научный сотрудник Центра научных компетенций
Нескоромный Станислав Валерьевич*¹, кандидат технических наук, доцент,
заведующий кафедрой «Машины и автоматизация сварочного производства»
Людмирский Юрий Георгиевич, доктор технических наук, профессор,
ведущий научный сотрудник Центра научных компетенций
Мордовцев Николай Алексеевич, магистрант

Донской государственной технической университет, Ростов-на-Дону (Россия)

*E-mail: nescoromniy@mail.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-0243-7241>

Поступила в редакцию 09.04.2024

Принята к публикации 16.08.2024

Аннотация: Особенностью эксплуатации электровакуумных приборов, в частности катодного узла, является постоянный нагрев за счет бомбардировки его поверхности электронами. Стабильные характеристики и стойкость катодного узла зависят от качественного соединения (сварки) поверхностей керна с эмиттером по всей площади нахлесточного сопряжения. Использование диффузионной сварки для соединения катодного узла из разнородных материалов не представляется возможным по причине возникновения непроваров из-за наличия зазоров в кольцевых секторах оснастки, а следовательно, снижения срока службы катодного узла. Авторами предложено реализовать процесс путем совмещения магнитно-импульсной сварки с диффузионной. Оригинальность работы заключается в возможности дистанционного воздействия на соединение через диэлектрический кварцевый стакан, который входит в состав технологической вакуумной камеры. Индукторная система находится снаружи кварцевого стакана, что позволяет осуществлять нагрев собранного узла без нагрева инструмента – индуктора из разнородных материалов – до температуры 700 °С и выше. Определены основные параметры процесса импульсной диффузионной сварки в вакууме: давление в рабочей камере $B=0,66 \cdot 10^{-2}$ Па ($5 \cdot 10^{-5}$ мм рт. ст.); температура предварительного разогрева $T=700-1250$ °С; энергия импульса магнитного поля $W=5-17$ кДж; рабочая частота разряда импульсов тока $f_p=5-15$ кГц; магнитное давление $P_m > 10^7$ Н/м². Таким образом были получены катодные узлы широкой номенклатуры сочетаний пар металлов с диаметром основания $d=20$ мм и длиной образца $L=40$ мм. Предложенная технология успешно реализована и внедрена на ОАО «Тантал». Экономический эффект заключается в снижении трудоемкости и получении соединений стабильного качества.

Ключевые слова: импульсная диффузионная сварка; сварка охватывающих соединений; магнитно-импульсная сварка; индуктор; магнитное давление; вводимая энергия; разнородные сплавы.

Благодарности: Авторы статьи выражают благодарность сотрудникам НИИ «Микротехника» и Донскому государственному техническому университету за содействие в выполнении научно-исследовательской и опытно-конструкторской работы.

Для цитирования: Стрижаков Е.Л., Нескоромный С.В., Людмирский Ю.Г., Мордовцев Н.А. Импульсная диффузионная сварка охватывающих соединений // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 3. С. 89–98. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-3-69-8.

ВВЕДЕНИЕ

В производстве электровакуумных приборов (ЭВП) широкое применение находят эмиттерные материалы на основе сплавов платины–бария, палладия–бария, иридия–лантана и др. Соединение эмиттера с керном катода является типичной охватывающей конструкцией. Эмиттер должен свариваться с поверхностью керна в твердой фазе без перемешивания материалов. Типичные представители катодных узлов приведены на рис. 1. Особенностью работы катодного узла является его постоянный нагрев за счет бомбардировки его поверхности электронами. Для стабильного обеспечения эксплуатационных свойств и стойкости приборов необходимо обеспечивать высокое качество сварки поверхностей керна с эмиттером по всей площади нахлесточного сопряжения.

Применение классической диффузионной сварки в защитной среде со статической нагрузкой обеспечивает получение качественных соединений, что гарантирует

необходимый срок эксплуатации узлов. Более детально в работе [1] показаны примеры и параметры режимов диффузионной сварки металлов в однородном и разнородном сочетаниях. Кроме того, замена заводской технологии лазерной сварки на диффузионную позволяет повысить производительность технологии сварки до 75 % [1].

Несмотря на весомые преимущества диффузионной сварки, при нарушении ее технологии или отсутствии длительной апробации полученных соединений при различных условиях нагружения (термических, термомеханических) в процессе изготовления возникают дефекты типа непроваров, а в процессе эксплуатации – трещины, что недопустимо в ЭВП. Взаимосвязь дефектов и причин их возникновения, что необходимо учитывать при разработке технологии, применительно к конструкции свариваемых деталей описана в работе [2].

Для расширения возможностей диффузионной сварки и получения бездефектных сварных соединений

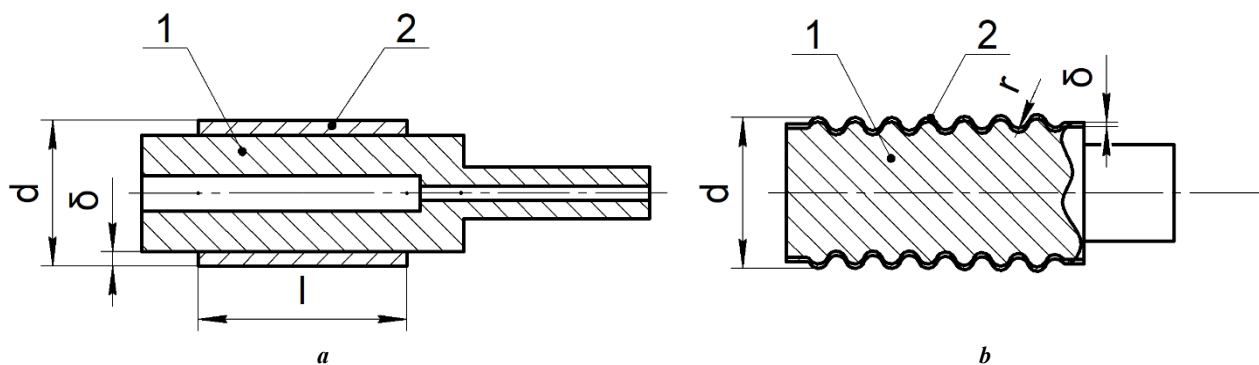


Рис. 1. Конструкция катодных узлов:

a – сварка по цилиндрической поверхности; **b** – сварка по развитой поверхности.

1 – керн; 2 – эмиттер; d – диаметр узла; δ , l – толщина и ширина эмиттера; r – кривизна поверхности

Fig. 1. Design of cathode assemblies:

a – welding on a cylindrical surface; **b** – welding on a developed surface.

1 – core; 2 – emitter; d – assembly diameter; δ , l – emitter thickness and width; r – surface curvature

возможны варианты использования промежуточных слоев, которые имеют достаточное сродство к паре трудносвариваемых между собой металлов. Доказано, что применение промежуточных слоев позволяет снизить температуру реализации процесса диффузионной сварки до 350–750 °С при сварке АРМКО-железа со сплавом никеля высокой чистоты [3].

Авторы работы [4] использовали промежуточный слой Ni для снижения вероятности образования интерметаллических соединений и получения твердых растворов Mo–Ni и Cu–Ni при диффузионной сварке Mo–Cu. В статье [5] показано, что использование промежуточного слоя Zn облегчает установление прочной связи между Al и Cu в течение короткого периода времени и низкой температуры процесса между Zn, Cu и Al. При использовании в качестве промежуточной составляющей Ag [6] и повышении температуры процесса до 700 °С выявлены образования интерметаллических соединений Ag–Ti и твердого раствора Ag вместо интерметаллических соединений Cu–Ti в сварном соединении. Применение в качестве промежуточного слоя сплава CoCrFeMnNi при диффузионной сварке Cu–Ti или 0Cr18Ni9 позволяет снизить хрупкость соединений Cu/Ti из-за образования твердых растворов при температуре процесса 800 °С [7; 8].

При отсутствии промежуточных материалов диффузионную сварку Cu и Ti осуществляли при температурах 800–900 °С. Прочность соединений на сдвиг составила около 28 МПа. Был обнаружен ряд хрупких интерметаллических соединений, таких как β -Cu₄Ti, Cu₂Ti, Cu₃Ti, образующихся на границе соединения [9].

Реализуя процесс диффузионной сварки при высоких температурах, были выявлены значительные термические напряжения в соединении, увеличен размер зерен сварного шва, околошовной зоны и основного металла [10]. Авторы [10] отмечают, что с повышением температуры повышается диффузионная составляющая процесса. Так, диффузионные процессы были выявлены при изучении фазово-структурных составляющих при температуре 830 °С, давлении 15 МПа, и даже при 550–580 °С и давлении 30–40 МПа.

В результате исследований диффузионной сварки разнородных металлов выявлено, что ее необходимо осуществлять при минимально возможных температурах плавления и малой длительности процесса. Промежуточный металл должен иметь наименьшую температуру плавления по отношению к свариваемым деталям и иметь наибольшее сродство по кристаллическому строению [11].

Автором работы [12] представлены результаты исследований возможности получения биметаллических соединений сплава АМц с коваром (сплав 29НК) и никелем (сплав НП2) методом диффузионной сварки в вакууме с последующим изготовлением деталей из них. Изделия представляли собой полые цилиндрические заготовки из сплава АМц, в которые запрессовывали с приложением усилия 7000 Н при температуре 610 °С сплав 29НК или НП2 в виде цилиндрической заготовки сплошного сечения. Анализ полученных соединений при данных режимах сварки показал равномерное распределение элементов по толщине переходного слоя (шириной до 30 мкм) и взаимную диффузию, достигаемую при заданной температуре и усилии сварки. Интерметаллиды обнаружены не были.

Анализ литературных источников показал, что все сварные соединения были получены при первоначальном параллельном расположении свариваемых поверхностей друг относительно друга. Расположение свариваемых поверхностей при диффузионной сварке под углом не осуществлялось [13]. Несмотря на широкую номенклатуру полученных исследователями неразъемных соединений диффузионной сваркой, в литературных данных не выявлено информации по получению соединений из сплава МН40А с платиной, стали 12Х18Н10Т, молибдена МЧВП или сплава НВ7 со сплавом РfВа.

В Донском государственном техническом университете (ДГТУ) совместно с НИИ «Микротехника» разработан ряд процессов магнитно-импульсной сварки (МИС), позволяющих отказаться от косоугольного соударения и осуществлять очистку соединяемых поверхностей за счет электроэрозии или вакуумно-термической обработки. Авторы статьи предлагают осуществлять диффузионную сварку за счет импульсных магнитных полей,

которые обеспечивают радиальное давление на свариваемый узел по схеме «на обжим» [13].

Как и при классической диффузионной сварке, в настоящей работе предложено осуществлять разогрев собранного под сварку узла в вакууме, что приводит к снижению сопротивления материалов, деформированию и ускорению релаксации напряжений в зоне соединения, способствует очистке соединяемых поверхностей от адсорбированных включений и других загрязнений.

В основу разработки оснастки были взяты аналогичные узлы из разнородных соединений при магнитно-импульсной сборке, диффузионной сварке [14–16]. Оснастка для сварки облицовочных эмиссионных покрытий на цилиндрических поверхностях кернов приведена на рис. 2. Конструкция позволяет осуществлять прижатие свариваемых элементов во время сварки за счет разности температурных коэффициентов линейного расширения (ТКЛР) входящих в нее деталей. Корпусной элемент, как правило, изготавливают из молибдена, кобальта или материалов, имеющих низкий ТКЛР, а кольцевые секторы оснастки изготавливают из стали 12Х18Н10Т с высоким ТКЛР.

Из-за наличия зазоров в кольцевых секторах оснастки при диффузионной сварке эмиттера с керном возникают дефекты типа непроваров. При длительном изотермическом воздействии на обрабатываемый узел в зоне сопряжения свариваемых поверхностей зачастую возникают интерметаллидные фазы.

Для получения соединений разнородных материалов с сохранением организованной структуры широко используются импульсные методы сварки. Механизм очистки свариваемых поверхностей реализуется за счет косоугольного соударения элементов, происходит очистка сопрягаемых поверхностей кумулятивной струей и последующая совместная деформация материалов и, как следствие, соединение в твердой фазе по аналогии со сваркой взрывом. Принцип косоугольного соударения используется и в классической МИС. Меняется энергоно-

ситель: взамен действия взрывчатого вещества используется пандеромоторная сила – магнитное давление, что позволяет использовать технологию МИС для сварки малогабаритных узлов в цеховых условиях с повышенными требованиями к гигиене процесса [17; 18].

Для МИС в зависимости от конструкции собранных деталей под сварку разработаны и исследованы различные виды индукторных систем, которые характеризуются индуктивным сопротивлением, магнитной индукцией в рабочей зоне, стойкостью при эксплуатации [13–15; 19–21].

Цель работы – исследование процесса импульсной сварки в контролируемой среде, позволяющей сократить длительность получения соединения в твердой фазе из разнородных материалов.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

В электровакуумных приборах используются катодные узлы диаметром $d=(5-100)\cdot 10^{-3}$ м. Для осуществления импульсной диффузионной сварки (ИДС) в вакууме процесс производится с использованием медных оболочек – спутников [22]. Толщину стенки медных втулок подбирали таким образом, чтобы глубина проникновения магнитного поля H через материал спутника – деформируемой втулки не превышала толщину его стенки. Для получения соединений из тугоплавких материалов материал спутника был заменен на никель или молибден с толщиной стенки $t_{сп}=0,2\cdot 10^{-3}$ м. При сварке по развитым поверхностям разогретый спутник ведет себя как эластичный пуансон.

Предлагаемая схема реализации ИДС приведена на рис. 3. Процесс осуществляется следующим образом. Керн (1) с облицовкой (2), нагревательным элементом (3) и спутником (4) устанавливают в вакуумной камере и размещают в рабочей зоне магнитно-импульсного инструмента – индуктора (6). Осуществляется разрежение воздуха в вакуумной камере до давления $0,66\cdot 10^{-2}$ Па. Нагревательный элемент повышает температуру узла

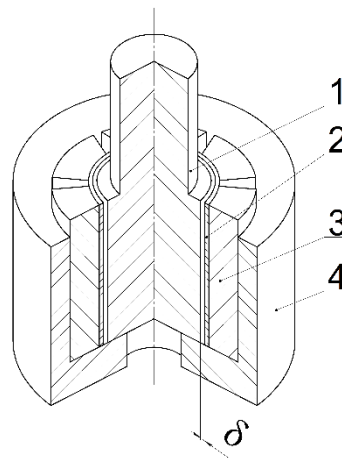


Рис. 2. Оснастка для диффузионной сварки катодного узла в сборе:

1 – керн; 2 – эмиттер; 3 – кольцевые секторы оснастки; 4 – корпусной элемент; δ – предварительный зазор

Fig. 2. Equipment for diffusion welding of a cathode assembly:

1 – core; 2 – emitter; 3 – ring sectors of the equipment; 4 – casing element; δ – preliminary gap

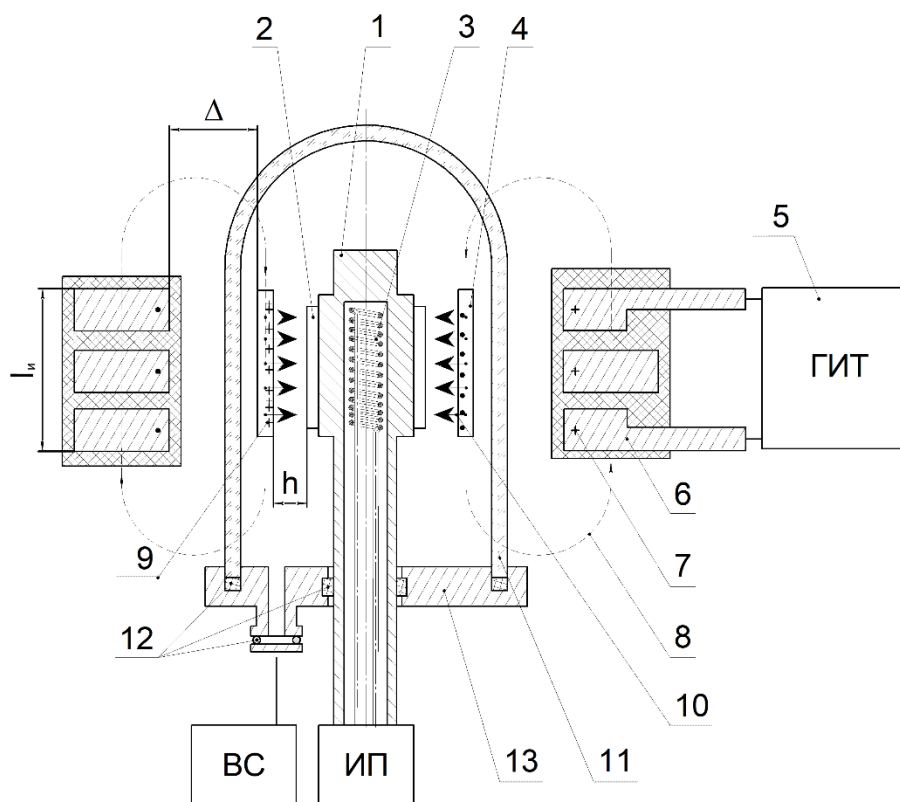


Рис. 3. Схема устройства импульсной диффузионной сварки в вакууме:

- 1 – основание (кern); 2 – облицовка (эмиттер); 3 – нагревательный элемент;
 4 – спутник; 5 – генератор импульсных токов ГИТ; 6 – индуктор; 7 – ток разряда (I_p); 8 – магнитный поток (H);
 9 – индуцированный ток (I_w); 10 – сила магнитного взаимодействия (P_M); 11 – диэлектрический стакан;
 12 – вакуумный уплотнитель; 13 – основание вакуумной камеры;
 ИП – источник питания; ВС – вакуумная система; h – зазор между эмиттером и спутником;
 Δ – зазор между индуктором и спутником; l_w – длина рабочей зоны индуктора

Fig. 3. Structure diagram of a device for pulse diffusion welding in a vacuum:

- 1 – base (core); 2 – lining (emitter); 3 – heating element;
 4 – satellite; 5 – pulse current generator ГИТ; 6 – inductor; 7 – discharge current (I_p); 8 – magnetic flow (H);
 9 – induced current (I_w); 10 – magnetic interaction force (P_M); 11 – dielectric cup;
 12 – vacuum seal; 13 – vacuum chamber base;
 ИП – power source; ВС – vacuum system; h – gap between the emitter and the satellite;
 Δ – gap between the inductor and the satellite; l_w – length of the inductor working zone

до 700–1250 °С. Генератор импульсных токов (5) разряжается на индуктор (6), обуславливая протекание тока разряда I_p (7) по индуктору. При этом магнитный поток H (8) наводит индуцированные токи в спутнике I_w (9). Возникает сила магнитного взаимодействия P_M (10). Спутник (4) деформируется (сжимается), осуществляется сварка облицовки (2) и керна (1) в твердой фазе. Длительность процесса при изотермической выдержке не превышает 100–200 мкс. При расчете характеристик процесса постоянными были приняты следующие параметры: число витков индуктора $n=6$, диаметр индуктора $D_w=30 \cdot 10^{-3}$ м, длина рабочей зоны индуктора $l_w=45 \cdot 10^{-3}$ м, емкость накопителя установки $C=1500 \cdot 10^{-6}$ Ф, напряжение на накопителе $U_w=5 \cdot 10^3$ В.

Были определены оптимальные параметры процесса ИДС в соответствии с условиями получения качественных сварных соединений, приведенных в литературе [23]. Первое и второе условия – это временные параметры процесса: реализация МИС должна быть завер-

шена за $\frac{1}{2}$ периода разряда тока, включая время оплавления контактов, электровзрывной очистки, формообразования и сварки. Третье условие гласит, что значения плотности индуцированного тока для сварки каждого материала необходимо обеспечить в диапазоне $I_{\min}-I_{\max}$. Четвертое условие описывает временные соотношения твердофазного взаимодействия: длительность существования контактных напряжений в зоне соединения должна быть больше времени деформационной активации контактной поверхности и времени релаксации (релаксационных характеристик обрабатываемого материала и температуры в зоне взаимодействия). Пятое условие состоит в определении удельного импульса первой полуволны магнитного давления с учетом параметров инструмента – индуктора, рабочего напряжения и индуктивности генератора импульсных токов (ГИТ), значение которой позволит определить величину относительной деформации ϵ для нивелирования исходного зазора между индуктором и стенкой

спутника. Представленные ограничения на рабочую частоту процесса позволяют определиться с частотными характеристиками магнитно-импульсного оборудования с учетом малого проникновения магнитного потока в зазор между индуктором и спутником для обеспечения очистки свариваемых поверхностей – это шестое условие качественной обработки.

Обработка режимов диффузионной сварки производилась на установке магнитно-импульсной обработки «Импульс – БМ», изготовленной в НИИТОП (Ростов-на-Дону, Россия), в контролируемых средах [24]. На этом же оборудовании реализована технология прессования, спекания и приварки облицовочных покрытий из порошковых композиций.

Качество полученных сварных соединений импульсной диффузионной сварки определялось по результатам испытаний: проверки на герметичность гелиевым течеискателем ТИ1-50 (Россия), ГОСТ 3242-79, механического испытания на срез на машине УММ-10 (Россия), ГОСТ 6996-66, металлографического анализа полученных соединений с использованием микротвердомера ПМТ-3 (Россия), ГОСТ 9450-76, многократного циклического нагрева в вакууме электронной бомбардировкой и десятикратным разогревом до температуры 1000 °С с выдержкой в течение 1 ч и постепенным охлаждением. Время разогрева и охлаждения не превышало 1 ч, что должно обеспечивать степень разрежения при испытании не ниже $0,66 \cdot 10^{-2}$ Па.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Из зависимостей прочности сварного соединения на срез τ от температуры процесса T для двух значений вводимой энергии 10 и 12 кДж видно, что с увеличением вводимой энергии прочность на срез возрастает (рис. 4). В то же время с увеличением температуры процесса прочностные показатели также повышаются. Наибольшие прочностные показатели образцов выявлены в диапазоне температур 500–1000 °С.

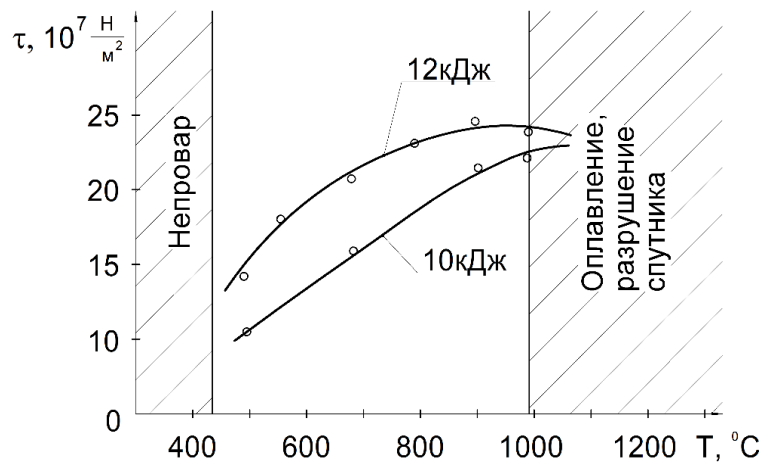


Рис. 4. Зависимость прочности соединения на срез τ соединения Pt + МЧВП (молибден) от температуры предварительного разогрева T и энергии импульса W
 Fig. 4. Dependence of shear strength τ of the Pt + MPVF joint on the preheating temperature T and pulse energy W

В таблице 1 представлены результаты испытаний на герметичность и механическую прочность соединений меди М06 с Pt, полученных при различной степени разрежения (давлении). Из полученных данных следует, что с увеличением степени разрежения $1 \cdot 10^{-3}$ до $5 \cdot 10^{-4}$ Па улучшается качество сварных соединений за счет очистки зоны соединения от загрязнений, твердофазное взаимодействие происходит по всей площади соударения свариваемых поверхностей с четкой границей зоны соединения.

Приведенные расчетные зависимости зависимости индуктивности $L_{и-з}$ и активного сопротивления $R_{и-з}$ системы «индуктор – заготовка», рабочей частоты f_p , силы магнитного взаимодействия P_m , удельного импульса первой полуволны магнитного давления J_m , наработки на отказ индуктора $N_{и}$ от зазора между индуктором и медным спутником Δ проиллюстрированы на рис. 5. Величина зазора Δ зависит от точности изготовления самого спутника. Воздушный зазор необходим для возможности очистки от загрязнений, оксидных пленок при радиальном воздействии пондеромоторными силами, возникающими при взаимодействии магнитного потока индуктора с индуцированными токами в стенке спутника. Полученные зависимости качества сварных соединений условно разбиты на 4 зоны: 1) зазор $(0-2,1) \cdot 10^3$ м – конструктивно собрать узел в индукторе не представляется возможным; 2) зазор $(2,2-3,5) \cdot 10^3$ м характеризуется низкими эксплуатационными характеристиками и ресурсом работы катодного узла; 3) исходный зазор $(3,6-6,1) \cdot 10^3$ м позволяет получить качественные сварные соединения, характеризующиеся долговечностью эксплуатации; 4) зазор более $6,1 \cdot 10^3$ м – эффективность магнитно-импульсного воздействия снижается, в сварных соединениях возможны дефекты типа непроваров.

В случае удовлетворения условиям качественной обработки материалов [23] ИДС позволила получить неразъемные соединения следующих металлов и сплавов, применяемых при производстве изделий электронной техники. Материал основания: сплав М06, Ni,

Таблица 1. Результаты испытаний на герметичность, механическую прочность соединений меди М0б с Pt, полученных при различной степени разрежения (давлении) в технологической камере
Table 1. Results of tests for tightness, mechanical strength of joints of M0b copper with Pt obtained at different degrees of vacuum (pressure) in the process chamber

№ п/п	Давление, Па	Результаты металлографического анализа после термодисспытаний	Прочность на срез, τ Н/м ² ·10 ⁷	Натекание, м ³ ·Па/с
1	1·10	Вспучивание	5,0	1·10 ⁻⁴
2	5·10 ⁻¹	Вспучивание	7,5	1·10 ⁻⁴
3	5·10 ⁻²	Карманы и расслоения	11,5	4·10 ⁻⁶
4	1·10 ⁻²	Дискретный непровар	13,5	1·10 ⁻⁷
5	5·10 ⁻³	Карманов и расслоений нет	14,5	5·10 ⁻¹³
6	1·10 ⁻³	Карманов и расслоений нет, четкая граница соединения	15,0	5·10 ⁻¹⁴
7	5·10 ⁻⁴	Карманов и расслоений нет, четкая граница соединения	15,0	1·10 ⁻¹⁵

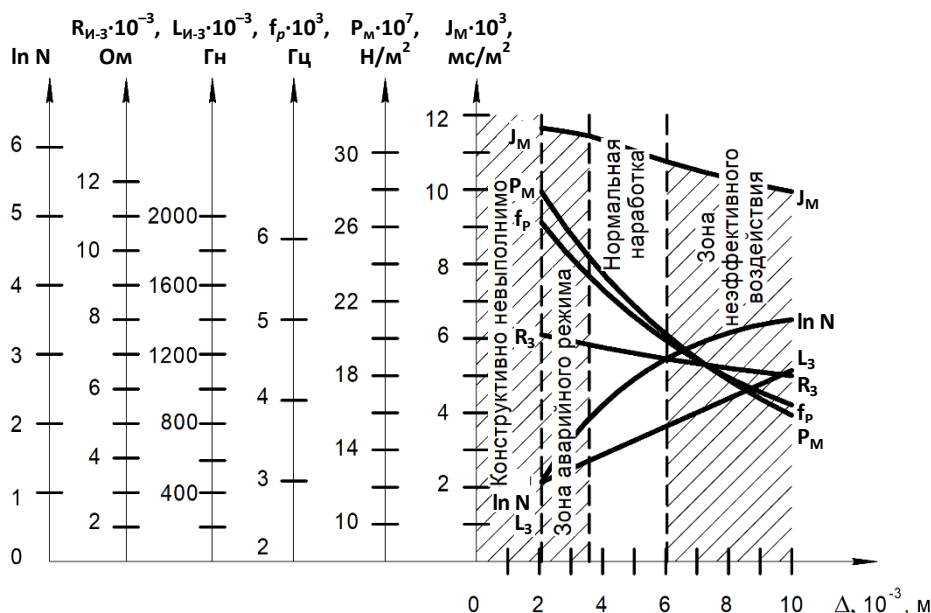


Рис. 5. Расчетные зависимости: Δ индуктивности $L_{и-з}$ и активного сопротивления $R_{и-з}$ системы «индуктор – заготовка», рабочей частоты f_p , силы магнитного взаимодействия P_M , удельного импульса первой полуволны магнитного давления J_M и наработки на отказ индуктора N_u от зазора между индуктором и спутником Δ

Fig. 5. Calculated dependencies: Δ of the inductance $L_{и-з}$ and active resistance $R_{и-з}$ of the inductor-blank system, the operating frequency f_p , the magnetic interaction force P_M , the specific impulse of the first half-wave of magnetic pressure J_M and the mean time between failures of the inductor N_u on the gap between the inductor and the satellite Δ

сталь 12X18H10T, сплав МН40А, сплав 29НК, молибден МЧВП, сплав НВ7. Материал облицовок: Al–Ba, Ni, Pt, Pt–Ba, Ir–La. Геометрические размеры соединений: диаметр основания $d=20$ мм, длина образца $L=40$ мм. На рис. 6 представлены полученные ИДС узлы, состоящие из молибденового керна (поз. 1) с Pt–Ba эмиттерами (поз. 2).

Расчетным путем [23] были определены и экспериментально подтверждены оптимальные параметры

процессов ИДС следующих катодов сверхвысокочастотных электровакуумных приборов.

1. Основание – сплав МН40А, диаметр 12 мм; облицовка: эмиттер – Pt, толщина 0,1 мм, длина 20 мм. Режим ИДС: рабочая температура $T=700$ °С, вводимая энергия $W=6$ кДж, магнитное давление $P_M=10,2 \cdot 10^7$ Н/м².

2. Основание: керна – высоколегированная сталь 12X18H10T, диаметр 12 мм; облицовка: эмиттер – сплав PtBa, толщина стенки 0,2 мм, длина 20 мм. Режим ИДС:

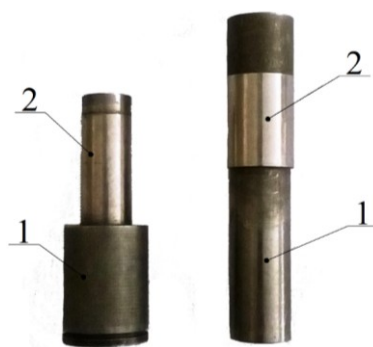


Рис. 6. Катодные узлы, полученные ИДС:
молибденовый kern (1) с эмиттером Pt–Ba (2)
Fig. 6. Cathode assemblies produced by pulse diffusion welding:
molybdenum core (1) with Pt–Ba emitter (2)

рабочая температура $T=700\text{ }^{\circ}\text{C}$, вводимая энергия $W=8,67\text{ кДж}$, магнитное давление $P_m=12,0\cdot 10^7\text{ Н/м}^2$.

3. Основание: kern – молибден МЧВП, диаметр 17 мм; облицовка: эмиттер – сплав PtBa, толщина $0,1\cdot 10^{-3}\text{ мм}$, длина 30 мм. Режим ИДС: рабочая температура $T=900\text{ }^{\circ}\text{C}$, вводимая энергия $W=10,26\text{ кДж}$, магнитное давление $P_m=14,22\cdot 10^7\text{ Н/м}^2$.

4. Основание: kern – сплав НВ7, диаметр 18 мм; облицовка: эмиттер – сплав PtBa, толщина 0,15 мм, длина 40 мм. Режим ИДС: рабочая температура $T=1000\text{ }^{\circ}\text{C}$, вводимая энергия $W=13,23\text{ кДж}$, магнитное давление $P_m=18,33\cdot 10^7\text{ Н/м}^2$.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Проанализированные результаты использования диффузионной сварки для соединения разнородных пар металлов показали, что разнообразие их невелико: Al–Cu, Cu–Ti, AMц–29НК. Как правило, для снижения вероятности возникновения интерметаллидных соединений применяют промежуточный металл, который имеет хорошую адгезию к свариваемым металлам и низкую температуру плавления. Результатов исследований соединений выполненных диффузионной сваркой пар металлов МН40А + Pt, сталь 12Х18Н10Т + PtBa, МЧВП + PtBa, НВ7 + PtBa в литературе найдено не было.

Исследования показали, что при температурах выше $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ при диффузионной сварке образуются интерметаллидные соединения. При температурах $350\text{--}700\text{ }^{\circ}\text{C}$ зачастую появляются твердые растворы свариваемых металлов с промежуточным [17–21]. Предлагаемая авторами схема процесса реализуется в диапазоне температур $700\text{--}1250\text{ }^{\circ}\text{C}$, что должно инициировать возникновение интерметаллидных фаз, но за счет малой длительности процесса магнитно-импульсного воздействия в $100\text{--}200\text{ мкс}$ их наличие в структуре не обнаружено.

Магнитно-импульсная сварка в основном применяется для получения разнородных соединений с высокой электро- и теплопроводностью, как правило Al+Cu. Очистку при МИС реализуют за счет кумулятивной струи, которая возникает при косом соударении металлов. При МИС охватывающих конструкций кумулятивную струю получают за счет конусной формы одной из свариваемых деталей. Разработанные конструкции ин-

дукторных систем позволяют сконцентрировать пondeмоторные силы в зоне магнитно-импульсного воздействия с величиной магнитной индукции до 100 Тл [13–15; 17–21]. Однако использование составных индукторов имеет существенный недостаток – наличие неравномерного магнитного поля в местах сопряжения составных элементов сектора индуктора, что снижает качество сварного соединения. Используемые авторами статьи витые индукторы имеют меньший ресурс работы в условиях работы при нормальном атмосферном давлении по сравнению с секционными, но это оправдано тем, что они имеют равномерное распределение магнитного поля. Кроме того, стойкость витых индукторов компенсируется за счет нагрева свариваемых изделий перед сваркой в вакууме до температур $700\text{--}1250\text{ }^{\circ}\text{C}$, что снижает величину вводимой энергии, а также расположение их вне зоны нагрева (отделены термостойким, вакуумноплотным диэлектрическим (кварцевым или керамическим) стаканом), что ранее исследователями не применялось. Такая конструктивная схема позволяет осуществлять сварку облицовочных соединений в высоком вакууме с разогревом узла до температуры свыше $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ без разрушения изоляции инструмента – индуктора для получения неразъемных соединений из разнородных пар металлов более широкой номенклатуры.

В то же время, как отмечают авторы работ по МИС, наличие зазора между индуктором и свариваемыми деталями снижает эффективность магнитно-импульсного воздействия [19–21]. Так, при магнитно-импульсном воздействии через кварцевый стакан на узел, размещенный в вакууме (рис. 5), наибольшая эффективность соединения Pt + МЧВП достигается при температурах $500\text{--}1000\text{ }^{\circ}\text{C}$, для других пар металлов температура может достигать $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$. При меньших значениях температуры в зоне соединения наблюдаются непровары, при температуре более $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ происходит оплавление и разрушение медного спутника.

Анализ расчетных данных позволил определить конструктивно выполнимую и обеспечивающую надежную работу расположенного в атмосфере инструмента зону непроводящего зазора Δ , равную $(4\div 6)\cdot 10^{-3}\text{ м}$ и соответствующие ей параметры процесса, оборудования и инструмента индуктора: L_{H-3} , R_{H-3} , f_p , P_m , J_m и N_H .

Анализ сварных соединений, полученных на оптимальных режимах, показал наличие четкой границы соединяемых материалов, отсутствие общих зерен, повышенную микротвердость в зоне соединения, что характерно для различных видов сварки в твердой фазе [13] на примере катодных пар молибдена МЧВП и сплава Nb7 со сплавом PtBa.

Визуальный контроль не выявил вспучивания эмиттера, т. е. непроваров обнаружено не было. При отсутствии качественного твердофазного соединения между эмиттером и керном, последний при эксплуатации в месте непровара оплавляется. Анализ сварных соединений показал, что формирование соединения происходит в твердой фазе, это снижает вероятность наличия в зоне соединения интерметаллидных включений, тем самым увеличивая срок службы изделий.

Технология ИДС катодов электровакуумных приборов была разработана в НИИ «Микротехника» совместно с ДГТУ и внедрена на ОАО «Тантал». В результате освоения нового процесса удалось снизить трудоемкость сварки катодных узлов в 10 раз.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Анализ полученных сварных соединений показал, что соединение формируется в твердой фазе, что снижает вероятность наличия в зоне соединения интерметаллидных фаз, тем самым увеличивая срок службы изделий электронной техники.

Разработана и реализована конструктивная схема спецтехнологического оборудования ИДС с индуктором в атмосфере и разогревом свариваемом узле в вакууме, что позволило обеспечить необходимую работоспособность оборудования и уменьшить трудоемкость получения вторично-эмиссионных катодных узлов сверхвысокочастотных электровакуумных приборов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Кушпелев Ю.В. Диффузионная сварка в приборостроении // Вектор развития. 2022. № 11. С. 72–83. EDN: [JRIGAD](#).
- Барабанова О.А., Полунин В.А., Салмин П.А. Диффузионная сварка: возможные дефекты сварных соединений, причины их возникновения и методы контроля // Сварочное производство. 2017. № 10. С. 34–43. EDN: [Y LXALK](#).
- Люшинский А.В. Сравнение некоторых методов интенсификации процесса диффузионной сварки // Сварочное производство. 2021. № 12. С. 22–29. EDN: [JZWQSH](#).
- Zhang Jian Yang, Xu Bin, Naemul Haq Tariq, Sun MingYue, Li DianZhong, Li Yi Yi. Microstructure evolutions and interfacial bonding behavior of Ni-based superalloys during solid state plastic deformation bonding // Journal of Materials Science & Technology. 2020. Vol. 46. P. 1–11. DOI: [10.1016/j.jmst.2019.11.015](#).
- Chen Chang, Qian Sanfeng, Liu Rui, Wang Shan, Liao Bin, Zhong Zhihong, Cao Lingfei, Coenen Jan W., Wu Yucheng. The microstructure and tensile properties of W/Ti multilayer composites prepared by spark plasma sintering // Journal of Alloys and Compounds. 2019. Vol. 780. P. 116–130. DOI: [10.1016/j.jallcom.2018.11.346](#).
- Shen Qiang, Xiang Huiying, Luo Guoqiang, Wang Chuanbin, Li Meijuan, Zhang Lianmeng. Microstructure and mechanical properties of TC4/oxygen-free copper joint with silver interlayer prepared by diffusion bonding // Materials Science and Engineering: A. 2014. Vol. 596. P. 45–51. DOI: [10.1016/j.msea.2013.12.017](#).
- Ding Wen, Liu Ning, Fan Jiacheng, Cao Jing, Wang Xiaojing. Diffusion bonding of copper to titanium using CoCrFeMnNi high-entropy alloy interlayer // Intermetallics. 2021. Vol. 129. Article number 107027. DOI: [10.1016/j.intermet.2020.107027](#).
- Shen Qiang, Xiang Huiying, Luo Quoqiang, Su Xiaopeng, Zhang Lianmeng. Interfacial microstructure and mechanical properties of diffusion bonded TC4/0Cr18Ni9/Oxygen Free Copper joints // Materials & Design. 2013. Vol. 50. P. 230–234. DOI: [10.1016/j.matdes.2013.01.042](#).
- Aydın K., Kaya Y., Kahraman N. Experimental study of diffusion welding/bonding of titanium to copper // Materials & Design. 2012. Vol. 37. P. 356–368. DOI: [10.1016/j.matdes.2012.01.026](#).
- Wei Yanni, Li Yaru, Zhu Linghao, Chen Yu, Guo Bingbing. Study on inhibition of interfacial compounds and improvement of joint properties by low temperature and high-pressure process in diffusion bonding of Ti/Cu // Vacuum. 2023. Vol. 218. Article number 112636. DOI: [10.1016/j.vacuum.2023.112636](#).
- Feng Wei, Zhang Jian, Guo Hucheng, Xiao Yong, Luo Guoqiang, Shen Qiang. Dissimilar low-temperature diffusion bonding of copper and titanium using a Zn interlayer: Interfacial microstructure and mechanical properties // Intermetallics. 2024. Vol. 173. Article number 108437. DOI: [10.1016/j.intermet.2024.108437](#).
- Клокова М.С., Иванов И.А. Исследования по получению биметаллических соединений методом диффузионной сварки в вакууме // Вакуумная техника и технология. 2017. Т. 27. № 2. С. 3.1–3.3. EDN: [YVANOD](#).
- Стрижаков Е.Л., Нескоромный С.В., Людмирский Ю.Г., Мордовцев Н.А. Методы магнитно-импульсной сварки (обзор) // Известия Волгоградского государственного технического университета. 2024. № 2. С. 70–77. DOI: [10.35211/1990-5297-2024-2-285-70-77](#).
- Черников Д.Г., Юсупов Р.Ю., Песоцкий В.И., АLEXина В.К. Конструкции сборочных соединений и магнитно-импульсная технология для их реализации // Аэрокосмическая техника и технологии. 2023. Т. 1. № 3. С. 173–182. EDN: [FFZSNM](#).
- Глушечков В.А. Магнитно-импульсная технология сборки при производстве биметаллического заземлителя // Кузнечно-штамповочное производство. Обработка материалов давлением. 2019. № 8. С. 16–25. EDN: [XQTGQY](#).
- Черепнин Ю.С., Семенов А.Н., Уваров А.А. Разработка конструкции и технологии диффузионной сварки биметаллических цилиндрических соединений «аустенитная сталь – сплав циркония» // Сварочное производство. 2018. № 9. С. 16–19. EDN: [YLVDFB](#).
- Sapanathan T., Raoelison R.N., Buiron N., Rachik M. Magnetic Pulse Welding: An Innovative Joining Technology for Similar and Dissimilar Metal Pairs // Industrial Engineering and Management. Joining Technologies. 2016. P. 243–273. DOI: [10.5772/63525](#).
- Angshuman Kapil, Abhay Sharma. Magnetic pulse welding: an efficient and environmentally friendly

- multi-material joining technique // *Journal of Cleaner Production*. 2015. Vol. 100. P. 35–58. DOI: [10.1016/j.jclepro.2015.03.042](https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2015.03.042).
19. Chen Yingzi, Yang Zhiyuan, Peng Wenxiong, Zhang Huaqing. Experimental investigation and optimization on field shaper structure parameters in magnetic pulse welding // *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture*. 2021. Vol. 235. № 13. P. 2108–2117. DOI: [10.1177/09544054211014846](https://doi.org/10.1177/09544054211014846).
 20. Zaytsev E., Krutikov V., Spirin A., Pararin S. Development of Multi-Part Field-Shapers for Magnetic Pulse Welding Using Nanostructured Cu-Nb Composite // *Journal of Manufacturing and Materials Processing*. 2024. Vol. 8. № 3. Article number 97. DOI: [10.3390/jmmp8030097](https://doi.org/10.3390/jmmp8030097).
 21. Ashish K. Rajak, Ramesh Kumar, Kore S.D. Designing of field shaper for the electro-magnetic crimping process // *Journal of Mechanical Science and Technology*. 2019. Vol. 33. P. 5407–5413. DOI: [10.1007/s12206-019-1035-1](https://doi.org/10.1007/s12206-019-1035-1).
 22. Яковлев С.П., Яковлев С.С., Чудин В.Н., Соболев Я.А. Формообразование и диффузионная сварка элементов конструкций // *Известия Тульского государственного университета. Технические науки*. 2009. № 1-1. С. 76–85. EDN: [KGLNJZ](https://www.edn.net/KGLNJZ).
 23. Стрижаков Е.Л., Бацемакин М.Ю., Нескоромный С.В. Условия качественной обработки и алгоритм расчёта и выбора параметров магнитно-импульсной сварки нахлесточных соединений // *Физика и химия обработки материалов*. 2007. № 1. С. 64–67. EDN: [KVNXST](https://www.edn.net/KVNXST).
 24. Strizhakov E.L., Neskromny S.V., Ageev S.O., Lemeshev S.V. Development of discharge-pulsed equipment for applied studies of magnetic-pulsed welding processes // *Welding International*. 2016. Vol. 30. № 10. P. 813–816. DOI: [10.1080/09507116.2016.1148409](https://doi.org/10.1080/09507116.2016.1148409).
 6. Shen Qiang, Xiang Huiying, Luo Guoqiang, Wang Chuanbin, Li Meijuan, Zhang Lianmeng. Microstructure and mechanical properties of TC4/oxygen-free copper joint with silver interlayer prepared by diffusion bonding. *Materials Science and Engineering: A*, 2014, vol. 596, pp. 45–51. DOI: [10.1016/j.msea.2013.12.017](https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.12.017).
 7. Ding Wen, Liu Ning, Fan Jiacheng, Cao Jing, Wang Xiaojing. Diffusion bonding of copper to titanium using CoCrFeMnNi high-entropy alloy interlayer. *Intermetallics*, 2021, vol. 129, article number 107027. DOI: [10.1016/j.intermet.2020.107027](https://doi.org/10.1016/j.intermet.2020.107027).
 8. Shen Qiang, Xiang Huiying, Luo Quoqiang, Su Xiaopeng, Zhang Lianmeng. Interfacial microstructure and mechanical properties of diffusion bonded TC4/0Cr18Ni9/Oxygen Free Copper joints. *Materials & Design*, 2013, vol. 50, pp. 230–234. DOI: [10.1016/j.matdes.2013.01.042](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.01.042).
 9. Aydın K., Kaya Y., Kahraman N. Experimental study of diffusion welding/bonding of titanium to copper. *Materials & Design*, 2012, vol. 37, pp. 356–368. DOI: [10.1016/j.matdes.2012.01.026](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.01.026).
 10. Wei Yanni, Li Yaru, Zhu Linghao, Chen Yu, Guo Bingbing. Study on inhibition of interfacial compounds and improvement of joint properties by low temperature and high-pressure process in diffusion bonding of Ti/Cu. *Vacuum*, 2023, vol. 218, article number 112636. DOI: [10.1016/j.vacuum.2023.112636](https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2023.112636).
 11. Feng Wei, Zhang Jian, Guo Hucheng, Xiao Yong, Luo Guoqiang, Shen Qiang. Dissimilar low-temperature diffusion bonding of copper and titanium using a Zn interlayer: Interfacial microstructure and mechanical properties. *Intermetallics*, 2024, vol. 173, article number 108437. DOI: [10.1016/j.intermet.2024.108437](https://doi.org/10.1016/j.intermet.2024.108437).
 12. Klokov M.S., Ivanov I.A. Research on the production of bimetallic compounds by diffusion welding in a vacuum. *Vakuumnaya tekhnika i tekhnologiya*, 2017, vol. 27, no. 2, pp. 3.1–3.3. EDN: [YVANOD](https://www.edn.net/YVANOD).
 13. Strizhakov E.L., Neskromny S.V., Lyudmirskiy Yu.G., Mordovtsev N.A. Methods of magnetic pulse welding. *Izvestiya Volgogradskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta*, 2024, no. 2, pp. 70–77. DOI: [10.35211/1990-5297-2024-2-285-70-77](https://doi.org/10.35211/1990-5297-2024-2-285-70-77).
 14. Chernikov D.G., Yusupov R.Yu., Pesotskiy V.I., Alekhina V.K. Designs of assembly joints and magnetic-pulse technology for their implementation. *Aerokosmicheskaya tekhnika i tekhnologii*, 2023, vol. 1, no. 3, pp. 173–182. EDN: [FFZSNM](https://www.edn.net/FFZSNM).
 15. Glushchenkov V.A. Magnetic pulse assembly technology in the production of bimetallic earthing. *Kuznechno-shtampovoychnoe proizvodstvo. Obrabotka materialov davleniem*, 2019, no. 8, pp. 16–25. EDN: [XOTGOY](https://www.edn.net/XOTGOY).
 16. Cherepnin Yu.S., Semenov A.N., Uvarov A.A. Development of the design and technology of diffusion welding of bimetallic cylindrical joints “austenitic steel – zirconium alloy”. *Svarochnoe proizvodstvo*, 2018, no. 9, pp. 16–19. EDN: [YLVDFFB](https://www.edn.net/YLVDFFB).
 17. Sapanathan T., Raoelison R.N., Buiron N., Rachik M. Magnetic Pulse Welding: An Innovative Joining Technology for Similar and Dissimilar Metal Pairs. *Industrial Engineering and Management. Joining Technologies*, 2016, pp. 243–273. DOI: [10.5772/63525](https://doi.org/10.5772/63525).
 18. Angshuman Kapil, Abhay Sharma. Magnetic pulse welding: an efficient and environmentally friendly multi-material joining technique. *Journal of Cleaner*

REFERENCES

1. Kushpelev Yu.V. Diffusion welding in instrumentation. *Vektor razvitiya*, 2022, no. 11, pp. 72–83. EDN: [JRIGAD](https://www.edn.net/JRIGAD).
2. Barabanova O.A., Polunin V.A., Salmin P.A. Diffusion welding: possible defects of welded joints, reasons for their occurrence, and methods of control. *Svarochnoe proizvodstvo*, 2017, no. 10, pp. 34–43. EDN: [YLXALK](https://www.edn.net/YLXALK).
3. Lyushinskiy A.V. Comparison of some methods of intensification of the diffusion welding process. *Svarochnoe proizvodstvo*, 2021, no. 12, pp. 22–29. EDN: [JZWQSH](https://www.edn.net/JZWQSH).
4. Zhang Jian Yang, Xu Bin, Naemul Haq Tariq, Sun Mingyue, Li Dianzhong, Li Yi Yi. Microstructure evolutions and interfacial bonding behavior of Ni-based superalloys during solid state plastic deformation bonding. *Journal of Materials Science & Technology*, 2020, vol. 46, pp. 1–11. DOI: [10.1016/j.jmst.2019.11.015](https://doi.org/10.1016/j.jmst.2019.11.015).
5. Chen Chang, Qian Sanfeng, Liu Rui, Wang Shan, Liao Bin, Zhong Zhihong, Cao Lingfei, Coenen Jan W., Wu Yucheng. The microstructure and tensile properties of W/Ti multilayer composites prepared by spark plasma sintering. *Journal of Alloys and Compounds*, 2019, vol. 780, pp. 116–130. DOI: [10.1016/j.jallcom.2018.11.346](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.11.346).

- Production, 2015, vol. 100, pp. 35–58. DOI: [10.1016/j.jclepro.2015.03.042](https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2015.03.042).
19. Chen Yingzi, Yang Zhiyuan, Peng Wenxiong, Zhang Huaiqing. Experimental investigation and optimization on field shaper structure parameters in magnetic pulse welding. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture*, 2021, vol. 235, no. 13, pp. 2108–2117. DOI: [10.1177/09544054211014846](https://doi.org/10.1177/09544054211014846).
20. Zaytsev E., Krutikov V., Spirin A., Pararin S. Development of Multi-Part Field-Shapers for Magnetic Pulse Welding Using Nanostructured Cu-Nb Composite. *Journal of Manufacturing and Materials Processing*, 2024, vol. 8, no. 3, article number 97. DOI: [10.3390/jmmp8030097](https://doi.org/10.3390/jmmp8030097).
21. Ashish K. Rajak, Ramesh Kumar, Kore S.D. Designing of field shaper for the electro-magnetic crimping process. *Journal of Mechanical Science and Technology*, 2019, vol. 33, pp. 5407–5413. DOI: [10.1007/s12206-019-1035-1](https://doi.org/10.1007/s12206-019-1035-1).
22. Yakovlev S.P., Yakovlev S.S., Chudin V.N., Sobolev Ya.A. Shape formation and diffusion welding of structural elements. *Izvestiya Tul'skogo gosudarstvennogo universiteta. Tekhnicheskie nauki*, 2009, no. 1-1, pp. 76–85. EDN: [KGLNJZ](https://www.edn.net/KGLNJZ).
23. Strizhakov E.L., Batsemakin M.Yu., Neskromnyy S.V. Conditions for quality processing and algorithm of estimation and selection of parameters of magnetic-pulse welding of lapped joints. *Fizika i khimiya obrabotki materialov*, 2007, no. 1, pp. 64–67. EDN: [KVNXST](https://www.edn.net/KVNXST).
24. Strizhakov E.L., Neskromny S.V., Ageev S.O., Lemeshev S.V. Development of discharge-pulsed equipment for applied studies of magnetic-pulsed welding processes. *Welding International*, 2016, vol. 30, no. 10, pp. 813–816. DOI: [10.1080/09507116.2016.1148409](https://doi.org/10.1080/09507116.2016.1148409).

Pulse diffusion welding of female joints

© 2024

Evgeny L. Strizhakov, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, leading researcher of the Center for Scientific Competencies
Stanislav V. Neskromniy*¹, PhD (Engineering), Associate Professor, Head of Chair “Machines and Automation of Welding Engineering”
Yury G. Lyudmirsky, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, leading researcher of the Center for Scientific Competencies
Nikolay A. Mordovtsev, graduate student

Don State Technical University, Rostov-on-Don (Russia)

*E-mail: neskromniy@mail.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-0243-7241>

Received 09.04.2024

Accepted 16.08.2024

Abstract: Special feature of operation of electrovacuum tubes, in particular the cathode assembly, is constant heating due to bombardment of its surface with electrons. Stable characteristics and durability of the cathode assembly depend on high-quality connection (welding) of the core surfaces with the emitter over the entire area of the overlapped conjugation. The use of diffusion welding for joining a cathode assembly made of dissimilar materials is not possible due to the occurrence of poor welding fusion due to the presence of gaps in the ring sectors of the equipment, and, consequently, a decrease in the service life of the cathode assembly. The authors proposed to implement the process by combining magnetic pulse welding with diffusion welding. The originality of the work is the possibility of remote action on the joint through a dielectric quartz cup, which is a part of the technological vacuum chamber. The inductor system is outside the quartz cup, which allows heating the assembled unit without heating the tool – an inductor made of dissimilar materials – to a temperature of 700 °C and higher. The authors determined the main parameters of the process of pulse diffusion welding in vacuum: pressure in the working chamber is $B=0.66 \cdot 10^{-2}$ Pa ($5 \cdot 10^{-5}$ mm Hg); preheating temperature is $T=700–1250$ °C; magnetic field pulse energy is $W=5 \div 17$ kJ; operating frequency of current pulse discharge is $f_d=5–15$ kHz; magnetic pressure is $P_m > 10^7$ N/m². In this way, cathode assemblies of a wide range of metal pair combinations with a base diameter of $d=20$ mm and a sample length of $L=40$ mm were produced. The proposed technology has been successfully implemented and introduced at Tantal (Open Joint Stock company). The economic effect consists in reducing labor intensity and obtaining joints of stable quality.

Keywords: pulse diffusion welding; welding of female joints; magnetic pulse welding; inductor; magnetic pressure; input energy; dissimilar alloys.

Acknowledgements: The authors of the paper express gratitude to the staff of Microengineering Research Institute and Don State Technical University for their assistance in carrying out research and development work.

For citation: Strizhakov E.L., Neskromniy S.V., Lyudmirsky Yu.G., Mordovtsev N.A. Pulse diffusion welding of female joints. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 3, pp. 89–98. DOI: [10.18323/2782-4039-2024-3-69-8](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2024-3-69-8).

Влияние элементов режима резания на технологические параметры процесса фрезерования заготовок тонкостенных деталей из титанового сплава

© 2024

Унянин Александр Николаевич¹, доктор технических наук, доцент
Чуднов Александр Владимирович*, аспирант

Ульяновский государственный технический университет, Ульяновск (Россия)

*E-mail: chudnov73ru@gmail.com

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5557-4197>

Поступила в редакцию 03.08.2023

Принята к публикации 06.06.2024

Аннотация: Назначение рационального режима процесса механической обработки остается актуальной задачей технологической подготовки производства. Известные рекомендации и методики назначения этого режима ориентированы на обработку массивных заготовок и не учитывают того обстоятельства, что при обработке тонкостенных заготовок температуры в зоне обработки и поверхностном слое заготовки отличаются. Исследование направлено на выявление закономерностей в изменениях параметров процесса фрезерования заготовок тонкостенных деталей в зависимости от элементов режима, а также разработку рекомендаций по назначению этого режима. Выполнено численное моделирование технологических параметров процесса фрезерования заготовок массивных и тонкостенных деталей из титанового сплава при различных режимах. Варьировали скорость резания, глубину резания и подачу на зуб фрезы. Рассчитывали силу резания, мощности и плотности источников тепловыделения и температуру в поверхностном слое заготовки, в зонах контакта зуба фрезы с заготовкой и стружки с передней поверхностью зуба. Установлено, что при фрезеровании заготовок тонкостенных деталей температурное поле значительно отличается от формирующегося при обработке массивных заготовок из-за низкого теплоотвода от необрабатываемой поверхности. Увеличение подачи на зуб на 45 % приводит к незначительному снижению температур в зоне резания (на 5...12 %). Увеличение скорости резания на 25 %, напротив, приводит к росту температур на 5...10 %. Увеличение глубины резания приводит к увеличению температуры в зоне контакта стружки с зубом в 1,5 раза, а также к увеличению температуры в зоне контакта зуба с заготовкой.

Ключевые слова: режим резания; технологические параметры процесса фрезерования; температурное поле; предел текучести; тонкостенная заготовка; сила резания; температура в зоне резания.

Благодарности: Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 24-29-00206, <https://rscf.ru/project/24-29-00206/>.

Для цитирования: Унянин А.Н., Чуднов А.В. Влияние элементов режима резания на технологические параметры процесса фрезерования заготовок тонкостенных деталей из титанового сплава // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 3. С. 99–107. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-3-69-9.

ВВЕДЕНИЕ

Температурное поле, формирующееся при механической обработке заготовок тонкостенных деталей, отличается от температурного поля при обработке заготовок деталей значительной толщины [1; 2]. Причиной является то обстоятельство, что при обработке тонкостенной заготовки ее поверхность, противоположная обрабатываемой, оказывает существенное влияние на температурное поле. Однако известные рекомендации и методики назначения режима ориентированы на обработку массивных заготовок и не учитывают того, что при обработке тонкостенных заготовок температуры в зоне обработки и в поверхностном слое заготовки отличаются. Это вызвано низким уровнем теплоотвода с необрабатываемой поверхности – теплоотвод в окружающую среду существенно меньше того, который реализуется при отводе теплоты в нижележащие слои массивной заготовки [2; 3].

Знание закономерностей тепловых процессов механической обработки и умение управлять этими процессами необходимы для повышения производительности обработки и обеспечения качества обработанных деталей. Температура поверхностных слоев заготовки влияет

на их структурно-фазовый состав, микротвердость и напряженное состояние материала [4]. Температуры поверхностей инструмента, контактирующих с заготовкой и стружкой, определяют износостойкость и период стойкости инструмента, т. е. его работоспособность [5; 6]. Однако влияние тепловых процессов на процесс резания зачастую не рассматривается как значимый фактор [7; 8].

Аргументами зависимостей для расчета мощностей источников тепловыделения являются силы резания, которые, в свою очередь, зависят от механических характеристик материала обрабатываемой заготовки (предела текучести и предела прочности). Чтобы определить механические характеристики, необходимо знать температуру в области пластической деформации. Для определения этой температуры предлагается зависимость, аргументом которой являются средние касательные напряжения в условной поверхности сдвига, зависящие от температуры в этой области. Это обстоятельство затрудняет возможность определения предела текучести материала заготовки в области пластической деформации.

Обеспечить работоспособность инструмента и параметры качества заготовок тонкостенных деталей

возможно за счет назначения рационального режима обработки, однако соответствующие рекомендации в литературе отсутствуют. Исследования, связанные с определением рационального режима обработки заготовок тонкостенных деталей, учитывают упругую деформацию элементов технологической системы, в том числе самой заготовки [9; 10]. Принимаются во внимание вибрации и пульсации сил резания, что также актуально для тонкостенных заготовок [11–13]. Исследование температурных полей и влияния температур на механические свойства материала заготовки в процессе обработки проводилось для массивных заготовок [14]. Однако при этом не принималось во внимание, что температурное поле, формирующееся при обработке заготовок тонкостенных деталей, иное, чем при обработке массивных заготовок, и не учитывалось влияние температуры заготовки на предел текучести ее материала [15; 16]. В работах [17; 18] исследовались процессы обработки тонкостенных заготовок, а также заготовок сложного профиля, но не приведены рекомендации для выбора режимов резания.

Закономерности изменения параметров процесса фрезерования заготовок тонкостенных деталей из титановых сплавов в зависимости от элементов режима не исследованы.

Цель исследования – изучение влияния элементов режима фрезерования заготовок тонкостенных деталей из титанового сплава на технологические параметры процесса, в том числе на силы и температуры, возникающие в процессе обработки.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Силы трения стружки о переднюю поверхность зуба, задней поверхности зуба о заготовку и главную составляющую силы резания рассчитывали по зависимостям, полученным преобразованием соответствующих зависимостей, предложенных в работах [19; 20]. Эти силы получены при условии, что оценка разрушения материала заготовки производится на основе теории пластического течения («метод пластического течения»), используемой в [12; 18]. Один из основных факторов, определяющих этот процесс – предел текучести материала заготовки, зависящий от температуры деформируемого слоя:

$$\sigma_{st} = f(T_d),$$

где T_d – температура деформируемого слоя материала заготовки, К.

Расчет параметра σ_{st} выполняли по формуле [7; 17]:

$$\sigma_{st} = \sigma_s \cdot \left(1 - \frac{T_d}{T_p}\right),$$

где σ_s – напряжение текучести материала заготовки при температуре 293 К, Па; T_p – температура плавления материала, К.

Мощности и плотности источников тепловыделения в зоне деформирования и в зонах контакта зуба со стружкой и заготовкой рассчитывали, используя зависимости [20; 21].

Приняли допущение, что материал заготовки (титановый сплав ВТ6, ближайший аналог по DIN – 3.7164) изотропен, и при расчете не учитывали фазовые превращения в процессе его нагрева. Данное допущение правомерно, поскольку численным моделированием и экспериментальным путем установлено, что температура в поверхностном слое заготовки не достигает значений, при которых происходят превращения.

Для расчета параметров процесса фрезерования использовали собственное программное обеспечение, реализующее расчет температурного поля с применением метода конечных элементов. Оно позволило считать температуру деформируемого слоя материала заготовки T_d и предел текучести материала заготовки σ_{st} при этой температуре.

Время, в течение которого происходит теплообмен, разбито на конечные малые промежутки. Температура деформируемого слоя, рассчитанная для определенного момента времени, используется для расчета предела текучести материала заготовки в последующий момент времени.

Параметр σ_{st} является аргументом зависимостей для расчета сил трения и главной составляющей силы резания P_z . Рассчитывали силы, приходящиеся на 1 мм высоты зуба фрезы.

Адекватность физических и математических моделей, принятых при расчете температур, реальным условиям проверяли путем сравнения средней температуры в поверхностном слое обрабатываемой заготовки из титанового сплава ВТ6, полученной расчетным путем, с результатами измерения полуискусственной термопарой. Усредняя температуру поверхностных слоев массивной заготовки в различные моменты времени и в различных точках на расстоянии от поверхности заготовки, равном диаметру проволоки термопары (0,05 мм), получали среднюю расчетную температуру. Режим фрезерования: подача на зуб фрезы $S_z=0,16$ мм/зуб; скорость резания $V=120$ и 150 м/мин; глубина резания $t=0,3$ мм; скорость подачи $V_s=1,91$ м/мин. Остальные условия эксперимента соответствовали используемым при последующем численном моделировании. При скоростях $V=120$ и 150 м/мин расчетные температуры составили 686 и 701 К, экспериментальные значения – 618 и 623 К.

Расхождения между расчетными и экспериментальными значениями температур, зафиксированными при различной скорости резания, не превышают 12 %, что свидетельствует о возможности использования предложенных методов для теплофизического анализа процесса фрезерования.

Выполнили численное моделирование параметров процесса фрезерования заготовок из титанового сплава ВТ6 цилиндрической поверхностью концевой фрезы из твердого сплава Т5К10 диаметром 20 мм. Теплофизические характеристики материала заготовки и фрезы (плотность, коэффициенты теплопроводности и теплоемкости) в зависимости от температуры и напряжение текучести материала заготовки при температуре 293 К определяли по справочным данным. Параметры процесса фиксировали при резании заготовки двадцать пятым из последовательной череды работающих зубьев фрезы. Моделировали процесс охлаждения зоны резания смазочно-охлаждающей жидкостью (СОЖ), приняв коэффициент теплоотдачи от контактирующих с СОЖ

поверхностей равным $5000 \text{ Вт}/(\text{м}^2 \cdot \text{К})$; коэффициент теплоотдачи поверхностей, контактирующих с воздухом, приняли равным $40 \text{ Вт}/(\text{м}^2 \cdot \text{К})$.

Моделировали процесс фрезерования массивной заготовки толщиной 10 мм, а также заготовок, толщина которых после обработки составила 0,7 и 0,5 мм. Варьировали элементы режима: подачу на зуб фрезы $S_z - 0,11$ и $0,16 \text{ мм/зуб}$; скорость резания $V - 120$ и 150 м/мин ; глубину фрезерования $t - 0,3$ и $0,5 \text{ мм}$. Параметры процесса фиксировали в последний момент времени контакта зуба фрезы с заготовкой (это время зависит от элементов режима фрезерования) и в момент времени, меньший последнего на $8 \cdot 10^{-5} \text{ с}$.

В таблице 1 приведен план численного моделирования параметров процесса обработки заготовок тонкостенных деталей при варьировании элементов режима.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Исследования, выполненные при обработке заготовки из титанового сплава ВТ6, показали, что заготовки толщиной 10 мм и более относятся к массивным заготовкам, при обработке которых поверхность, противоположная обрабатываемой, не оказывает влияния на температурное поле в заготовке.

В таблицах 2 и 3 представлены результаты расчета параметров процесса фрезерования массивной заготовки толщиной 10 мм и тонкостенных заготовок, толщины которых после удаления припуска равны 0,7 и 0,5 мм. При данных условиях и режиме резания заметные изменения температурного поля были зафиксированы при фрезеровании заготовок, толщина которых после обработки составила 1 мм. При обработке тонкостенной заготовки температуры в зонах контакта стружки с передней поверхностью зуба, задней поверхности зуба с заготовкой и в зоне деформирования выше, чем при обработке массивной заготовки. Увеличение температуры деформируемого слоя материала заготовки

T_d приводит к снижению предела текучести материала тонкостенной заготовки σ_{st} .

В таблицах 4 и 5 представлены результаты расчета параметров процесса фрезерования заготовки толщиной 0,7 мм после удаления припуска при различных элементах режима; в таблице 6 представлены результаты расчета температур. При увеличении подачи S_z с 0,11 до 0,16 мм/зуб (на 45 %) увеличиваются максимальная глубина внедрения зуба в заготовку a_{max} (в среднем на 45 %) и максимальная длина контакта стружки с передней поверхностью зуба l . Параметр l в большей степени увеличивается при глубине резания $t=0,3 \text{ мм}$ – на 64 %. Увеличение параметров a_{max} и l является причиной увеличения сил трения и главной составляющей P_z силы резания. Влияние подачи на силу трения зуба о заготовку F_2 незначительное; сила трения стружки о переднюю поверхность зуба F_1 и сила P_z увеличиваются на 15...42 % и 14...21 % соответственно. Это приводит к росту мощностей источников тепловыделения в зонах контакта стружки с зубом W_1 и в зоне деформирования W_g ; мощность источника тепловыделения в зоне контакта зуба с заготовкой W_2 увеличивается незначительно.

При повышении скорости резания V с 120 до 150 м/мин, т. е. на 25 %, мощности всех источников тепловыделения увеличиваются на 17...27 %. Это приводит к росту на 5...10 % средних и максимальных температур T_1 и T_2 . Следовательно, с увеличением скорости резания V увеличивается температура поверхностного слоя заготовки.

На кинематические параметры процесса фрезерования – длину траектории контакта зуба с заготовкой l_k , максимальную глубину внедрения зуба в заготовку a_{max} и максимальную длину контакта стружки с передней поверхностью зуба l – скорость резания влияния не оказывает.

Увеличение глубины резания приводит к росту кинематических параметров. При увеличении параметра a_{max} увеличиваются сила трения F_1 и сила P_z , а также мощности источников тепловыделения W_1 и W_g .

Таблица 1. План численного моделирования
Table 1. Numerical simulation plan

Номер эксперимента	Варьируемые параметры			
	Подача на зуб фрезы S_z , мм/зуб	Скорость резания V , м/мин	Глубина фрезерования t , мм	Скорость подачи V_s , м/мин
1	0,11	120	0,3	1,05
2	0,16	120	0,3	1,52
3	0,11	150	0,3	1,31
4	0,16	150	0,3	1,91
5	0,11	120	0,5	1,05
6	0,16	120	0,5	1,52
7	0,11	150	0,5	1,31
8	0,16	150	0,5	1,91

Таблица 2. Параметры процесса фрезерования при различных размерах (толщинах) обработанной заготовки:
 $S_z=0,16$ мм/зуб; $V=150$ м/мин; $t=0,5$ мм; скорость подачи $V_s=1,91$ м/мин
Table 2. Milling process parameters at various sizes (thicknesses) of a processed blank:
 $S_z=0.16$ mm/tooth; $V=150$ m/min; $t=0.5$ mm; feed speed $V_s=1.91$ m/min

Размер (толщина) заготовки после обработки, мм	Сила трения стружки о переднюю поверхность зуба F_1 , Н	Сила трения зуба о заготовку F_2 , Н	Главная составляющая силы резания P_z , Н	Мощность источника тепловыделения, Вт, в зоне		
				деформирования W_g	контакта стружки с зубом W_1	контакта зуба с заготовкой W_2
10	54,8/62,7	54,3/55,1	118,1/128,1	109,0/124,9	82,2/94,1	163,0/165,4
0,7	54,7/62,6	54,2/55,0	117,7/127,8	108,7/124,6	82,0/93,9	162,5/165,0
0,5	53,4/61,3	54,0/49,8	117,0/127,2	108,2/124,1	81,6/93,5	162,0/164,5

Примечание. F_1, F_2, P_z – силы, приходящиеся на 1 мм высоты зуба фрезы.
 В знаменателях представлены параметры процесса, зафиксированные в последний момент времени контакта зуба фрезы с заготовкой, в числителях – в предыдущий момент.
 Note. F_1, F_2, P_z are forces per 1 mm of the cutter tooth height.
 The denominators represent the process parameters recorded at the last moment of contact between the cutter tooth and the blank, and the numerators represent the same parameters at the previous moment.

Таблица 3. Температуры при различных размерах (толщинах) обработанной заготовки:
 $S_z=0,16$ мм/зуб; $V=150$ м/мин; $t=0,5$ мм; $V_s=1,91$ м/мин
Table 3. Temperatures at various sizes (thicknesses) of a processed blank:
 $S_z=0.16$ mm/tooth; $V=150$ m/min; $t=0.5$ mm; $V_s=1.91$ m/min

Размер (толщина) заготовки после обработки, мм	Средняя температура в зоне контакта		Температура деформируемого слоя материала заготовки T_{ds} , К	Предел текучести материала заготовки σ_{st} , МПа	Температура заготовки T_3 , К на расстоянии от обрабатываемой поверхности	
	зуба с заготовкой T_2 , К	стружки с зубом T_1 , К			30 мкм	180 мкм
10	1 000/1 018	1 004/1 012	365/337	784/796	484/478	389/390
0,7	1 006/1 023	1 008/1 013	371/341	782/794	497/ 491	406/406
0,5	1 014/1 031	1 014/1 015	379/347	778/791	514/506	425/425

Примечание. В знаменателях представлены параметры процесса, зафиксированные в последний момент времени контакта зуба фрезы с заготовкой, в числителях – в предыдущий момент.
 Note. The denominators represent the process parameters recorded at the last moment of contact between the cutter tooth and the blank, and the numerators represent the same parameters at the previous moment.

На силу трения F_2 и мощность источника W_2 изменение глубины резания не влияет.

С увеличением глубины резания среднее значение температуры T_2 уменьшается при $S_z=0,11$ мм/зуб и увеличивается при $S_z=0,16$ мм/зуб. Максимальное значение температуры T_2 увеличивается при всех комбинациях параметров S_z и V , кроме $S_z=0,11$ мм/зуб и $V=150$ м/мин. Температура заготовки T_3 на глубине 30 мкм увеличивается с ростом глубины резания при всех комбинациях параметров S_z и V , кроме $S_z=0,16$ мм/зуб и $V=150$ м/мин. Температура на вершине зуба T_E незначительно снижается с ростом параметра t , кроме расчета при режиме $S_z=0,11$ мм/зуб и $V=120$ м/мин.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

При фрезеровании тонкостенных заготовок сила резания P_z и мощности источников тепловыделения несколько ниже вследствие меньшего значения параметра σ_{st} . Однако из-за менее интенсивного теплоотвода из зоны обработки заготовок тонкостенных деталей контактные температуры несколько выше [3], чем при обработке массивных (таблицы 2 и 3). В большей степени увеличиваются температуры в поверхностном слое заготовки, причем чем больше расстояние от обрабатываемой поверхности, тем больше разность температур массивной и тонкостенной заготовок.

Таблица 4. Технологические параметры процесса при различных элементах режима фрезерования
 Table 4. Process technological parameters at various milling mode elements

Номер эксперимента по таблице 3	Длина траектории контакта зуба с заготовкой l_k , мм	Максимальная глубина внедрения зуба в заготовку a_{max} , мкм	Максимальная длина контакта стружки с передней поверхностью зуба l , мкм	Температура деформируемого слоя материала заготовки T_d , К	Предел текучести материала заготовки σ_{st} , МПа
1	2,46	26,8	76,5	385/366	776/784
2	2,46	39,0	125,8	376/354	779/789
3	2,46	26,8	85,2	388/365	774/784
4	2,46	39,0	125,8	376/351	779/790
5	3,18	34,4	111,0	394/365	772/784
6	3,18	50,1	161,5	371/345	781/792
7	3,18	34,4	111,5	396/363	781/792
8	3,18	50,1	161,5	371/341	782/794

Примечание. В знаменателях представлены параметры процесса, зафиксированные в последний момент времени контакта зуба фрезы с заготовкой, в числителях – в предыдущий момент.

Note. The denominators represent the process parameters recorded at the last moment of contact between the cutter tooth and the blank, and the numerators represent the same parameters at the previous moment.

Таблица 5. Параметры процесса при различных элементах режима фрезерования
 Table 5. Process parameters at various milling mode elements

Номер эксперимента	Сила трения стружки о переднюю поверхность зуба F_1 , Н	Сила трения зуба о заготовку F_2 , Н	Главная составляющая силы резания P_z , Н	Мощность источника тепловыделения, Вт, в зоне		
				деформирования W_g	контакта стружки с зубом W_1	контакта зуба с заготовкой W_2
1	28,0/31,5	53,8/54,4	86,2/90,8	46,0/51,8	35,0/39,4	134,4/135,8
2	38,4/45,0	54,0/54,7	98,8/106,9	63,7/74,3	48,3/56,2	135,0/136,6
3	28,0/31,5	53,7/54,3	86,0/90,8	55,1/62,2	41,9/47,2	161,0/163,0
4	38,8/45,2	54,0/54,7	99,0/107,2	76,7/89,6	58,2/67,8	162,0/164,1
5	39,8/44,1	53,5/54,3	99,6/105,5	65,6/72,8	49,7/55,1	133,7/135,8
6	54,0/61,7	54,2/54,9	116,9/126,7	89,4/102,4	67,5/77,1	135,4/137,3
7	39,7/44,1	53,4/54,4	99,5/105,6	78,6/87,4	59,6/66,2	160,3/163,2
8	54,7/62,6	54,2/55,0	117,7/127,8	108,7/124,6	82,0/93,9	162,5/165,0

Примечание. F_1 , F_2 , P_z – силы, приходящиеся на 1 мм высоты зуба фрезы.

В знаменателях представлены параметры процесса, зафиксированные в последний момент времени контакта зуба фрезы с заготовкой, в числителях – в предыдущий момент.

Note. F_1 , F_2 , P_z are forces per 1 mm of the cutter tooth height.

The denominators represent the process parameters recorded at the last moment of contact between the cutter tooth and the blank, and the numerators represent the same parameters at the previous moment.

Таблица 6. Температуры при различных элементах режима фрезерования
Table 6. Temperatures at various milling mode elements

Номер эксперимента	Температура в зоне контакта зуба с заготовкой T_2 , К		Температура в зоне контакта стружки с зубом T_1 , К		Температура на вершине зуба фрезы T_E , К	Температура заготовки T_3 , К
	средняя	максимальная	средняя	максимальная		
1	967/972	1 282/1 288	874/871	961/961	1 025/1 017	532/525
2	922/936	1 301/1 317	959/934	1 277/1 290	1 019/1 010	506/496
3	1 042/1 052	1 462/1 475	946/958	1 305/1 312	1 036/1 025	539/531
4	966/987	1 441/1 467	963/970	1 384/1 403	1 013/1 001	502/491
5	957/960	1 285/1 294	948/946	1 273/1 277	1 034/1 024	542/537
6	956/969	1 330/1 348	967/970	1 380/1 393	1 014/1 001	507/500
7	1 011/1 017	1 424/1 437	986/985	1 380/1 388	1 027/1 016	539/535
8	1 006/1 023	1 477/1 504	1 008/1 013	1 506/1 528	1 008/991	497/491

Примечание. Температура заготовки T_3 определена на расстоянии 30 мкм от обрабатываемой поверхности.

В знаменателях представлены параметры процесса, зафиксированные в последний момент времени контакта зуба фрезы с заготовкой, в числителях – в предыдущий момент.

Note. Blank temperature T_3 was determined at a distance of 30 μm from the processed surface.

The denominators represent the process parameters recorded at the last moment of contact between the cutter tooth and the blank, and the numerators represent the same parameters at the previous moment.

Плотности всех источников тепловыделения увеличиваются незначительно, поскольку с увеличением подачи увеличиваются не только мощности источников тепловыделения, но и их площади. Средние температуры в зоне контакта зуба с заготовкой T_2 , температура на вершине зуба фрезы T_E и температура заготовки T_3 почти во всех случаях незначительно уменьшаются с увеличением подачи (на 5...12%). Это можно объяснить уменьшением времени нахождения заготовки напротив источника тепловыделения при незначительном увеличении плотностей источников тепловыделения. Средняя и максимальная температуры в зоне контакта стружки с зубом T_1 увеличиваются с увеличением подачи.

Температура заготовки на расстоянии 30 мкм от обрабатываемой поверхности с ростом скорости V не изменяется либо несколько снижается, что объясняется уменьшением времени действия теплового источника на заготовку.

В последний момент времени контакта зуба с заготовкой температура деформируемого слоя несколько ниже, чем в предшествующий. Это является следствием того, что зуб вступает в контакт с материалом заготовки, в меньшей степени нагретым в результате работы предшествующих зубьев. Поэтому в последний момент времени предел текучести σ_{st} выше, как, следовательно, и силы резания и трения, мощности и плотности источников тепловыделения. При всех режимах фрезерования значения средней и максимальной температуры T_2 в этот момент времени выше, чем в предыдущий. Температура заготовки T_3 , температура на вершине зуба T_E и температура деформируемого слоя в последний момент времени несколько ниже, чем в предшествующий.

Максимальное значение температуры T_1 выше в последний момент времени, а среднее значение этой температуры изменяется незначительно. Поэтому нижеприведенные зависимости для оценки параметров процесса получены для: среднего значения температуры T_2 и силы P_z , зафиксированных в последний момент времени контакта; температур T_E и T_3 в предшествующий момент; при расчете средней температуры T_1 оперировали усредненной для двух моментов времени температурой.

При обработке заготовок тонкостенных деталей следует использовать режим, обеспечивающий силы и температуры, не превышающие те, которые имеют место при обработке массивных [14] заготовок при максимальной производительности.

Выполненные исследования позволяют подобрать необходимый режим. Например, если использовать режим № 6 по таблице 3 ($t=0,5$ мм; $S_z=0,16$ мм/зуб и $V=120$ м/мин), то сила P_z , а также средние и максимальные значения температур T_1 и T_2 ожидаются ниже, чем при обработке массивной заготовки (таблицы 2 и 3). При этом скорость подачи снизится с 1,91 до 1,52 м/с, т. е. производительность при обработке тонкостенной заготовки несколько уменьшится. Имеются и другие режимы обработки тонкостенной заготовки, обеспечивающие меньшие силы P_z и температуры в сравнении с обработкой массивной, однако при этих режимах существенно снижается производительность.

Рекомендации, касающиеся обработки тонкостенных заготовок, привести затруднительно вследствие неоднозначного влияния на параметры процесса какого-либо элемента режима при различных комбинациях других. Поэтому для определения рационального

режима можно использовать нижеприведенные зависимости, полученные в результате обработки результатов численного моделирования:

$$T_1 = 223.9 + 1141.3 \cdot S_z + 31.095 \cdot V + 272 \cdot t - 141.3 \cdot S_z \cdot V - 2400 \cdot S_z \cdot t - 30.68 \cdot V \cdot t + 355.56 \cdot S_z \cdot V;$$

$$T_2 = 1320 + 13110 \cdot S_z + 905.4 \cdot V + 4184 \cdot t - 5340 \cdot S_z \cdot V - 25900 \cdot S_z \cdot t - 16900 \cdot V \cdot t + 11000 \cdot S_z \cdot V;$$

$$T_E = 439.3 + 3820 \cdot S_z + 296.6 \cdot V + 1351 \cdot t - 1760 \cdot S_z \cdot V - 8600 \cdot S_z \cdot t - 576 \cdot V \cdot t + 3000 \cdot S_z \cdot V;$$

$$T_3 = 306.9 + 1110 \cdot S_z + 118.8 \cdot V + 525 \cdot t - 680 \cdot S_z \cdot V - 2500 \cdot S_z \cdot t - 188 \cdot V \cdot t + 800 \cdot S_z \cdot V \cdot t;$$

$$P_z = 37.12 + 1141.3 \cdot S_z + 6.52 \cdot V + 63.8 \cdot t - 62 \cdot S_z \cdot V - 70 \cdot S_z \cdot t - 23.2 \cdot V \cdot t + 220 \cdot S_z \cdot V \cdot t.$$

С помощью этих зависимостей можно рассчитать режим, при котором технологические параметры при обработке тонкостенной заготовки не превысят допустимые значения.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

1. Установлено, что при фрезеровании заготовок тонкостенных деталей температурное поле значительно отличается от формирующегося при обработке массивных заготовок.

2. Установлены закономерности изменения параметров процесса фрезерования заготовок тонкостенных деталей в зависимости от элементов режима.

3. Получены математические зависимости, описывающие взаимосвязь температур и сил резания с элементами режима фрезерования.

4. Результаты исследований и полученные зависимости позволяют определить режим обработки тонкостенной заготовки, при котором технологические параметры, в том числе температуры, не превысят допустимых значений.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Худобин Л.В., Хусаинов А.Ш. Шлифование заготовок клиновидных изделий. Ульяновск: УлГТУ, 2007. 249 с.
- Hishihara T., Okuyama S., Kawamura S., Hanasaki S. Study on the geometrical accuracy in surface grinding. Thermal deformation of workpiece in traverse grinding // International journal Japanese society precision engineering. 1993. Vol. 59. № 7. P. 1145–1150. DOI: [10.2493/jjspe.59.1145](https://doi.org/10.2493/jjspe.59.1145).
- Куц В.В., Гридин Д.С. Комплексное исследование процесса нарезания винтовых канавок на внутренней поверхности цилиндрической тонкостенной бронзовой втулки // Известия Тульского государственного университета. Технические науки. 2020. № 10. С. 72–79. EDN: [PXWMTS](https://www.edn.ru/pxwmts).
- Ладыгин Р.В., Якимов М.В. Исследование влияния силы и температуры в процессе высокоскоростного резания на точность обработки гильзы блока цилиндров // Известия Самарского научного центра Российской академии наук. 2020. Т. 22. № 3. С. 111–115. DOI: [10.37313/1990-5378-2020-22-3-111-115](https://doi.org/10.37313/1990-5378-2020-22-3-111-115).
- Лапшин В.П., Христофорова В.В., Носачев С.В. Взаимосвязь температуры и силы резания с износом и вибрациями инструмента при токарной обработке металлов // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). 2020. Т. 22. № 3. С. 44–58. DOI: [10.17212/1994-6309-2020-22-3-44-58](https://doi.org/10.17212/1994-6309-2020-22-3-44-58).
- Duan Zhenjing, Li Changhe, Ding Wenfeng et al. Milling Force Model for Aviation Aluminum Alloy: Academic Insight and Perspective Analysis // Chinese Journal of Mechanical Engineering. 2021. Vol. 34. Article number 18. DOI: [10.1186/s10033-021-00536-9](https://doi.org/10.1186/s10033-021-00536-9).
- Radu P., Schnakovszky C. A Review of Proposed Models for Cutting Force Prediction in Milling Parts with Low Rigidity // Machines. 2024. Vol. 12. № 2. Article number 140. DOI: [10.3390/machines12020140](https://doi.org/10.3390/machines12020140).
- Zawada-Michałowska M., Kuczmaszewski J., Legutko S., Pieško P. Techniques for Thin-Walled Element Milling with Respect to Minimising Post-Machining Deformations // Materials. 2020. Vol. 13. № 21. Article number 4723. DOI: [10.3390/ma13214723](https://doi.org/10.3390/ma13214723).
- Еремейкин П.А., Жаргалова А.Д., Гаврюшин С.С. Проблема технологических деформаций при фрезерной обработке тонкостенных заготовок // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). 2019. Т. 21. № 3. С. 17–27. DOI: [10.17212/1994-6309-2019-21-3-17-27](https://doi.org/10.17212/1994-6309-2019-21-3-17-27).
- Киселёв Е.С., Имандинов Ш.А., Назаров М.В. Особенности обеспечения качества нежестких алюминиевых заготовок при фрезеровании с наложением ультразвуковых колебаний // Известия Волгоградского государственного технического университета. 2017. № 12. С. 14–17. EDN: [ZVLFAR](https://www.edn.ru/zvlfar).
- Васильков Д.В., Александров А.С., Голикова В.В. Автоколебания при обработке резанием // Системный анализ и аналитика. 2018. № 3. С. 25–35. EDN: [YNNEGL](https://www.edn.ru/ynnegl).
- Воронцов А.Л., Султан-Заде Н.М., Албагачиев А.Ю. Разработка новой теории резания. 7. Математическое описание образования стружки разных видов, пульсации сил резания и параметров контакта обработанной поверхности заготовки с задней поверхностью резца // Вестник машиностроения. 2008. № 7. С. 56–60. EDN: [JVNRFJ](https://www.edn.ru/jvnrfj).
- Chen Tao, Liu Jiaqiang, Liu Gang, Xiao Hui, Li Chunhui, Liu Xianli. Experimental Study on Titanium Alloy Cutting Property and Wear Mechanism with Circular-arc Milling Cutters // Chinese Journal of Mechanical Engineering. 2023. Vol. 36. Article number 57. DOI: [10.1186/s10033-023-00887-5](https://doi.org/10.1186/s10033-023-00887-5).
- Балякин А.В., Хаймович А.И., Чемпинский Л.А. Моделирование режима высокоскоростного фрезерования титанового сплава ВТ-9 // Известия Самарского научного центра Российской академии наук. 2013. Т. 15. № 6-3. С. 572–583. EDN: [SHQPHB](https://www.edn.ru/shqphb).
- Евдокимов Д.В., Скуратов Д.Л., Букатый А.С. Расчетное прогнозирование технологических остаточных деформаций лопаток ГТД на этапе конечного

- фрезерования // Известия Самарского научного центра Российской академии наук. 2022. Т. 24. № 1. С. 11–19. DOI: [10.37313/1990-5378-2022-24-1-11-19](https://doi.org/10.37313/1990-5378-2022-24-1-11-19).
16. Васильков Д.В., Александров А.С., Голикова В.В. Реология контактных взаимодействий при обработке резанием // Системный анализ и аналитика. 2018. № 2. С. 13–20. EDN: [YVMXEW](https://www.edn.ru/yvmxew).
 17. Унянин А.Н., Семдянкин И.В. Моделирование параметров и температурного поля процесса фрезерования заготовок тонкостенных деталей с различными скоростями подачи // Вестник Ульяновского государственного технического университета. 2021. № 1. С. 40–43. EDN: [TCGJNX](https://www.edn.ru/tcgjnx).
 18. Жияев А.С., Кугультинов С.Д. Математическое моделирование тепловых процессов при фрезеровании сложнопрофильных деталей из алюминиевых сплавов // Вестник Концерна ВКО «Алмаз – Антей». 2019. № 2. С. 65–70. EDN: [FKRVYF](https://www.edn.ru/fkrvyf).
 19. Воронцов А.Л., Султан-Заде Н.М., Албагачиев А.Ю. Разработка новой теории резания. 9. Практические расчеты параметров резания при точении // Вестник машиностроения. 2008. № 9. С. 67–76. EDN: [JVNSAD](https://www.edn.ru/jvnсад).
 20. Резников А.Н., Резников Л.А. Тепловые процессы в технологических системах. М.: Машиностроение, 1990. 288 с.
 21. Унянин А.Н. Аналитическое исследование температурного поля при фрезеровании с наложением ультразвуковых колебаний // Вестник РГАТУ им. П.А. Соловьева. 2017. № 2. С. 229–235. EDN: [YPZFHX](https://www.edn.ru/ypzfhx).
- REFERENCES**
1. Khudobin L.V., Khusainov A.Sh. *Shlifovanie zagotovok klinovidnykh izdeliy* [Grinding of blanks of wedge products]. Ulyanovsk, UIGTU Publ., 2007. 249 p.
 2. Hishihara T., Okuyama S., Kawamura S., Hanasaki S. Study on the geometrical accuracy in surface grinding. Thermal deformation of workpiece in traverse grinding. *International journal Japanese society precision engineering*, 1993, vol. 59, no. 7, pp. 1145–1150. DOI: [10.2493/jjspe.59.1145](https://doi.org/10.2493/jjspe.59.1145).
 3. Kuts V.V., Gridin D.S. Comprehensive study of the process of cutting screw grooves on the inner surface of a cylindrical thin-walled bronze bushing. *Izvestiya Tulkogo gosudarstvennogo universiteta. Tekhnicheskie nauki*, 2020, no. 10, pp. 72–79. EDN: [PXWMTS](https://www.edn.ru/pxwmts).
 4. Ladyagin R.V., Yakimov M.V. Study of the effect of force and temperature in the process of high-speed cutting on the accuracy of treatment of the cylinder blade case. *Izvestia of Samara Scientific Center of the Russian Academy of Sciences*, 2020, vol. 22, no. 3, pp. 111–115. DOI: [10.37313/1990-5378-2020-22-3-111-115](https://doi.org/10.37313/1990-5378-2020-22-3-111-115).
 5. Lapshin V.P., Khristoforova V.V., Nosachev S.V. Relationship of temperature and cutting force with tool wear and vibration in metal turning. *Obrabotka metallov / Metal working and material science*, 2020, vol. 22, no. 3, pp. 44–58. DOI: [10.17212/1994-6309-2020-22-3-44-58](https://doi.org/10.17212/1994-6309-2020-22-3-44-58).
 6. Duan Zhenjing, Li Changhe, Ding Wenfeng et al. Milling Force Model for Aviation Aluminum Alloy: Academic Insight and Perspective Analysis. *Chinese Journal of Mechanical Engineering*, 2021, vol. 34, article number 18. DOI: [10.1186/s10033-021-00536-9](https://doi.org/10.1186/s10033-021-00536-9).
 7. Radu P., Schnakovszky C. A Review of Proposed Models for Cutting Force Prediction in Milling Parts with Low Rigidity. *Machines*, 2024, vol. 12, no. 2, article number 140. DOI: [10.3390/machines12020140](https://doi.org/10.3390/machines12020140).
 8. Zawada-Michałowska M., Kuczmaszewski J., Legutko S., Pieško P. Techniques for Thin-Walled Element Milling with Respect to Minimising Post-Machining Deformations. *Materials*, 2020, vol. 13, no. 21, article number 4723. DOI: [10.3390/ma13214723](https://doi.org/10.3390/ma13214723).
 9. Eremykin P.A., Zhargalova A.D., Gavryushin S.S. Problem of technological deformations of thin-walled workpieces during milling. *Obrabotka metallov / Metal working and material science*, 2019, vol. 21, no. 3, pp. 17–27. DOI: [10.17212/1994-6309-2019-21.3-17-27](https://doi.org/10.17212/1994-6309-2019-21.3-17-27).
 10. Kiselev E.S., Imandinov Sh.A., Nazarov M.V. Quality assurance features non-rigid aluminum blanks when milling with ultrasonic vibrations. *Izvestiya Volgogradskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta*, 2017, no. 12, pp. 14–17. EDN: [ZVLFAR](https://www.edn.ru/zvlfar).
 11. Vasilkov D.V., Aleksandrov A.S., Golikova V.V. Self-oscillations during cutting processing. *Sistemnyy analiz i analitika*, 2018, no. 3, pp. 25–35. EDN: [YNNEGL](https://www.edn.ru/ynnegl).
 12. Vorontsov A.L., Sultan-Zade N.M., Albagachiev A.Yu. Development of a new theory of cutting 7. Mathematical description of the formation of different chips, pulsation of the cutting force, and contact parameters of the machined billet surface and the rear cutter surface. *Russian Engineering Research*, 2008, vol. 28, no. 7, pp. 674–680. DOI: [10.3103/S1068798X08070101](https://doi.org/10.3103/S1068798X08070101).
 13. Chen Tao, Liu Jiaqiang, Liu Gang, Xiao Hui, Li Chunhui, Liu Xianli. Experimental Study on Titanium Alloy Cutting Property and Wear Mechanism with Circular-arc Milling Cutters. *Chinese Journal of Mechanical Engineering*, 2023, vol. 36, article number 57. DOI: [10.1186/s10033-023-00887-5](https://doi.org/10.1186/s10033-023-00887-5).
 14. Balyakin A.V., Khaymovich A.I., Chempinskiy L.A. Modeling of the high-speed milling of titanium alloy VT-9. *Izvestia of Samara Scientific Center of the Russian Academy of Sciences*, 2013, vol. 15, no. 6-3, pp. 572–583. EDN: [SHOPHB](https://www.edn.ru/shophb).
 15. Evdokimov D.V., Skuratov D.L., Bukatyy A.S. Technological residual deformations prediction of GTE blades by numerical method after end milling. *Izvestia of Samara Scientific Center of the Russian Academy of Sciences*, 2022, vol. 24, no. 1, pp. 11–19. DOI: [10.37313/1990-5378-2022-24-1-11-19](https://doi.org/10.37313/1990-5378-2022-24-1-11-19).
 16. Vasilkov D.V., Aleksandrov A.S., Golikova V.V. Rheology of contact interactions during cutting processing. *Sistemnyy analiz i analitika*, 2018, no. 2, pp. 13–20. EDN: [YVMXEW](https://www.edn.ru/yvmxew).
 17. Unyanin A.N., Semdyankin I.V. Modeling of parameters and temperature field of the process of milling blanks of thin-walled parts with different feed speeds. *Vestnik Ulyanovskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta*, 2021, no. 1, pp. 40–43. EDN: [TCGJNX](https://www.edn.ru/tcgjnx).
 18. Zhilyaev A.S., Kugultinov S.D. Mathematical simulation of thermal processes when milling aluminum alloy formed parts. *Vestnik Koncerna VKO "Almaz – Antey"*, 2019, no. 2, pp. 65–70. EDN: [FKRVYF](https://www.edn.ru/fkrvyf).
 19. Vorontsov A.L., Sultan-Zade N.M., Albagachiev A.Yu. Development of a new theory of cutting 9. Practical calculations of cutting parameters in turning. *Russian En-*

- gineering Research, 2008, vol. 28, no. 9, pp. 878–888. DOI: [10.3103/S1068798X08090116](https://doi.org/10.3103/S1068798X08090116).
20. Reznikov A.N., Reznikov L.A. *Teplovye protsessy v technologicheskikh sistemakh* [Thermal processes in manufacturing systems]. Moscow, Mashinostroenie Publ., 1990. 288 p.
21. Unyanin A.N. Analytical research on the temperature field at milling with ultrasonic oscillations superposition. *Vestnik RGATU im. P.A. Soloveva*, 2017, no. 2, pp. 229–235. EDN: [YPZFHX](https://www.edn.ru/ypzfhx/).

The influence of cutting mode elements on the technological parameters of the process of milling blanks of titanium alloy thin-walled parts

© 2024

*Aleksandr N. Unyanin*¹, Doctor of Sciences (Engineering), Associate Professor
*Aleksandr V. Chudnov**, postgraduate student

Ulyanovsk State Technical University, Ulyanovsk (Russia)

*E-mail: chudnov73ru@gmail.com

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5557-4197>

Received 03.08.2023

Accepted 06.06.2024

Abstract: The purpose of a rational mechanical processing mode remains an urgent task of pre-production engineering. Known recommendations and methods for selecting this mode are focused on the processing of solid blanks and do not take into account the fact that when processing thin-walled blanks, the temperatures in the processing zone and the surface layer of the blank differ. The study is aimed at identifying patterns in changing the parameters of the milling process of thin-walled blanks depending on the mode elements, as well as developing recommendations for selecting this mode. The authors performed numerical simulation of technological parameters of the milling process of solid and thin-walled blanks made of titanium alloy under various modes. The cutting speed, cutting depth and feed per cutter tooth were varied. The cutting force, power and densities of heat sources and the temperature in the surface layer of the blank, in the contact zones of the cutter tooth with the blank and the chips with the front surface of the tooth were calculated. It has been found that when milling thin-walled blanks, the temperature field differs significantly from that formed when processing solid blanks due to low heat removal from the unprocessed surface. Increasing the feed per tooth by 45 % leads to an insignificant decrease in temperatures in the cutting zone (by 5...12 %). Increasing the cutting speed by 25 %, on the contrary, leads to an increase in temperatures by 5...10 %. Increasing the cutting depth leads to an increase in the temperature in the chip-tooth contact zone by 1.5 times and to an increase in the temperature in the tooth-blank contact zone.

Keywords: cutting mode; technological parameters of milling process; temperature field; yield strength; thin-walled blank; cutting force; cutting zone temperature.

Acknowledgements: The study was carried out with a grant of the Russian Science Foundation No. 24-29-00206, <https://rscf.ru/project/24-29-00206/>.

For citation: Unyanin A.N., Chudnov A.V. The influence of cutting mode elements on the technological parameters of the process of milling blanks of titanium alloy thin-walled parts. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 3, pp. 99–107. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-3-69-9.



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 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

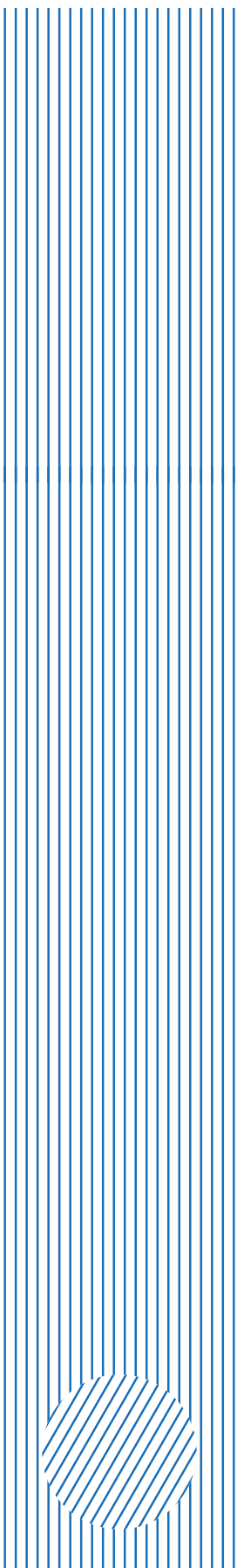
Рисунки и таблицы не должны выходить за пределы формата страницы. Альбомная ориентация страницы не допускается. Обязательно наличие подрисовочных подписей и названий таблиц. Если в тексте приводятся заимствованные рисунки, схемы, таблицы, необходимо указывать, откуда они были взяты.

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.



Микроструктура и прочность 3D-напечатанного сплава Ti–6Al–4V, подвергнутого кручению под высоким давлением

© 2024

Усманов Эмиль Ильдарович*¹, инженер НИИ физики перспективных материалов
Савина Яна Николаевна², инженер-исследователь НИИ физики перспективных материалов
Валиев Роман Русланович³, кандидат технических наук,
старший научный сотрудник НИИ физики перспективных материалов
Уфимский университет науки и технологий, Уфа (Россия)

*E-mail: usmanovei@uust.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1725-4651>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1387-8819>

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1584-2385>

Поступила в редакцию 27.06.2023

Принята к публикации 12.02.2024

Аннотация: В настоящее время одним из эффективных методов 3D-печати является проволоочная электронно-лучевая аддитивная технология (ЭЛАТ), которая позволяет изготавливать крупногабаритные промышленные заготовки из титанового сплава Ti–6Al–4V. Однако Ti–6Al–4V, полученный данным методом, демонстрирует пониженные прочностные свойства. Известно, что повысить прочностные свойства металлических материалов можно посредством измельчения их зеренной структуры кручением под высоким давлением (КВД). Настоящая работа направлена на исследование влияния КВД на микроструктуру и механическую прочность конструкционного титанового сплава Ti–6Al–4V, полученного методом ЭЛАТ. Посредством оптической, растровой и просвечивающей электронной микроскопии изучена микроструктура 3D-напечатанного сплава Ti–6Al–4V в исходном состоянии и после КВД. Проведен EBSD-анализ материала в исходном состоянии. Измерена микротвердость материала в исходном и деформированном состояниях. С использованием зависимости предела текучести от микротвердости определена предположительная механическая прочность материала после обработки методом КВД. Обсуждаются микроструктурные особенности 3D-напечатанного сплава Ti–6Al–4V после КВД, за счет которых обеспечивается повышенная прочность данного материала. Результаты исследований демонстрируют, что 3D-печать методом ЭЛАТ позволяет получить титановый сплав Ti–6Al–4V с необычной для данного материала микроструктурой, которая состоит из столбчатых первичных β -зерен с поперечным размером 1–2 мм, внутри которых располагаются мартенситные иглы α' -Ti. Между иглами α' -Ti наблюдаются тонкие прослойки β -Ti толщиной около 200 нм. Дальнейшая деформационная обработка сплава методом КВД позволила сформировать в его объеме ультрамелкозернистую структуру, состоящую предположительно из α -зерен со средним размером (25±10) нм. КВД-обработка 3D-напечатанного сплава позволила достичь довольно высоких значений микротвердости (448±5) HV_{0,1}, что по соотношению HV=2,8–3 σ_t соответствует предположительному пределу текучести, равному примерно 1460 МПа.

Ключевые слова: 3D-напечатанный титановый сплав Ti–6Al–4V; титановый сплав Ti–6Al–4V; электронно-лучевая проволоочная аддитивная технология; 3D-печать; кручение под высоким давлением; микроструктура; механические свойства.

Благодарности: Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 22-19-00445, <https://rscf.ru/project/22-19-00445/>.

Исследования выполнены 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: Усманов Э.И., Савина Я.Н., Валиев Р.Р. Микроструктура и прочность 3D-напечатанного сплава Ti–6Al–4V, подвергнутого кручению под высоким давлением // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 3. С. 109–116. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-3-69-10.

ВВЕДЕНИЕ

Кручение под высоким давлением (КВД) является одним из наиболее известных методов интенсивной пластической деформации (ИПД), который позволяет эффективно измельчать микроструктуру в металлических материалах и обеспечивать получение ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры с размерами менее 100 нм и, соответственно, повышение их прочностных свойств [1–3]. Имеется целый ряд работ по использованию КВД для обработки популярного в промышленности титанового сплава Ti–6Al–4V (российское название – ВТ6). В работе [4] авторы применили обработку

методом КВД на титановом сплаве Ti–6Al–4V, полученном горячей прокаткой. В результате наблюдали значительное измельчение зеренной структуры до 100–200 нм и, соответственно, сильный рост прочности до $\sigma_B=1740$ МПа. В работе [5] авторы подвергли обработке КВД титановый сплав Ti–6Al–4V с пластинчатой структурой. Результаты исследований показали, что 10 об. КВД при давлении 7,5 ГПа позволяют сформировать в сплаве Ti–6Al–4V наноструктурное состояние со средним размером зерен 52,7 нм и микротвердостью на уровне 432 HV. При этом наблюдался значительный рост трибологических свойств, таких как сопротивление

трению и износу. В работах [6–8] показано, что формирование УМЗ-структуры в сплаве Ti-6Al-4V обеспечивает проявление сверхпластичности в условиях относительно низких температур (550–650 °C).

В последние годы было продемонстрировано, что сплав Ti-6Al-4V и изделия из него могут быть успешно получены методами 3D-аддитивных технологий [9–11]. При этом в работах [12–14] показано, что метод проволоочной электронно-лучевой аддитивной технологии (ЭЛАТ) является одним из наиболее перспективных и открывает широкие перспективы для производства крупногабаритных деталей сложной формы из титановых сплавов. Основными преимуществами данной технологии являются высокая производительность (до 2500 см³/ч) и почти 100 % эффективность расхода сырья. Кроме того, проволока значительно дешевле по сравнению с порошковым сырьем, и ее номенклатура в продаже представлена гораздо шире.

3D-напечатанный титановый сплав Ti-6Al-4V имеет специфичную исходную микроструктуру, которая существенно отличается от такого же сплава, полученного традиционными способами производства (литьем, штамповкой и т. д.). В частности, микроструктура после ЭЛАТ-обработки состоит из крупных столбчатых зерен исходной β -фазы, содержащих пластинчатую мартенситную α' -фазу, которая формируется за счет быстрого затвердевания ванны расплава и многократных фазовых превращений, вызванных повторными термоциклами [10; 12]. Однако такая структура характеризуется более низкими прочностными свойствами и заметно уступает таковому по сравнению с горячекатаным состоянием [15; 16]. В этой связи актуальной задачей является изучение трансформации микроструктуры, полученной методами аддитивных технологий для повышения прочностных свойств сплава. Большой интерес представляет исследование формирования УМЗ-структуры при воздействии методами ИПД. Недавно такая работа была выполнена на сплаве Ti-6Al-4V, полученном посредством технологии прямого подвода энергии и материала (directed energy deposition (DED)), где исследовали влияние равноканального углового прессования (РКУП) на микроструктуру и механические свойства [17]. Было установлено, что в сплаве, подвергнутом РКУП, наблюдается заметное повышение механических свойств в терминах прочности и пластичности.

КВД-обработка приводит к еще более значительному измельчению структуры, и научный интерес представляют возможные уникальные свойства, которые может обрести 3D-напечатанный сплав Ti-6Al-4V после данной обработки. Настоящая работа носит фундаментальный характер. В дальнейшем ее результаты могут стать основой для исследований, направленных на повышение механических свойств 3D-напечатанных деталей разной геометрии, с использованием метода ИПД трением с перемешиванием, который, как известно, можно применять для обработки поверхности различных материалов, в т. ч. и титановых сплавов [18].

Цель исследования – изучение влияния обработки методом кручения под высоким давлением на микроструктуру и механическую прочность 3D-напечатанного методом проволоочной электронно-лучевой аддитивной технологии титанового сплава Ti-6Al-4V.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве материала для исследований использовали титановый сплав Ti-6Al-4V, полученный в ИФПМ СО РАН, г. Томск, Россия с помощью уникальной научной установки для проволоочного электронно-лучевого аддитивного производства [12; 13]. В качестве сырья применяли проволоку диаметром 1,6 мм из титанового сплава Ti-6Al-4V, плавление которой осуществлялось электронно-лучевой пушкой с плазменным катодом в вакууме $1,3 \times 10^{-3}$ Па. Подача проволоки производилась со скоростью 2 м/мин под углом 35° к поверхности опорной плиты. Перемещение опорной плиты относительно электронного луча осуществлялось по меандровой траектории с зеркально наплавленными слоями со скоростью 2,2 мм/с. Из полученной заготовки выточили прутки диаметром 20 мм. Затем из него при помощи электроэрозионного станка АРТА-120 вырезали образцы диаметром 20 мм и высотой 2 мм для проведения деформационной обработки и дальнейших исследований.

Образцы титанового сплава, полученные путем электронно-лучевого плавления проволоки, подвергались КВД на уникальной научной установке СКРУДЖ-200 в НИИ ФПМ ФГБОУ ВО «УУНиТ», г. Уфа, Россия при удельном сжимающем давлении 6 ГПа по режиму: количество оборотов – 10, скорость вращения бойка – 0,2 об/мин. После деформации были получены образцы диаметром 20 мм и высотой 0,9–1,0 мм. Данные режимы обработки подробно описаны в [2; 4].

Микроструктуру исходных и деформированных образцов исследовали с помощью оптического микроскопа Olympus GX51, сканирующего электронного микроскопа TESCAN MIRA LM и просвечивающего электронного микроскопа JEM-2100 (JEOL, Япония) с ускоряющим напряжением 200 кВ. Образцы для просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) после КВД получали из области в 5 мм от центра образца.

Оценку микротвердости проводили по методу Виккерса с алмазной пирамидкой при нагрузке 100 г в течение 15 с на приборе DuraScan 50 (EMCO-Test, Австрия). Для получения среднего значения для каждого структурного состояния измерения проводили не менее 40 раз.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Микроструктура сплава Ti-6Al-4V, полученного методом проволоочной ЭЛАТ, в исходном состоянии представлена на рис. 1. На изображении, полученном в оптическом микроскопе (рис. 1 а), наблюдаются столбчатые первичные β -зерна с поперечным размером 1–2 мм, в объеме которых в процессе наплавки сформировались зерна α -морфологии. Такие зерна состоят из комбинации пластинчатой и игольчатой мартенситной α' -фазы (темный контраст на изображении). Наблюдаются и крупные пластины β -фазы, размеры которых достигают примерно (10±2) мкм (светлый контраст на изображении). Детальные исследования микроструктуры образцов в растровой электронной микроскопии (РЭМ) и ПЭМ позволили определить толщину пластин α' -фазы, которая составляет примерно (1,5±0,5) мкм, а также тонкие прослойки толщиной около 200 нм (рис. 1 б–д), представляющие собой β -фазу. В широких пластинах α' -фазы заметны отдельные дислокации.

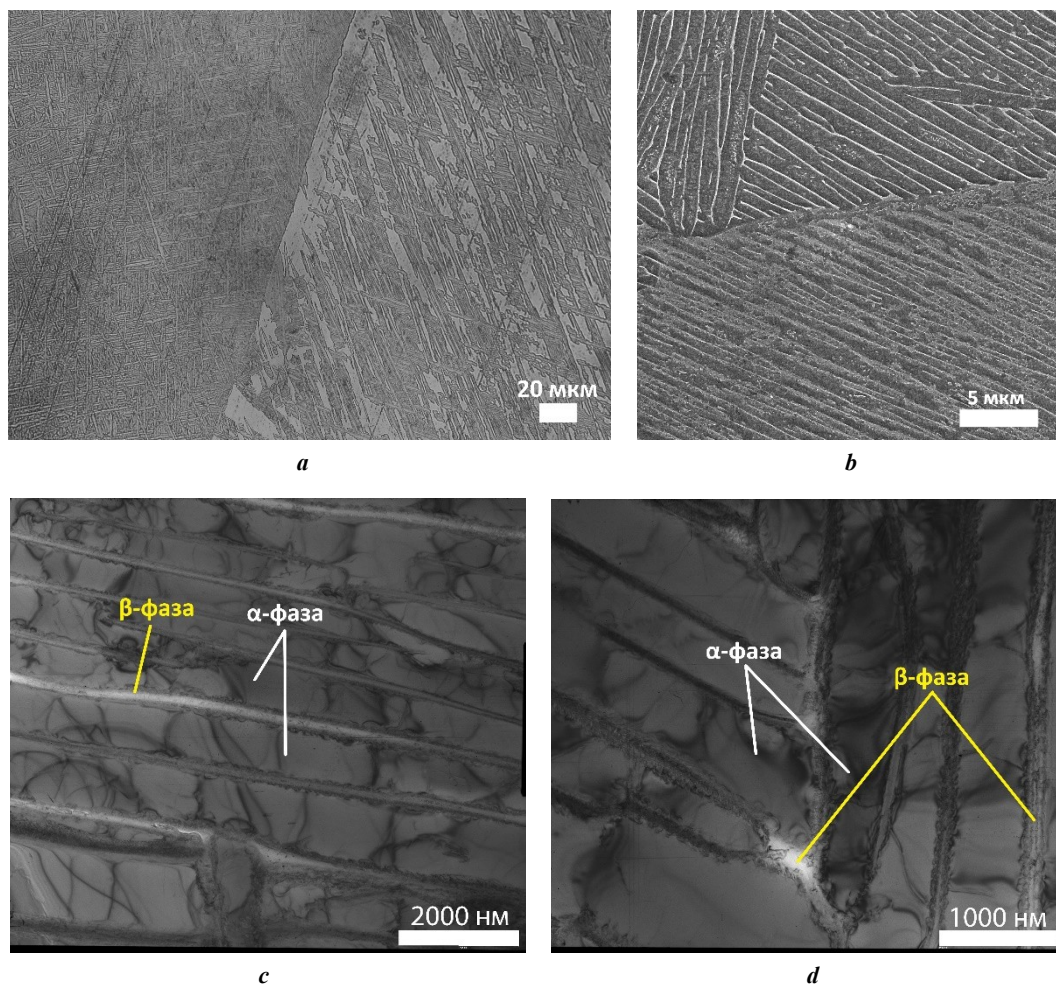


Рис. 1. Микроструктура 3D-напечатанного сплава Ti-6Al-4V:
a – в оптическом микроскопе (ОМ); *b* – в растровом электронном микроскопе (РЭМ);
c, d – в просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ)
Fig. 1. Microstructure of a 3D-printed Ti-6Al-4V alloy:
a – in an optical microscope (OM); *b* – in a scanning electron microscope (SEM);
c, d – in a transmission electron microscope (TEM)

На рис. 2 представлены результаты EBSD-анализа образца сплава Ti-6Al-4V в исходном состоянии. На EBSD-картинах в данном состоянии наблюдается пластинчатая микроструктура, объединенная в большие скопления с преимущественно малоугловой разориентировкой границ зерен. Протяженность большеугловых границ составила 17,6 см, малоугловых – 1,16 см.

В результате деформационной обработки методом КВД в сплаве Ti-6Al-4V удалось существенно измельчить структуру (рис. 3). Наблюдается неоднородный контраст из-за высокого уровня внутренних напряжений, обусловленного повышенной плотностью дефектов кристаллической решетки. По темнопольным изображениям структура состоит из равноосных зерен со средним размером (25±10) нм. На электронограммах наблюдаются многочисленные рефлексы, расположенные по окружности, что свидетельствует о наличии зерен с преимущественно большеугловыми границами. Размытие дифракционных рефлексов также свидетельствует о высоких внутренних напряжениях и упругих искажениях кристаллической решетки.

К сожалению, ввиду малого размера зерен и высоких внутренних напряжений не удалось получить EBSD-карты микроструктуры сплава Ti-6Al-4V, изготовленного с помощью ЭЛАТ и подвергнутого КВД.

В исходном состоянии среднее значение микротвердости образца Ti-6Al-4V, полученного ЭЛАТ, составляет (308±4) HV_{0,1} (рис. 4 и таблица 1). Последующая обработка методом КВД 3D-напечатанного сплава Ti-6Al-4V позволила значительно повысить значения микротвердости материала. При этом наблюдается небольшая неоднородность по диаметру образца, что характерно для деформации кручением. Наилучшая проработка в процессе КВД наблюдается в области середины радиуса, в которой средняя микротвердость находится на уровне порядка (448±5) HV_{0,1}.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

В настоящей работе был исследован титановый сплав Ti-6Al-4V, полученный проволочной ЭЛАТ и подвергнутый КВД. Микроструктура исходного

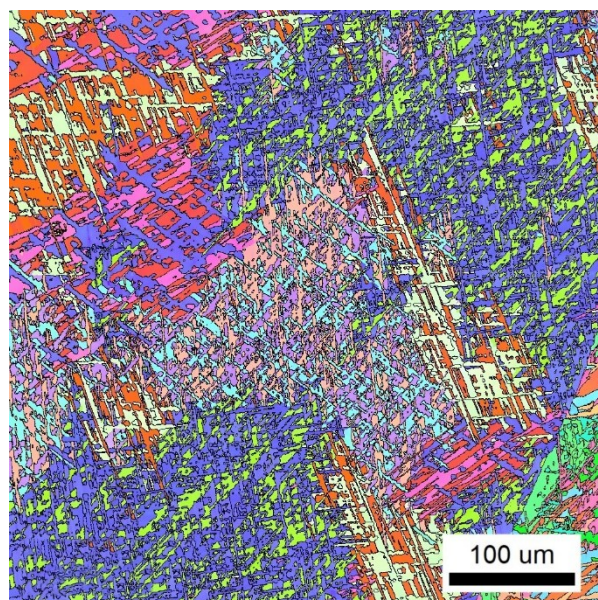


Рис. 2. EBSD-картина 3D-напечатанного образца сплава Ti-6Al-4V
Fig. 2. EBSD image of a 3D-printed Ti-6Al-4V alloy sample

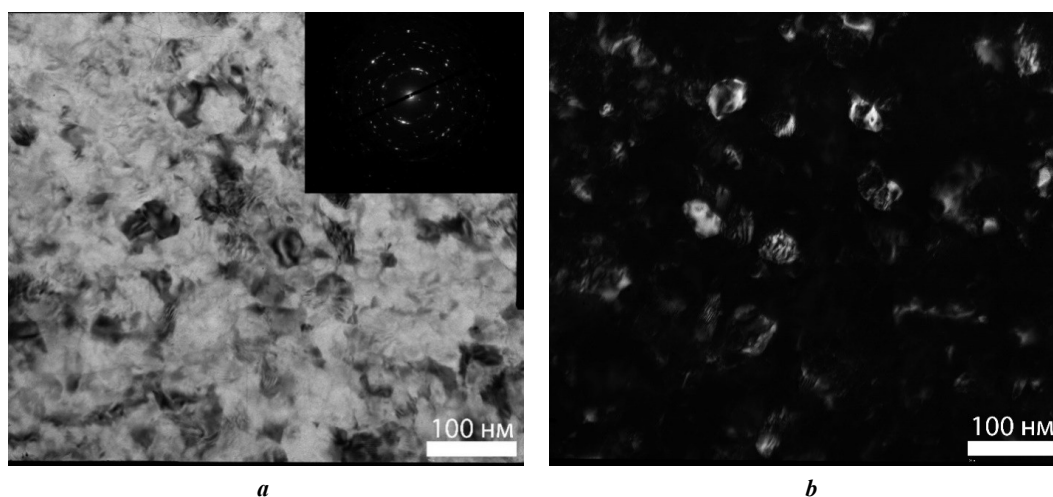


Рис. 3. ПЭМ-изображения структуры 3D-напечатанного сплава Ti-6Al-4V после КВД:
a – светлопольное изображение; **b** – темнопольное изображение
Fig. 3. TEM images of the structure of a 3D-printed Ti-6Al-4V alloy after high-pressure torsion (HPT):
a – bright-field image; **b** – dark-field image

состояния представляет собой столбчатые первичные β -зерна, внутри которых располагаются мартенситные пластины α' -Ti с поперечными размерами около $(1,5 \pm 0,5)$ мкм. Между мартенситными пластинами также наблюдаются тонкие прослойки β -фазы толщиной около 200 нм. Подобная структура часто наблюдается в титановом сплаве Ti-6Al-4V, полученном аддитивными технологиями [12–14]. Такая структура обусловлена тем, что в процессе проволоочной ЭЛАТ воздействие электронного пучка приводит к образованию ванны расплава в приповерхностном объеме подложки. В дальнейшем в результате затвердевания ванн и верхних слоев выращенного металла образуется столбчатая

структура из β -зерен. При кристаллизации наплавленного слоя имеет место эпитаксиальный рост столбчатых первичных β -зерен, размеры которых определяются скоростью охлаждения ванны расплава. После прохождения электронного пучка материал затвердевает в β -зерна и затем подвергается быстрому охлаждению, превращаясь в мартенситную α' -фазу, которая занимает практически весь объем β -зерна. Высокая скорость охлаждения ванны расплава в процессе 3D-печати приводит к низкому содержанию β стабилизирующего элемента (ванадия) в β -фазе и его наличию в α' -фазе [19].

В дальнейшем образец с исходной структурой был подвергнут КВД по режиму 10 об., скорость вращения

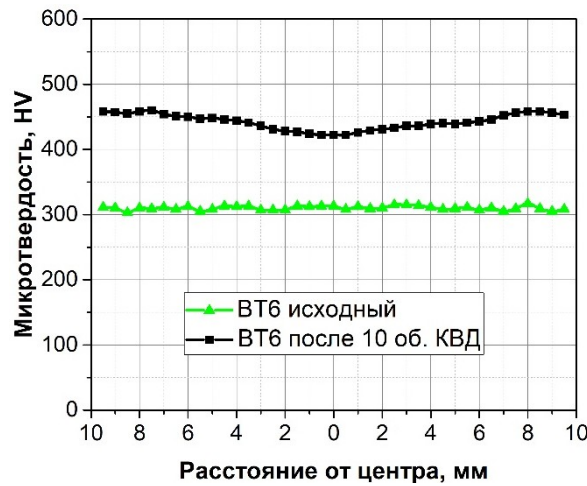


Рис. 4. Распределение микротвердости по диаметру 3D-напечатанного сплава Ti-6Al-4V в исходном состоянии и после кручения под высоким давлением (КВД)

Fig. 4. Microhardness distribution along the diameter of a 3D-printed Ti-6Al-4V alloy in the initial state and after high-pressure torsion (HPT)

Таблица 1. Средние значения размера зерен и микротвердости 3D-напечатанного образца титанового сплава Ti-6Al-4V
Table 1. Average values of grain size and microstructure of a 3D-printed sample of the Ti-6Al-4V titanium alloy

Состояние	Средний размер зерен	Микротвердость, HV _{0,1}
Исходное состояние	(1,5±0,5) мкм	308±4
КВД	(25±10) нм	448±5

бойка – 0,2 об/мин, при удельном сжимающем давлении 6 ГПа, что позволило существенно измельчить зеренную структуру до (25±10) нм и значительно повысить уровень внутренних напряжений. Полученная структура предположительно полностью состоит из α-фазы, так как известно, что в процессе КВД сплава Ti-6Al-4V происходит растворение β-фазы [5–7]. Полученная микроструктура отличается от наблюдаемой после КВД в титановом сплаве Ti-6Al-4V с (α+β)-структурой, характерной для горячекатаного состояния. В первую очередь различие структур проявляется в размерах деформированных зерен. Так, у горячекатаного сплава Ti-6Al-4V после КВД при различных режимах средний размер зерен составляет от 40 до 100 нм [4–6], в то время как у титанового сплава Ti-6Al-4V, полученного ЭЛАТ, наблюдается измельчение зерен до (25±10) нм. Такое различие структур титанового сплава Ti-6Al-4V после КВД обусловлено разными исходными состояниями. В 3D-напечатанном Ti-6Al-4V быстрое охлаждение материала в процессе наплавки методом проволоочной ЭЛАТ приводит к формированию преимущественно мартенситной α'-фазы. Исследования [6; 7] показывают, что такая исходная микроструктура Ti-6Al-4V оказывает существенное влияние на структуру и свойства сплава после КВД. Мартенситная структура содержит высокий уровень остаточных напряжений, дислокаций и дефектов упаковки, а также

двойники из-за сдвигового превращения [6; 7]. Кроме того, исходная микроструктура имеет большую объемную долю границ мартенситной α'-фазы, которые, вероятно, действуют как места зарождения для быстрой фрагментации зерен и образования субзерен на начальных этапах обработки КВД.

Среднее значение микротвердости 3D-напечатанного сплава Ti-6Al-4V в исходном состоянии составляет (308±4) HV_{0,1}, что характерно для крупнозернистого горячекатаного титанового сплава Ti-6Al-4V [5–7]. Обработка методом КВД позволила существенно повысить значения микротвердости 3D-напечатанного сплава Ti-6Al-4V до уровня порядка (448±5) HV_{0,1}. Полученные значения микротвердости являются довольно высокими для сплава Ti-6Al-4V, подвергнутого КВД [5–7]. Используя известное соотношение между микротвердостью и пределом текучести (HV=2,8–3σ_T), можно определить предполагаемую механическую прочность сплава Ti-6Al-4V [20; 21]. Таким образом, можно предположить, что после КВД предел текучести 3D-напечатанного методом ЭЛАТ титанового сплава Ti-6Al-4V достигает 1460 МПа, что является довольно высоким показателем для данного материала.

Как известно, высокая прочность металлических материалов с УМЗ-структурой, полученной методами ИПД, может быть обусловлена рядом факторов [3; 22; 23] – измельчением зеренной структуры, наличием

высокой плотности дислокаций, атомов примесей, дисперсных частиц вторых фаз, двойников и т. д. Кроме того, важным фактором являются структура и состояние границ зерен, которые обычно имеют неравновесную структуру и содержат значительное количество зернограницных сегрегаций и внедрений [22]. Очевидно, что природа полученной в настоящей работе высокой прочности 3D-напечатанного титанового сплава Ti-6Al-4V после КВД обусловлена рядом структурных особенностей, среди которых сильно измельченная зеренная структура и высокая плотность дефектов кристаллической решетки.

ВЫВОДЫ

1. Обработка КВД 3D-напечатанного сплава Ti-6Al-4V позволяет значительно измельчить зеренную структуру до размеров (25 ± 10) нм. Такое сильное измельчение не наблюдается в исходном горячекатанном состоянии сплава и связано с исходной мартенситной структурой Ti-6Al-4V.

2. КВД 3D-напечатанного сплава Ti-6Al-4V дало возможность существенно увеличить микротвердость материала до уровня порядка (448 ± 5) HV_{0,1}, что по отношению HV=2,8–3 σ_T соответствует $\sigma_T \approx 1460$ МПа. Такая высокая прочность обусловлена сильным измельчением структуры и значительной плотностью дефектов кристаллической решетки.

3. Результаты исследования демонстрируют, что исходное состояние сплава Ti-6Al-4V существенно влияет на измельчение зерен и фазовые превращения в результате КВД, что, соответственно, сказывается на прочностных характеристиках, достигаемых при данной обработке.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Valiev R.Z., Zhilyaev A.P., Langdon T.G. Bulk Nanostructured Materials: Fundamentals and Applications. New Jersey: John Wiley & Sons, 2013. 468 p.
- Horita Z., Edalati K. Severe Plastic Deformation for Nanostructure Controls // Materials Transactions. 2020. Vol. 61. № 11. P. 2241–2247. DOI: [10.2320/matertrans.MT-M2020134](https://doi.org/10.2320/matertrans.MT-M2020134).
- Valiev R.Z., Straumal B., Langdon T.G. Using Severe Plastic Deformation to Produce Nanostructured Materials with Superior Properties // Annual Review of Materials Research. 2022. Vol. 52. P. 357–382. DOI: [10.1146/annurev-matsci-081720-123248](https://doi.org/10.1146/annurev-matsci-081720-123248).
- Valiev R.R., Lomakin I.V., Stotskiy A.G., Modina Yu.M., Shafranov P.G., Gadzhiev F.A. Enhanced strength and ductility of an ultrafine-grained Ti alloy processed by HPT // Defect and Diffusion Forum. 2018. Vol. 385. P. 331–336. DOI: [10.4028/www.scientific.net/DDF.385.331](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/DDF.385.331).
- Deng Guanyu, Zhao Xing, Su Lihong, Wei Peitang, Zhang Liang, Zhan Lihua, Chong Yan, Zhu Hongtao, Tsuji Nobuhiro. Effect of high pressure torsion process on the microhardness, microstructure and tribological property of Ti6Al4V alloy // Journal of Materials Science & Technology. 2021. Vol. 94. P. 183–195. DOI: [10.1016/j.jmst.2021.03.044](https://doi.org/10.1016/j.jmst.2021.03.044).
- Shahmir H., Naghdi F., Pereira P.H.R., Yi Huang, Langdon T.G. Factors influencing superplasticity in the Ti-6Al-4V alloy processed by high-pressure torsion // Materials Science and Engineering: A. 2018. Vol. 718. P. 198–206. DOI: [10.1016/j.msea.2018.01.091](https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.01.091).
- Shahmir H., Langdon T.G. Using heat treatments, high-pressure torsion and post-deformation annealing to optimize the properties of Ti-6Al-4V alloys // Acta Materialia. 2017. Vol. 141. P. 419–426. DOI: [10.1016/j.actamat.2017.09.018](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.09.018).
- Sergueeva A.V., Stolyarov V.V., Valiev R.Z., Mukherjee A.K. Superplastic behaviour of ultrafine-grained Ti-6Al-4V alloys // Materials Science and Engineering: A. 2002. Vol. 323. № 1-2. P. 318–325. DOI: [10.1016/S0921-5093\(01\)01384-3](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01384-3).
- Pan Wang, Xipeng Tan, Mui Ling Sharon Nai, Shu Beng Tor, Jun Wei. Spatial and geometrical-based characterization of microstructure and microhardness for an electron beam melted Ti-6Al-4V component // Materials & Design. 2016. Vol. 95. P. 287–295. DOI: [10.1016/j.matdes.2016.01.093](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.01.093).
- Shunyu Liu, Yung C. Shin. Additive manufacturing of Ti6Al4V alloy: a review // Materials & Design. 2019. Vol. 164. Article number 107552. DOI: [10.1016/j.matdes.2018.107552](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.107552).
- Džugan J., Novy Z. Powder Application in Additive Manufacturing of Metallic Parts // Powder Metallurgy – Fundamentals and Case Studies. 2017. Article number 8. DOI: [10.5772/66874](https://doi.org/10.5772/66874).
- Panin A., Kazachenok M., Perevalova O., Martynov S., Panina A., Sklyarova E. Continuous electron beam post-treatment of EBF3-fabricated Ti-6Al-4V parts // Metals. 2019. Vol. 9. № 6. Article number 699. DOI: [10.3390/met9060699](https://doi.org/10.3390/met9060699).
- Panin A.V., Kazachenok M.S., Dmitriev A.I., Nikonov A.Y., Perevalova O.B., Kazantseva L.A., Sinyakova E.A., Martynov S.A. The effect of ultrasonic impact treatment on deformation and fracture of electron beam additive manufactured Ti-6Al-4V under uniaxial tension // Materials Science and Engineering: A. 2022. Vol. 832. Article number 142458. DOI: [10.1016/j.msea.2021.142458](https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.142458).
- Fuchs J., Schneider C., Enzinger N. Wire-based additive manufacturing using an electron beam as heat source // Welding in the World. 2018. Vol. 62. P. 267–275. DOI: [10.1007/s40194-017-0537-7](https://doi.org/10.1007/s40194-017-0537-7).
- Hayes B.J., Martin B.W., Welk B. et al. Predicting tensile properties of Ti-6Al-4V produced via directed energy deposition // Acta Materialia. 2017. Vol. 133. P. 120–133. DOI: [10.1016/j.actamat.2017.05.025](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.05.025).
- Panin A.V., Kazachenok M.S., Panin S.V., Berto F. Scale Levels of Quasi-Static and Dynamic Fracture Behavior of Ti-6Al-4V Parts Built by Various Additive Manufacturing Methods // Theoretical and Applied Fracture Mechanics. 2020. Vol. 110. Article number 102781. DOI: [10.1016/j.tafmec.2020.102781](https://doi.org/10.1016/j.tafmec.2020.102781).
- Trojanová Z., Halmešová K., Drozd Z., Džugan J., Valiev R.Z., Podaný P. The influence of severe plastic deformation on the thermal expansion of additively manufactured Ti6Al4V alloy // Journal of Materials Research and Technology. 2022. Vol. 19. P. 3498–3506. DOI: [10.1016/j.jmrt.2022.06.097](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.06.097).
- Mironov S., Sato Y.S., Kokawa H. Friction-stir welding and processing of Ti-6Al-4V titanium alloy: A review // Journal of Materials Science & Technology. 2018. Vol. 34. № 1. P. 58–72. DOI: [10.1016/j.jmst.2017.10.018](https://doi.org/10.1016/j.jmst.2017.10.018).

19. Vlasov I.V., Egorushkin V.E., Panin V.E., Panin A.V., Perevalova O.B. Fractography, Fracture Toughness and Structural Turbulence Under Low-Temperature Shock Loading of a Nonequilibrium Titanium Alloy Ti–6Al–4V // *Mechanics of Solids*. 2020. Vol. 55. № 5. P. 633–642. DOI: [10.3103/S0025654420050155](https://doi.org/10.3103/S0025654420050155).
 20. Syed A.K., Zhang Xiang, Caballero A., Shamir M., Williams S. Influence of deposition strategies on tensile and fatigue properties in a wire + arc additive manufactured Ti-6Al-4V // *International Journal of Fatigue*. 2021. Vol. 149. Article number 106268. DOI: [10.1016/j.ijfatigue.2021.106268](https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2021.106268).
 21. Semenova I.P., Shchitsyn Y.D., Trushnikov D.N., Gareev A.I., Polyakov A.V., Pesin M.V. Microstructural Features and Microhardness of the Ti-6Al-4V Alloy Synthesized by Additive Plasma Wire Deposition Welding // *Materials*. 2023. Vol. 16. № 3. Article number 941. DOI: [10.3390/ma16030941](https://doi.org/10.3390/ma16030941).
 22. Valiev R.Z., Usmanov E.I., Rezyapova L.R. The Superstrength of Nanostructured Metallic Materials: Their Physical Nature and Hardening Mechanisms // *Physics of Metals and Metallography*. 2022. Vol. 123. P. 1272–1278. DOI: [10.1134/S0031918X22601627](https://doi.org/10.1134/S0031918X22601627).
 23. Morris D.G. Strengthening mechanisms in nanocrystalline metals // *Nanostructured Metals and Alloys*. 2011. P. 299–328. DOI: [10.1533/9780857091123.3.299](https://doi.org/10.1533/9780857091123.3.299).
- REFERENCES**
1. Valiev R.Z., Zhilyaev A.P., Langdon T.G. *Bulk Nanostructured Materials: Fundamentals and Applications*. New Jersey, John Wiley & Sons Publ., 2013. 468 p.
 2. Horita Z., Edalati K. Severe Plastic Deformation for Nanostructure Controls. *Materials Transactions*, 2020, vol. 61, no. 11, pp. 2241–2247. DOI: [10.2320/matertrans.MT-M2020134](https://doi.org/10.2320/matertrans.MT-M2020134).
 3. Valiev R.Z., Straumal B., Langdon T.G. Using Severe Plastic Deformation to Produce Nanostructured Materials with Superior Properties. *Annual Review of Materials Research*, 2022, vol. 52, pp. 357–382. DOI: [10.1146/annurev-matsci-081720-123248](https://doi.org/10.1146/annurev-matsci-081720-123248).
 4. Valiev R.R., Lomakin I.V., Stotskiy A.G., Modina Yu.M., Shafranov P.G., Gadzhiev F.A. Enhanced strength and ductility of an ultrafine-grained Ti alloy processed by HPT. *Defect and Diffusion Forum*, 2018, vol. 385, pp. 331–336. DOI: [10.4028/www.scientific.net/DDF.385.331](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/DDF.385.331).
 5. Deng Guanyu, Zhao Xing, Su Lihong, Wei Peitang, Zhang Liang, Zhan Lihua, Chong Yan, Zhu Hongtao, Tsuji Nobuhiro. Effect of high pressure torsion process on the microhardness, microstructure and tribological property of Ti6Al4V alloy. *Journal of Materials Science & Technology*, 2021, vol. 94, pp. 183–195. DOI: [10.1016/j.jmst.2021.03.044](https://doi.org/10.1016/j.jmst.2021.03.044).
 6. Shahmir H., Naghdi F., Pereira P.H.R., Yi Huang, Langdon T.G. Factors influencing superplasticity in the Ti-6Al-4V alloy processed by high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering: A*, 2018, vol. 718, pp. 198–206. DOI: [10.1016/j.msea.2018.01.091](https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.01.091).
 7. Shahmir H., Langdon T.G. Using heat treatments, high-pressure torsion and post-deformation annealing to optimize the properties of Ti-6Al-4V alloys. *Acta Materialia*, 2017, vol. 141, pp. 419–426. DOI: [10.1016/j.actamat.2017.09.018](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.09.018).
 8. Sergueeva A.V., Stolyarov V.V., Valiev R.Z., Mukherjee A.K. Superplastic behaviour of ultrafine-grained Ti–6Al–4V alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 2002, vol. 323, no. 1–2, pp. 318–325. DOI: [10.1016/S0921-5093\(01\)01384-3](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01384-3).
 9. Pan Wang, Xipeng Tan, Mui Ling Sharon Nai, Shu Beng Tor, Jun Wei. Spatial and geometrical-based characterization of microstructure and microhardness for an electron beam melted Ti-6Al-4V component. *Materials & Design*, 2016, vol. 95, pp. 287–295. DOI: [10.1016/j.matdes.2016.01.093](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.01.093).
 10. Shunyu Liu, Yung C. Shin. Additive manufacturing of Ti6Al4V alloy: a review. *Materials & Design*, 2019, vol. 164, article number 107552. DOI: [10.1016/j.matdes.2018.107552](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.107552).
 11. Džugan J., Novy Z. Powder Application in Additive Manufacturing of Metallic Parts. *Powder Metallurgy – Fundamentals and Case Studies*, 2017, article number 8. DOI: [10.5772/66874](https://doi.org/10.5772/66874).
 12. Panin A., Kazachenok M., Perevalova O., Martynov S., Panina A., Sklyarova E. Continuous electron beam post-treatment of EBF3-fabricated Ti–6Al–4V parts. *Metals*, 2019, vol. 9, no. 6, article number 699. DOI: [10.3390/met9060699](https://doi.org/10.3390/met9060699).
 13. Panin A.V., Kazachenok M.S., Dmitriev A.I., Nikonov A.Y., Perevalova O.B., Kazantseva L.A., Sinyakova E.A., Martynov S.A. The effect of ultrasonic impact treatment on deformation and fracture of electron beam additive manufactured Ti-6Al-4V under uniaxial tension. *Materials Science and Engineering: A*, 2022, vol. 832, article number 142458. DOI: [10.1016/j.msea.2021.142458](https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.142458).
 14. Fuchs J., Schneider C., Enzinger N. Wire-based additive manufacturing using an electron beam as heat source. *Welding in the World*, 2018, vol. 62, pp. 267–275. DOI: [10.1007/s40194-017-0537-7](https://doi.org/10.1007/s40194-017-0537-7).
 15. Hayes B.J., Martin B.W., Welk B. et al. Predicting tensile properties of Ti-6Al-4V produced via directed energy deposition. *Acta Materialia*, 2017, vol. 133, pp. 120–133. DOI: [10.1016/j.actamat.2017.05.025](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.05.025).
 16. Panin A.V., Kazachenok M.S., Panin S.V., Berto F. Scale Levels of Quasi-Static and Dynamic Fracture Behavior of Ti-6Al-4V Parts Built by Various Additive Manufacturing Methods. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, 2020, vol. 110, article number 102781. DOI: [10.1016/j.tafmec.2020.102781](https://doi.org/10.1016/j.tafmec.2020.102781).
 17. Trojanová Z., Halmešová K., Drozd Z., Džugan J., Valiev R.Z., Podaný P. The influence of severe plastic deformation on the thermal expansion of additively manufactured Ti6Al4V alloy. *Journal of Materials Research and Technology*, 2022, vol. 19, pp. 3498–3506. DOI: [10.1016/j.jmrt.2022.06.097](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.06.097).
 18. Mironov S., Sato Y.S., Kokawa H. Friction-stir welding and processing of Ti-6Al-4V titanium alloy: A review. *Journal of Materials Science & Technology*, 2018, vol. 34, no. 1, pp. 58–72. DOI: [10.1016/j.jmst.2017.10.018](https://doi.org/10.1016/j.jmst.2017.10.018).
 19. Vlasov I.V., Egorushkin V.E., Panin V.E., Panin A.V., Perevalova O.B. Fractography, Fracture Toughness and Structural Turbulence Under Low-Temperature Shock Loading of a Nonequilibrium Titanium Alloy Ti–6Al–4V.

- Mechanics of Solids*, 2020, vol. 55, no. 5, pp. 633–642. DOI: [10.3103/S0025654420050155](https://doi.org/10.3103/S0025654420050155).
20. Syed A.K., Zhang Xiang, Caballero A., Shamir M., Williams S. Influence of deposition strategies on tensile and fatigue properties in a wire + arc additive manufactured Ti-6Al-4V. *International Journal of Fatigue*, 2021, vol. 149, article number 106268. DOI: [10.1016/j.ijfatigue.2021.106268](https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2021.106268).
21. Semenova I.P., Shchitsyn Y.D., Trushnikov D.N., Gareev A.I., Polyakov A.V., Pesin M.V. Microstructural Features and Microhardness of the Ti-6Al-4V Alloy Synthesized by Additive Plasma Wire Deposition Welding. *Materials*, 2023, vol. 16, no. 3, article number 941. DOI: [10.3390/ma16030941](https://doi.org/10.3390/ma16030941).
22. Valiev R.Z., Usmanov E.I., Rezyapova L.R. The Super-strength of Nanostructured Metallic Materials: Their Physical Nature and Hardening Mechanisms. *Physics of Metals and Metallography*, 2022, vol. 123, pp. 1272–1278. DOI: [10.1134/S0031918X22601627](https://doi.org/10.1134/S0031918X22601627).
23. Morris D.G. Strengthening mechanisms in nanocrystalline metals. *Nanostructured Metals and Alloys*, 2011, pp. 299–328. DOI: [10.1533/9780857091123.3.299](https://doi.org/10.1533/9780857091123.3.299).

Microstructure and strength of a 3D-printed Ti–6Al–4V alloy subjected to high-pressure torsion

© 2024

*Emil I. Usmanov*¹, engineer of the Research Institute of Physics of Advanced Materials

*Yana N. Savina*², research engineer of the Research Institute of Physics of Advanced Materials

*Roman R. Valiev*³, PhD (Engineering), senior researcher of the Research Institute of Physics of Advanced Materials
Ufa University of Science and Technology, Ufa (Russia)

*E-mail: usmanovei@uust.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1725-4651>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1387-8819>

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1584-2385>

Received 27.06.2023

Accepted 12.02.2024

Abstract: Currently, one of the effective 3D printing methods is wire-feed electron-beam additive manufacturing (EBAM), which allows producing large-sized commercial billets from Ti–6Al–4V titanium alloy. However, Ti–6Al–4V alloy produced by this method demonstrates reduced strength properties. It is known that it is possible to increase the strength properties of metallic materials by refining their grain structure by high-pressure torsion (HPT). This work is aimed at studying the influence of high-pressure torsion on the microstructure, and mechanical strength of a structural Ti–6Al–4V titanium alloy produced by the wire-feed electron-beam additive manufacturing method. The microstructure of a 3D-printed Ti–6Al–4V alloy in the initial state, and after high-pressure torsion, was studied using optical, scanning and transmission electron microscopy. An EBSD analysis of the material in its original state was carried out. The microhardness of the material in the initial and deformed states was measured. Using the dependence of the yield strength on microhardness, the estimated mechanical strength of the material after processing by the high-pressure torsion method was determined. The microstructural features of the 3D-printed Ti–6Al–4V alloy after high-pressure torsion, which provide increased strength of this material, are discussed. The research results demonstrate that 3D printing, using the electron-beam additive manufacturing method, allows producing a Ti–6Al–4V titanium alloy with a microstructure unusual for this material, which consists of columnar primary β -grains with a transverse size of 1–2 mm, inside of which martensitic α' -Ti needles are located. Thin β -Ti layers with a thickness of about 200 nm are observed between the α' -Ti needles. Further deformation treatment of the alloy, using the high-pressure torsion method, allowed forming an ultrafine-grained structure in its volume, presumably consisting of α -grains with an average size of (25 ± 10) nm. High-pressure torsion of the 3D-printed alloy allowed achieving rather high microhardness values of (448 ± 5) HV_{0.1}, which, according to the HV=2.8–3 σ_y ratio, corresponds to the estimated yield strength of approximately 1460 MPa.

Keywords: 3D-printed Ti–6Al–4V titanium alloy; Ti–6Al–4V titanium alloy; wire-feed electron-beam additive manufacturing; high-pressure torsion; microstructure; mechanical properties.

Acknowledgements: The study was supported by the Russian Science Foundation grant No. 22-19-00445, <https://rscf.ru/en/project/22-19-00445/>.

The research 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: Usmanov E.I., Savina Ya.N., Valiev R.R. Microstructure and strength of a 3D-printed Ti–6Al–4V alloy subjected to high-pressure torsion. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 3, pp. 109–116. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-3-69-10.

НАШИ АВТОРЫ

Аносов Максим Сергеевич, кандидат технических наук, доцент,
доцент кафедры «Технология и оборудование машиностроения».
Адрес: Нижегородский государственный технический университет им. Р.Е. Алексеева,
603155, Россия, г. Нижний Новгород, ул. Минина, 24.
E-mail: anosov.ms@nntu.ru

Антипова Евгения Дмитриевна, аспирант
кафедры «Технология машиностроения, станки и инструменты».
Адрес: Самарский государственный технический университет,
443100, Россия, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244.
E-mail: antipova.ev.smr@yandex.ru

Астапов Денис Олегович, студент.
Адрес: Томский государственный университет,
634050, Россия, г. Томск, пр-т Ленина, 36.
E-mail: denis.0612@mail.ru

Астафурова Елена Геннадьевна, доктор физико-математических наук,
заведующий лабораторией физики иерархических структур в металлах и сплавах.
Адрес: Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН,
634055, Россия, г. Томск, Академический пр-т, 2/4.
E-mail: elena.g.astafurova@gmail.com

Белова Галина Сергеевна, кандидат технических наук, младший научный сотрудник
лаборатории «Цифровые двойники материалов и технологических процессов их обработки».
Адрес: Самарский государственный технический университет,
443100, Россия, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244.
E-mail: galya.belova.94@mail.ru

Валиев Роман Русланович, кандидат технических наук,
старший научный сотрудник НИИ физики перспективных материалов.
Адрес: Уфимский университет науки и технологий,
450076, Россия, г. Уфа, ул. Заки Валиди, 32.
E-mail: rovaliev@gmail.com

Выбойщик Михаил Александрович, доктор физико-математических наук, профессор,
профессор кафедры «Сварка, обработка материалов давлением и родственные процессы».
Адрес: Тольяттинский государственный университет,
445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.
E-mail: vma63vma@yandex.ru

Гнусина Анастасия Михайловна, аспирант
кафедры «Нанотехнологии, материаловедение и механика».
Адрес: Тольяттинский государственный университет,
445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.
E-mail: anastasiya.gnusina@vaz.ru

Гришин Роман Георгиевич, кандидат технических наук, доцент,
доцент кафедры «Технология машиностроения, станки и инструменты».
Адрес: Самарский государственный технический университет,
443100, Россия, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244.
E-mail: grg-s1@mail.ru

Грузков Игорь Викторович, аспирант,
заведующий лабораторией оптической и электронной микроскопии.
Адрес 1: Тольяттинский государственный университет,
445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.
Адрес 2: ООО «ИТ-Сервис»,
443001, Россия, г. Самара, ул. Ульяновская/Ярмарочная, 52/55.
E-mail: gruzkov@its-samara.com

Гуртова Дарья Юрьевна, студент.

Адрес: Томский государственный университет,
634050, Россия, г. Томск, пр-т Ленина, 36.
E-mail: dasha_gurtova@mail.ru

Денисенко Александр Федорович, доктор технических наук, профессор,
профессор кафедры «Технология машиностроения, станки и инструменты».

Адрес: Самарский государственный технический университет,
443100, Россия, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244.
E-mail: tmsi@samgtu.ru

Кабалдин Юрий Георгиевич, доктор технических наук, профессор,
профессор кафедры «Технология и оборудование машиностроения».

Адрес: Нижегородский государственный технический университет им. Р.Е. Алексеева,
603155, Россия, г. Нижний Новгород, ул. Минина, 24.
E-mail: uru.40@mail.ru

Людмирский Юрий Георгиевич, доктор технических наук, профессор,
ведущий научный сотрудник Центра научных компетенций.

Адрес: Донской государственный технический университет,
344010, Россия, г. Ростов-на-Дону, пл. Гагарина, 1.
E-mail: lyudmirskiy40@mail.ru

Майдан Дмитрий Александрович, кандидат технических наук, доцент,
доцент кафедры «Металловедение, порошковая металлургия, наноматериалы».

Адрес: Самарский государственный технический университет,
443100, Россия, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244.
E-mail: mtm.samgtu@mail.ru

Мельников Евгений Васильевич, младший научный сотрудник
лаборатории физики иерархических структур в металлах и сплавах.

Адрес: Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН,
634055, Россия, г. Томск, Академический пр-т, 2/4.
E-mail: melnickow.jenya@yandex.ru

Мордовина Юлия Сергеевна, аспирант,

инженер по учебному процессу института переподготовки специалистов
Адрес: Нижегородский государственный технический университет им. Р.Е. Алексеева,
603155, Россия, г. Нижний Новгород, ул. Минина, 24.
E-mail: ips4@nntu.ru

Мордовцев Николай Алексеевич, магистрант.

Адрес: Донской государственный технический университет,
344010, Россия, г. Ростов-на-Дону, пл. Гагарина, 1.
E-mail: mar642@mail.ru

Нескоромный Станислав Валерьевич, кандидат технических наук, доцент,
заведующий кафедрой «Машины и автоматизация сварочного производства».

Адрес: Донской государственный технический университет,
344010, Россия, г. Ростов-на-Дону, пл. Гагарина, 1.
E-mail: nescoromniy@mail.ru

Панченко Марина Юрьевна, младший научный сотрудник
лаборатории физики иерархических структур в металлах и сплавах.

Адрес: Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН,
634055, Россия, г. Томск, Академический пр-т, 2/4.
E-mail: panchenko.marina4@gmail.com

Поленок Милена Владиславовна, магистрант
кафедры материаловедения и физики металлов,
лаборант НИЛ «Металлы и сплавы при экстремальных воздействиях».
Адрес 1: Институт физики молекул и кристаллов
Уфимского федерального исследовательского центра РАН,
450054, Россия, г. Уфа, пр-т Октября, 71.
Адрес 2: Уфимский университет науки и технологий,
450076, Россия, г. Уфа, ул. Заки Валиди, 32.
E-mail: renaweiwei.179@mail.ru

Савина Яна Николаевна, инженер-исследователь
НИИ физики перспективных материалов.
Адрес: Уфимский университет науки и технологий,
450076, Россия, г. Уфа, ул. Заки Валиди, 32.
E-mail: savina.yana18@yandex.ru

Святкин Алексей Владимирович, кандидат технических наук,
доцент кафедры «Нанотехнологии, материаловедение и механика».
Адрес: Тольяттинский государственный университет,
445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.
E-mail: astgl@mail.ru

Ситдиков Виль Даянович, доктор физико-математических наук, старший эксперт,
старший научный сотрудник.
Адрес 1: ООО «РН-БашНИПИнефть»,
450006, Россия, г. Уфа, ул. Ленина, 86/1.
Адрес 2: Институт физики молекул и кристаллов
Уфимского федерального исследовательского центра РАН,
450054, Россия, г. Уфа, пр-т Октября, 71.
E-mail: SitdikovVD@bnipi.rosneft.ru

Стрижаков Евгений Львович, доктор технических наук, профессор,
ведущий научный сотрудник Центра научных компетенций.
Адрес: Донской государственный технический университет,
344010, Россия, г. Ростов-на-Дону, пл. Гагарина, 1.
E-mail: strizhakov@inbox.ru

Титова Юлия Владимировна, кандидат технических наук, доцент,
доцент кафедры «Металловедение, порошковая металлургия, наноматериалы».
Адрес: Самарский государственный технический университет,
443100, Россия, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244.
E-mail: titova600@mail.ru

Унянин Александр Николаевич, доктор технических наук, доцент.
Адрес: Ульяновский государственный технический университет,
432027, Россия, г. Ульяновск, ул. Северный Венец, 32.
E-mail: a_un@mail.ru

Усманов Эмиль Ильдарович, инженер
НИИ физики перспективных материалов.
Адрес: Уфимский университет науки и технологий,
450076, Россия, г. Уфа, ул. Заки Валиди, 32.
E-mail: usmanovei@uust.ru

Хафизова Эльвира Динифовна, кандидат технических наук,
доцент кафедры материаловедения и физики металлов,
старший научный сотрудник НИЛ «Металлы и сплавы при экстремальных воздействиях».
Адрес 1: Институт физики молекул и кристаллов
Уфимского федерального исследовательского центра РАН,
450054, Россия, г. Уфа, пр-т Октября, 71.
Адрес 2: Уфимский университет науки и технологий,
450076, Россия, г. Уфа, ул. Заки Валиди, 32.
E-mail: ela.90@mail.ru

Чернигин Михаил Алексеевич, аспирант, инженер

кафедры «Технология и оборудование машиностроения».

Адрес: Нижегородский государственный технический университет им. Р.Е. Алексеева,
603155, Россия, г. Нижний Новгород, ул. Минина, 24.

E-mail: honeybadger52@yandex.ru

Чуднов Александр Владимирович, аспирант.

Адрес: Ульяновский государственный технический университет,
432027, Россия, г. Ульяновск, ул. Северный Венец, 32.

E-mail: chudnov73ru@gmail.com

Якубова Алсу Фаридовна, аспирант.

Адрес: Самарский государственный технический университет,
443100, Россия, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244.

E-mail: minekhanovaaf@mail.ru

OUR AUTHORS

Anosov Maksim Sergeevich, PhD (Engineering), Associate Professor, assistant professor of Chair “Technology and Equipment of Mechanical Engineering”.
Address: R.E. Alekseev Nizhny Novgorod State Technical University, 603155, Russia, Nizhny Novgorod, Minin Street, 24.
E-mail: anosov.ms@nntu.ru

Antipova Evgeniya Dmitrievna, postgraduate student of Chair “Mechanical Engineering Technology, Machines and Tools”.
Address: Samara State Technical University, 443100, Russia, Samara, Molodogvardeyskaya Street, 244.
E-mail: antipova.ev.smr@yandex.ru

Astafurova Elena Gennadyevna, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Head of Laboratory of Physics of Hierarchic Structures in Metals and Alloys.
Address: Institute of Strength Physics and Materials Science of Siberian Branch of RAS, 634055, Russia, Tomsk, Akademichesky Prospekt, 2/4.
E-mail: elena.g.astafurova@gmail.com

Astapov Denis Olegovich, student.
Address: Tomsk State University, 634050, Russia, Tomsk, Lenin Prospekt, 36.
E-mail: denis.0612@mail.ru

Belova Galina Sergeevna, PhD (Engineering), junior researcher of the Laboratory “Digital Twins of Materials and Technological Procedures of their Processing”.
Address: Samara State Technical University, 443100, Russia, Samara, Molodogvardeyskaya Street, 244.
E-mail: galya.belova.94@mail.ru

Chernigin Mikhail Alekseevich, postgraduate student, engineer of Chair “Technology and Equipment of Mechanical Engineering”.
Address: R.E. Alekseev Nizhny Novgorod State Technical University, 603155, Russia, Nizhny Novgorod, Minin Street, 24.
E-mail: honeybadger52@yandex.ru

Chudnov Aleksandr Vladimirovich, postgraduate student.
Address: Ulyanovsk State Technical University, 432027, Russia, Ulyanovsk, Severny Venets Street, 32.
E-mail: chudnov73ru@gmail.com

Denisenko Aleksandr Fedorovich, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, professor of Chair “Mechanical Engineering Technology, Machines and Tools”.
Address: Samara State Technical University, 443100, Russia, Samara, Molodogvardeyskaya Street, 244.
E-mail: tmsi@samgtu.ru

Gnusina Anastasiya Mikhailovna, postgraduate student of Chair “Nanotechnologies, Materials Science and Mechanics”.
Address: Togliatti State University, 445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.
E-mail: anastasiya.gnusina@vaz.ru

Grishin Roman Georgievich, PhD (Engineering), Associate Professor, assistant professor of Chair “Mechanical Engineering Technology, Machines and Tools”.
Address: Samara State Technical University, 443100, Russia, Samara, Molodogvardeyskaya Street, 244.
E-mail: grg-s1@mail.ru

Gruzkov Igor Viktorovich, postgraduate student,
Head of the Laboratory of Optical and Electron Microscopy.
Address 1: Togliatti State University,
445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.
Address 2: IT-Service Limited Liability Company,
443001, Russia, Samara, Ulyanovskaya/Yarmarochnaya Street, 52/55.
E-mail: gruzkov@its-samara.com

Gurtova Darya Yuryevna, student.
Address: Tomsk State University,
634050, Russia, Tomsk, Lenin Prospekt, 36.
E-mail: dasha_gurtova@mail.ru

Kabaldin Yury Georgievich, Doctor of Sciences (Engineering), Professor,
professor of Chair “Technology and Equipment of Mechanical Engineering”.
Address: R.E. Alekseev Nizhny Novgorod State Technical University,
603155, Russia, Nizhny Novgorod, Minin Street, 24.
E-mail: uru.40@mail.ru

Khafizova Elvira Dinifovna, PhD (Engineering),
assistant professor of Chair of Materials Science and Metal Physics,
senior researcher at the Research Laboratory “Metals and Alloys under Extreme Exposures”.
Address 1: Institute of Physics of Molecules and Crystals
of Ufa Federal Research Center of RAS,
450054, Russia, Ufa, Prospekt Oktyabrya, 71.
Address 2: Ufa University of Science and Technology,
450076, Russia, Ufa, Zaki Validi Street, 32.
E-mail: ela.90@mail.ru

Lyudmirsky Yury Georgievich, Doctor of Sciences (Engineering), Professor,
leading researcher of the Center for Scientific Competencies.
Address: Don State Technical University,
344010, Russia, Rostov-on-Don, Gagarin Square, 1.
E-mail: lyudmirskiy40@mail.ru

Maidan Dmitry Aleksandrovich, PhD (Engineering), Associate Professor,
assistant professor of Chair “Materials Science, Powder Metallurgy, Nanomaterials”.
Address: Samara State Technical University,
443100, Russia, Samara, Molodogvardeyskaya Street, 244.
E-mail: mtm.samgtu@mail.ru

Melnikov Evgeny Vasilyevich, junior researcher
of Laboratory of Physics of Hierarchic Structures in Metals and Alloys.
Address: Institute of Strength Physics and Materials Science of Siberian Branch of RAS,
634055, Russia, Tomsk, Akademichesky Prospekt, 2/4.
E-mail: melnickow.jenya@yandex.ru

Mordovina Yuliya Sergeevna, postgraduate student,
educational process engineer of the Institute of Retraining of Specialists.
Address: R.E. Alekseev Nizhny Novgorod State Technical University,
603155, Russia, Nizhny Novgorod, Minin Street, 24.
E-mail: ips4@nntu.ru

Mordovtsev Nikolay Alekseevich, graduate student.
Address: Don State Technical University,
344010, Russia, Rostov-on-Don, Gagarin Square, 1.
E-mail: map642@mail.ru

Nescoromniy Stanislav Valeryevich, PhD (Engineering), Associate Professor,
Head of Chair “Machines and Automation of Welding Engineering”.
Address: Don State Technical University,
344010, Russia, Rostov-on-Don, Gagarin Square, 1.
E-mail: nescoromniy@mail.ru

Panchenko Marina Yuryevna, junior researcher
of Laboratory of Physics of Hierarchic Structures in Metals and Alloys.
Address: Institute of Strength Physics and Materials Science of Siberian Branch of RAS,
634055, Russia, Tomsk, Akademichesky Prospekt, 2/4.
E-mail: panchenko.marina4@gmail.com

Polenok Milena Vladislavovna, graduate student
of Chair of Materials Science and Physics of Metals,
research assistant at the Research Laboratory “Metals and Alloys under Extreme Exposures”.
Address 1: Institute of Physics of Molecules and Crystals
of Ufa Federal Research Center of RAS,
450054, Russia, Ufa, Prospekt Oktyabrya, 71.
Address 2: Ufa University of Science and Technology,
450076, Russia, Ufa, Zaki Validi Street, 32.
E-mail: renaweiwei.179@mail.ru

Savina Yana Nikolaevna, research engineer
of the Research Institute of Physics of Advanced Materials.
Address: Ufa University of Science and Technology,
450076, Russia, Ufa, Zaki Validi Street, 32.
E-mail: savina.yana18@yandex.ru

Sitdikov Vil Dayanovich, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics),
senior expert, senior researcher.
Address 1: OOO RN-BashNIPIneft,
450006, Russia, Ufa, Lenin Street, 86/1.
Address 2: Institute of Physics of Molecules and Crystals
of Ufa Federal Research Center of RAS,
450054, Russia, Ufa, Prospekt Oktyabrya, 71.
E-mail: SitdikovVD@bnipi.rosneft.ru

Strizhakov Evgeny Lvovich, Doctor of Sciences (Engineering), Professor,
leading researcher of the Center for Scientific Competencies.
Address: Don State Technical University,
344010, Russia, Rostov-on-Don, Gagarin Square, 1.
E-mail: strizhakov@inbox.ru

Svyatkin Aleksey Vladimirovich, PhD (Engineering),
assistant professor of Chair “Nanotechnologies, Materials Science and Mechanics”.
Address: Togliatti State University,
445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.
E-mail: astgl@mail.ru

Titova Yulia Vladimirovna, PhD (Engineering), Associate Professor,
assistant professor of Chair “Materials Science, Powder Metallurgy, Nanomaterials”.
Address: Samara State Technical University,
443100, Russia, Samara, Molodogvardeyskaya Street, 244.
E-mail: titova600@mail.ru

Unyanin Aleksandr Nikolaevich, Doctor of Sciences (Engineering), Associate Professor.
Address: Ulyanovsk State Technical University,
432027, Russia, Ulyanovsk, Severny Venets Street, 32.
E-mail: a_un@mail.ru

Usmanov Emil Ildarovich, engineer
of the Research Institute of Physics of Advanced Materials.
Address: Ufa University of Science and Technology,
450076, Russia, Ufa, Zaki Validi Street, 32.
E-mail: usmanovei@uust.ru

Valiev Roman Ruslanovich, PhD (Engineering),
senior researcher of the Research Institute of Physics of Advanced Materials.
Address: Ufa University of Science and Technology,
450076, Russia, Ufa, Zaki Validi Street, 32.
E-mail: rovaliev@gmail.com

Vyboishchik Mikhail Aleksandrovich, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor, professor of Chair “Welding, Pressure Treatment of Materials and Allied Processes”.

Address: Togliatti State University,
445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.
E-mail: vma63vma@yandex.ru

Yakubova Alsu Faridovna, postgraduate student.

Address: Samara State Technical University,
443100, Russia, Samara, Molodogvardeyskaya Street, 244.
E-mail: minekhanovaaf@mail.ru

На обложке: Микроструктура стали 08ХМФА после закалки (СЭМ). Авторы фото: М.А. Выбойщик, профессор кафедры «Сварка, обработка материалов давлением и родственные процессы» (Тольяттинский государственный университет, Тольятти, Россия), И.В. Грузков, аспирант (Тольяттинский государственный университет, Тольятти, Россия), заведующий лабораторией оптической и электронной микроскопии (ООО «ИТ-Сервис», Тольятти, Россия).

On the cover: Microstructure of 08KhMFA steel after quenching (SEM). Authors of the photo: M.A. Vyboishchik, professor of Chair “Welding, Pressure Treatment of Materials and Allied Processes” (Togliatti State University, Togliatti, Russia), I.V. Gruzkov, postgraduate student (Togliatti State University, Togliatti, Russia), Head of the Laboratory of Optical and Electron Microscopy (IT-Service Limited Liability Company, Togliatti, Russia).