



# Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures



http://dream-journal.org



Editor-in-Chief: Sergey V. Smirnov Deputy Editors-in-Chief: Sergey V. Gladkovsky Deputy Editors-in-Chief: Evgenii Yu. Prosviryakov

#### Editorial Council

Anatoly A. Burenin (Russia) Irina G. Goryacheva (Russia) Janez Grum (Slovenia) Mikhail P. Lebedev (Russia) Leopold I. Leontiev (Russia) Evgeny V. Lomakin (Russia) Valery P. Matveenko (Russia) Nikolay A. Makhutov (Russia) Nikita F. Morozov (Russia) Vladimir V. Moskvichev (Russia) Sergey V. Panin (Russia) Vasily M. Fomin (Russia) Shao Wen-zhu (China)

http://dream-journal.org

Editorial Board

Boris V. Artemyev (Moscow) Vladimir A. Bataev (Novosibirsk) Ivan A. Bataev (Novosibirsk) Aleksandr K. Belyaev (St.-Peterburg) Sergey V. Burov (Ekaterinburg) Vladimir O. Vaskovsky (Ekaterinburg) **Dmitry I. Vichuzhanin** (Ekaterinburg) Vladimir G. Degtyar (Miass) Igor G. Emelyanov (Ekaterinburg) Sergey M. Zadvorkin (Ekaterinburg) Alexander G. Zalazinsky (Ekaterinburg) Anatoly V. Konovalov (Ekaterinburg) Vladimir N. Kostin (Ekaterinburg) Tatyana P. Lyubimova (Perm) Aleksey V. Makarov (Ekaterinburg) Vladimir A. Mironov (Ekaterinburg) Sergey A. Mikhaylov (Kazan) Radik R. Mulyukov (Ufa) Vitaly V. Muravyov (Izhevsk) Aleksandr P. Nichipuruk (Ekaterinburg) Oleg A. Plekhov (Perm) Anna M. Povlotskaya (Ekaterinburg) Nataliya B. Pugacheva (Ekaterinburg) Igor Yu. Pyshmintsev (Chelyabinsk) Anatoly B. Rinkevich (Ekaterinburg) Roman A. Savray (Ekaterinburg) Alexander S. Smirnov (Ekaterinburg) Alexander I. Ulyanov (Izhevsk) Yulia V. Khudorozhkova (Ekaterinburg)

Eelena E. Verstakova, editor of the English translation Irina M. Tsiklina, editor of Russian texts Anna V. Garieva, maker-up Galina V. Torlopova, associate editor Raul N. Shakirov, site admin

Postal address: Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 34 Komsomolskaya st., 620049, Ekaterinburg, Russian Federation phone: +7 (343) 375-35-83, fax: +7 (343) 374-53-30 e-mail: dream-journal@mail.ru http://dream-journal.org



Issue 6, 2022

ISSN 2410-9908

#### Главный редактор: Смирнов Сергей Витальевич, д.т.н. Заместитель главного редактора: Сергей Викторович Гладковский, д.т.н. Заместитель главного редактора: Евгений Юрьевич Просвиряков, д.ф-м.н.

Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures

Редакционный совет:

Буренин Анатолий Александрович, член-корр. РАН, д.ф.-м.н. (Россия) Горячева Ирина Георгиевна, академик РАН, д.ф.-м.н. (Россия) Грум Янез, Рh.D, (Республика Словения) Лебедев Михаил Петрович, член-корр. РАН, д.т.н. (Россия) Леонтьев Леопольд Игоревич, академик РАН, д.т.н. (Россия) Ломакин Евгений Викторович, член-корр. РАН, д.ф.-м.н. (Россия) Матвеенко Валерий Павлович, академик РАН, д.т.н. (Россия) Матвеенко Валерий Павлович, член-корр. РАН, д.т.н. (Россия) Махутов Николай Андреевич, член-корр. РАН, д.т.н. (Россия) Морозов Никита Федорович, академик РАН, д.ф.-м.н. (Россия) Москвичев Владимир Викторович, д.т.н. (Россия) Панин Сергей Викторович, д.т.н. (Россия) Фомин Василий Михайлович, академик РАН, д.ф.-м.н. (Россия) Шао Вэнь-чжу, профессор (Китай)

http://dream-journal.org

Редакционная коллегия:

Артемьев Борис Викторович, д.т.н., (Москва) Батаев Владимир Андреевич, д.т.н. (Новосибирск) Батаев Иван Анатольевич, д.т.н. (Новосибирск) Беляев Александр Константинович, член-корр. РАН, д.ф.-м.н., (Санкт-Петербург) Буров Сергей Владимирович, к.т.н. (Екатеринбург) Васьковский Владимир Олегович, д.ф.-м.н. (Екатеринбург) Вичужанин Дмитрий Иванович, к.т.н. (Екатеринбург) Дегтярь Владимир Григорьевич, академик РАН, д.т.н. (Миасс) Емельянов Игорь Георгиевич, д.т.н. (Екатеринбург) Задворкин Сергей Михайлович, к.ф-м.н. (Екатеринбург) Залазинский Александр Георгиевич, д.т.н. (Екатеринбург) Коновалов Анатолий Владимирович, д.т.н. (Екатеринбург) Костин Владимир Николаевич, д.т.н. (Екатеринбург) Любимова Татьяна Петровна, д.ф.-м.н. (Пермь) Макаров Алексей Викторович, член-корр. РАН, д.т.н. (Екатеринбург) Миронов Владимир Александрович, д.м.н. (Екатеринбург) Михайлов Сергей Анатольевич, член-корр. АН РТ, д.ф.-м.н., (Казань) Мулюков Радик Рафикович, член-корр. РАН, д.ф.-м.н. (Уфа) Муравьев Виталий Васильевич, д.т.н. (Ижевск) Ничипурук Александр Петрович, д.т.н. (Екатеринбург) Плехов Олег Анатольевич, член-корр. РАН, д.ф.-м.н. (Пермь) Поволоцкая Анна Моисеевна, к.т.н. (Екатеринбург) Пугачева Наталия Борисовна, д.т.н. (Екатеринбург) Пышминцев Игорь Юрьевич, д.т.н. (Челябинск) Ринкевич Анатолий Брониславович, член-корр. РАН, д.ф-м.н. (Екатеринбург) Саврай Роман Анатольевич, к.т.н. (Екатеринбург) Смирнов Александр Сергеевич, к.т.н. (Екатеринбург) Ульянов Александр Иванович, д.т.н. (Ижевск) Худорожкова Юлия Викторовна, к.т.н. (Екатеринбург)

Верстакова Елена Евгеньевна – редактор перевода текста на английский язык Циклина Ирина Михайловна – редактор текста Гариева Анна Валерьевна – верстальщик текста Торлопова Галина Викторовна – помощник редактора Шакиров Рауль Нурович, к.т.н. – администратор сайта журнала

Адрес редакции:

Россия, 620049, г. Екатеринбург, ул. Комсомольская, д. 34., ИМАШ УрО РАН телефон: +7 (343) 375 35 83, факс +7 (343) 374-53-30 e-mail: dream-journal@mail.ru http://dream-journal.org



ISSN 2410-9908

## CONTENTS

| Tolmachev T. P., Pilyugin V. P., Nikolayeva N. V., Ancharov A. I., Patselov A. M.,<br>Solov'eva Yu. V., Chashchukhina T. I., Voronova L. M., and Degtyarev M. V. Effect<br>of cryodeformation by high-pressure torsion on the fracture surface of Au-Co alloys  | 6   |
|---|-----|
| Reutov Yu. Ya. A surface eddy current transducer for metal loss detection   | 16  |
| Pugacheva N. B. and Polyakov P. A. The effect of boron on the protective properties of aluminide coatings   | 25  |
| Panfilov A. O., Zykova A. P., Chumaevskii A. V., Beloborodov V. A., Nikonov S. Yu., and Kolubaev E. A. The effect of aluminum concentration on the structure evolution and mechanical properties of Cu/Al composites produced by electron-beam additive manufacturing   | 35  |
| <b>Pegov V. I. and Moshkin I. Yu.</b> Studying multiphase flow around a vehicle moving freely to the water surface  | 46  |
| Chumaevskii A. V., Panfilov A. O., Kalashnikov K. N., Zykova A. P., Kalashnikova T. A.,<br>Vorontsov A. V., Nikonov S. Yu., Moskvichev E. N., Semenchuk V. M., Rubtsov V. E.,<br>and Kolubaev E. A. Production of metal matrix composites based on aluminum-manganese<br>bronze and nickel alloys by wire-feed electron-beam additive manufacturing | 65  |
| Chumaevskii A. V., Shamarin N. N., Panfilov A. O., Zykova A. P., Filippov A. V.,<br>Moskvichev E. N., Rubtsov V. E., and Kolubaev E. A. Obtaining a steel-based metal matrix<br>composite by wire-feed additive electron beam manufacturing with the introduction of tung-<br>sten powder   | 76  |
| <b>Kuznetsov A. R., Starikov S. A., and Sagaradze V. V.</b> Phonon instabilities in a metal on the bain FCC–BCC transformation path   | 86  |
| <b>Goruleva L. S., Zadvorkin S. M., and Mushnikov A. N.</b> Effect of plastic deformation on the phase composition and electromagnetic characteristics of the 321N austenitic steel (08KH18N10T)  | 95  |
| <b>Danilov S. E.</b> Formation of intermetallic particles in an Fe-Ni-Al alloy during annealing and electron irradiation  | 107 |



# СОДЕРЖАНИЕ

Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures Issue 6, 2022

| Толмачев Т. П., Пилюгин В. П., Николаева Н. В., Анчаров А. И., Пацелов А. М.,<br>Соловьева Ю. В., Чащухина Т. И., Воронова Л. М., Дегтярев М. В. Влияние крио-<br>деформации сдвигом под давлением на формирование поверхности разрушения спла-<br>вов Au-Co   | 6   |
|--|-----|
| Реутов Ю. Я. Накладной вихретоковый преобразователь для выявления потерь металла   | 16  |
| Пугачева Н. Б., Поляков П. А. Влияние бора на защитные свойства алюминидных покрытий   | 25  |
| Панфилов А. О., Зыкова А. П., Чумаевский А. В., Белобородов В. А., Никонов С. Ю., Колубаев Е. А. Влияние концентрации алюминия на эволюцию структуры и механиче-<br>ские свойства композитов Cu/Al, полученных электронно-лучевой аддитивной техно-<br>логией  | 35  |
| Пегов В. И., Мошкин И. Ю. Исследование многофазного обтекания при свободном движении изделия к поверхности воды  | 46  |
| Чумаевский А. В., Панфилов А. О., Калашников К. Н., Зыкова А. П., Калашникова Т. А., Воронцов А. В., Никонов С. Ю., Москвичев Е. Н., Семенчук В. М., Рубцов В. Е., Колубаев Е. А. Получение композиционных материалов на основе алюминиево-марганцевой бронзы и никелевых сплавов методом электронно-лучевой аддитивной технологии | 65  |
| Чумаевский А. В., Шамарин Н. Н., Панфилов А. О., Зыкова А. П., Филиппов А. В., Москвичев Е. Н., Рубцов В. Е., Колубаев Е. А. Получение композиционного материала на основе стали методом проволочной аддитивной электронно-лучевой технологии с введением порошка вольфрама  | 76  |
| Кузнецов А. Р., Стариков С. А., Сагарадзе В. В. Нестабильности фононов в металле на бейновском пути ГЦК-ОЦК превращения  | 86  |
| <b>Горулева Л. С., Задворкин С. М., Мушников А. Н.</b> Влияние пластической деформации на фазовый состав и электромагнитные характеристики аустенитной стали марки 321H (08X18H10T)  | 95  |
| Данилов С. Е. Образование интерметаллидных частиц в сплаве Fe-Ni-Al при отжиге и облучении электронами   | 107 |



ISSN 2410-9908

Received: 02.08.2022 Revised: 24.11.2022 Accepted: 23.12.2022 DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.006-015

#### EFFECT OF CRYODEFORMATION BY HIGH-PRESSURE TORSION ON THE FRACTURE SURFACE OF Au-Co ALLOYS

Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures Issue 6, 2022

T. P. Tolmachev<sup>1, 2, a), \*</sup>, V. P. Pilyugin<sup>2, 3, b)</sup>, N. V. Nikolayeva<sup>2</sup>, A. I. Ancharov<sup>4, 5, c)</sup>, A. M. Patselov<sup>2, d)</sup>, Yu. V. Solov'eva<sup>6, e)</sup>, T. I. Chashchukhina<sup>2, f)</sup>, L. M. Voronova<sup>2, g)</sup>, and M. V. Degtyarev<sup>2, h)</sup>

 <sup>1</sup>Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 34 Komsomolskaya St., Ekaterinburg, 620049, Russia
 <sup>2</sup>M. N. Mikheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 18 S. Kovalevskoy St., 620108, Ekaterinburg, Russia

<sup>3</sup>Ural Federal University, 19 Mira St., Ekaterinburg, 620002, Russia

<sup>4</sup>Institute of Solid State Chemistry and Mechanochemistry, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences,

18 Kutateladze St., Novosibirsk, 630128, Russia

<sup>5</sup>Budker Institute of Nuclear Physics, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences,

11 Ak. Lavrentieva Ave., Novosibirsk, 630090, Russia

<sup>6</sup>Tomsk State University of Architecture and Civil Engineering,

2 Solyanaya Sq., Tomsk, 634003, Russia

a) b https://orcid.org/0000-0001-9073-4507 b tolmachev@imp.uran.ru;
 b) b https://orcid.org/0000-0002-5150-6605 p pilyugin@imp.uran.ru;
 c) b https://orcid.org/0000-0003-2258-437X a ancharov@mail.ru;
 d) b https://orcid.org/0000-0001-6438-0725 p patselov@imp.uran.ru;
 e) b https://orcid.org/0000-0003-2362-0555 j\_sol@mail.ru;
 f) b https://orcid.org/0000-0002-7056-6937 highpress@imp.uran.ru;
 g) b https://orcid.org/0000-0002-0853-8126 b highpress@imp.uran.ru;
 h) b https://orcid.org/0000-0001-8482-4928 b degtyarev@imp.uran.ru

\*Corresponding author. E-mail: tolmachev@imp.uran.ru Address for correspondence: IMP UB RAS, 18 S. Kovalevskoy St., Ekaterinburg, 620990, Russian Tel: +7 (343) 378 3805; fax: +7 (343) 374 5244

Au-Co alloys with limited solubility were synthesized by the high-pressure torsion in boiling nitrogen at various anvil revolutions. Au and Co were initially in the state of a powder mixture in an equiatomic ratio. The obtained alloys were subjected to SEM fractography and XRD analysis in transmission X-ray synchrotron radiation, depending on the amount of strain. It is shown that the morphology of the fracture surfaces of the synthesized alloy depends significantly on strain. It is revealed that the mutual mixing of the components increases with strain. The images of the fracture surfaces of the Au-Co alloys testify that, as the strain and the number of anvil revolutions increase, a transition from ductile fracture, with inclusions of brittle intergranular fracture, to uniformly ductile fracture is observed over the entire thickness of the sample. A further increase in the strain and the number of anvil revolutions corresponds to the transition from the ductile type of the fracture surface becomes more homogeneous and that the size of the structural elements of the fracture surface decreases with increasing strain.

Keywords: Au-Co alloys, mechanical alloying, high-pressure torsion, fracture.



#### Acknowledgment

The materials were produced and processed at the IMP UB RAS, Ekaterinburg. The electron microscopic investigations were performed by means of the equipment of the Testing Center of Nanotechnology and Advanced Materials shared research facilities of the IMP UB RAS, Ekaterinburg. The X-ray synchrotron measurements were made with the Hard X-Ray Diffractometry experimental station of the Siberian Synchrotron and Terahertz Radiation Center shared research facilities, BINP SB RAS, Novosibirsk.

The research was performed partially under the state assignment from the Russian Ministry of Education and Science (theme Pressure, No. 122021000032-5), and it was financially supported by the RFBR, project No. 19-32-60039.

#### References

1. Miedema A.R., De Chatel P.F., De Boer F.R. Cohesion in alloys – fundamentals of a semiempirical model. *Physica B*, 1980, vol. 100, pp. 1–28. DOI: 10.1016/0378-4363(80)90054-6.

2. Okamoto H., Massalski T.B., Hasebe M., Nishizawa T. The Au-Co (Gold-Cobalt) system. *Bulletin of Alloy Phase Diagrams*, 1985, vol. 6, pp. 449–454. DOI: 10.1007/BF02869509.

3. Barabash O.M. and Koval' Yu.N. *Struktura i svoistva metallov i splavov*: Spravochnik [The Structure and Properties of Metals and Alloys: Handbook]. Kiev, Naukova Dumka Publ., 1986. (In Russian).

4. *Svoystva elementov*: spravochnik [Properties of Elements: A Handbook, ed. by M.E. Drits]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1985]. (In Russian).

5. Bernardi J., Hutten A., Thomas G. GMR behavior of nanostructured heterogeneous M-Co (M=Cu, Ag, Au) alloys. *Nanostructured Materials*, 1996, vol. 7, Nos. 1/2, pp. 205–220. DOI: 10.1016/0965-9773(95)00310-X.

6. Park J., Bae S.H., Son I. Improved contact resistance and solderability of electrodeposited Au-Sn alloy layer with high thermal stability for electronic contacts. *Applied Surface Science*, 2021, vol. 551, pp. 149405. DOI: 10.1016/j.apsusc.2021.149405.

7. Fredriksson H., Sunnerkrantz P.A., Wictorin L. A binary dental gold-cobalt alloy of eutectic composition. *Acta Odontologica Scandinavica*, 1983, vol. 41, iss. 3, pp. 135–141. DOI: 10.3109/00016358309162314.

8. Zhou Y., Wang X., Huang X., Deng H., Hu Y. Construction of a gold-cobalt alloy catalyst to enhance the green reduction of carbon dioxide. *Journal of CO*<sub>2</sub> *Utilization*. 2022, vol. 65, pp. 102245. DOI: 10.1016/j.jcou.2022.102245.

9. Glezer A.M., Kozlov E.V., Koneva N.A., Popova N.A., Kurzina I.A. *Plastic Deformation of Nanostructured Materials*. London, New York, CRC Press, Taylor and Francis Group, 2017, 334 p. DOI: 10.1201/9781315111964.

10. Harsha R.N., Mithun Kulkarni V., Satish Babu B. Severe Plastic Deformation – A Review. In: *Materials Today*: proceedings, 2018, vol. 5, iss. 10, part 3, pp. 22340–22349. DOI: 10.1016/j.matpr.2018.06.600.

11. Degtyarev M.V. Multistage nature of the structure evolution in iron and structural steels upon shear under pressure. *The Physics of Metals and Metallography*, 2005, vol. 99, No. 6, pp. 595–608.

12. Tolmachev T.P., Pilyugin V.P., Ancharov A.I., Chernyshev E.G., Patselov A.M. The formation, structure, and properties of the Au–Co alloys produced by severe plastic deformation under pressure. *The Physics of Metals and Metallography*, 2016, vol. 117, pp. 135–142. DOI: 10.1134/S0031918X16020125.

13. Tolmachev T.P., Pilyugin V.P., Patselov A.M., Antonova O.V., Chernyshev E.G., Ancharov A.I., Degtyarev M.V. Stages of Mechanical Alloying in Systems with Different Solubility Cu–Zn and Au–Co in the Case of Cold and Low-Temperature Deformation by Torsion Under Pressure. *Russian Physics Journal*, 2018, vol. 61, pp. 942–948. DOI: 10.1007/s11182-018-1481-8.



14. B.A. Miller, R.J. Shipley, R.J. Parrington, D.P. Dennies, eds. Failure Analysis and Prevention: ASM Handbook, vol. 11, Materials Park, OH, ASM International, 2021, 856 p.

15. Nassef A.E., Alateyah A.I., El-Hadek M.A., El-Garaihy W.H. Mechanical behavior and fracture surface characterization of liquid-phase sintered Cu-Sn powder alloys. *Advanced Materials Letters*, 2017, vol. 8, iss. 6, pp. 717–722. DOI: 10.5185/amlett.2017.1485.

16. Korznikova G.F., Korznikova E.A., Khalikova G.R., Nazarov K.S., Khisamov R.Kh., Sergeev S.N., Shayakhmetov R.U., Mulyukov R.R. Al based layered in situ metal-matrix composites fabricated by constrained high pressure torsion. *Letters on Materials*, 2021, vol. 11 (4s), pp. 533–543. DOI: 10.22226/2410-3535-2021-4-533-543.

17. Chernyshev E.G., Pilyugin V.P., Patselov A.M., Serikov V.V., Kleinerman N.M. Study of the phase composition and homogeneity of Fe-Cu alloys prepared by mechanoactivation under pressure. *The Physics of Metals and Metallography*, 2001, vol. 92, No. 2, pp. 179–184.

18. Ancharov A.I. The use of hard synchrotron radiation for diffraction studies of composite and functional materials. *Russian Physics Journal*, 2017, vol. 60, pp. 543–549. DOI: 10.1007/s11182-017-1106-7.



Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures Issue 6, 2022

ISSN 2410-9908

http://dream-journal.org

Подана в журнал: 02.08.2022 УДК 544.463:[669.21+546.73] DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.006-015

#### ВЛИЯНИЕ КРИОДЕФОРМАЦИИ СДВИГОМ ПОД ДАВЛЕНИЕМ НА ФОРМИРОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТИ РАЗРУШЕНИЯ СПЛАВОВ Au-Co

Т. П. Толмачев<sup>1, 2, а), \*</sup>, В. П. Пилюгин<sup>2, 3, 6)</sup>, Н. В. Николаева<sup>2</sup>, А. И. Анчаров<sup>4, 5, в)</sup>, А. М. Пацелов<sup>2, г)</sup>, Ю. В. Соловьева<sup>6, д)</sup>, Т. И. Чащухина<sup>2, е)</sup>, Л. М. Воронова<sup>2, ж)</sup>, М. В. Дегтярев<sup>2, 3)</sup>

> <sup>1</sup>Институт машиноведения им. Э.С. Горкунова УрО РАН, ул. Комсомольская, 34, 620049, Екатеринбург, Российская Федерация <sup>2</sup>Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН, ул. С. Ковалевской, 18, 620990 г. Екатеринбург, Российская Федерация <sup>3</sup>Уральский федеральный университет, ул. Мира, 19, 620002 г. Екатеринбург, Российская Федерация <sup>4</sup>Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН, ул. Кутателадзе, 18, 630128 г. Новосибирск, Российская Федерация <sup>5</sup>Институт я дерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН, пр-кт Ак. Лаврентьева, 11, 630090. г. Новосибирск, Российская Федерация <sup>6</sup>Томский государственный архитектурно-строительный университет, Соляная пл., 2, 634003, г. Томск, Российская Федерация

| <sup>a)</sup> D https://orcid.org/0000-0001-9073-4507   | tolmachev@imp.uran.ru; |
|---|------------------------|
| <sup>6)</sup> D https://orcid.org/0000-0002-5150-6605   | pilyugin@imp.uran.ru;  |
| <sup>B)</sup> https://orcid.org/0000-0003-2258-437X     | ancharov@mail.ru;      |
| <sup>r)</sup> ttps://orcid.org/0000-0001-6438-0725      | patselov@imp.uran.ru;  |
| <sup>10</sup> https://orcid.org/0000-0003-2362-0555     | j_sol@mail.ru;         |
| <sup>e)</sup> (D) https://orcid.org/0000-0002-7056-6937 | highpress@imp.uran.ru; |
| *) D https://orcid.org/0000-0002-0853-8126              | highpress@imp.uran.ru; |
| <sup>3)</sup> D https://orcid.org/0000-0001-8482-4928   | degtyarev@imp.uran.ru  |

\*Ответственный автор. Электронная почта: tolmachev@imp.uran.ru Адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620990, Российская Федерация Тел.: (343) 378–38–05; факс: (343) 374–52–44

Методом сдвига (кручения) под давлением в условиях кипящего жидкого азота были синтезированы сплавы системы с ограниченной растворимостью Au-Co. Компоненты системы исходно находились в порошковом состоянии в виде смеси в эквиатомном соотношении. Механическое сплавление Аи и Со осуществляли при различных оборотах наковальни. На полученных сплавах проводили фрактографическое исследование при помощи сканирующей электронной микроскопии, а также рентгенофазовый анализ по данным дифрактометрии в рентгеновском синхротронном излучении в геометрии на просвет в зависимости от величины деформации. Сделан вывод, что морфология поверхностей разрушения механически синтезированных сплавов Au-Co существенно зависит от величины деформации. Выявлено, что с ростом величины деформации возрастает взаимное перемешивание компонентов. По данным изображений поверхностей разрушения сплавов Au-Co, с ростом величины деформации и числа оборотов наковальни наблюдается переход от вязкого типа рельефа излома с включениями областей хрупкого межкристаллитного разрушения к вязкому типу рельефа излома по всей толщине образца. Дальнейший рост величины деформации и числа оборотов наковальни соответствует переходу от вязкого к хрупкому типу рельефа поверхности разрушения. Кроме того, по данным фрактографии сплавов Аu-Co выявлено, что с ростом величи-



ны деформации рельеф поверхности разрушения становится более гомогенным, а также уменьшается размер элементов структуры излома.

**Ключевые слова:** система Au-Co, механическое сплавление, сдвиг (кручение) под давлением, разрушение.

#### 1. Введение

Максимальная растворимость для системы Au-Co в твердом состоянии составляет около 20 ат. % Со в матрице Au при температурах, близких 1000 °C, и практически отсутствует при комнатной и более низкой температурах [1–3]. Это обусловлено положительной энтальпией смешения рассматриваемых элементов, а также различием их физикомеханических свойств [2, 4]. Рассматриваемая система представляет интерес в качестве основы для материалов, обладающих гигантским магнитосопротивлением [5], используемых в микроэлектронике в качестве контактов [6], в качестве сплавов для стоматологии [7] и катализаторов для снижения выбросов углекислого газа [8]. Ранее методом сдвига (кручения) под давлением [9–11] для данной системы были получены твердые растворы и сделан вывод, что снижение температуры синтеза до криогенной (температуры жидкого азота) приводит к интенсификации процессов образования неравновесных растворов [12, 13].

Одним из методов исследования прочностных свойств сплавов является изучение морфологии их изломов с помощью электронной микроскопии [14–16]. Метод позволяет оценить влияние условий деформации на процесс разрушения сплава. Известно, что величина деформации при сдвиге под давлением меняется с радиусом образца [9–11], что может существенно повлиять на прочностные свойства сплава.

Цель настоящей работы – анализ морфологии поверхностей разрушения сплавов Au-Со, которые были получены механическим сплавлением методом сдвига под давлением при температуре кипения жидкого азота и при различном числе оборотов наковальни, в зависимости от величины деформации.

#### 2. Методы исследования

Для деформационных криообработок использовали эквиатомную смесь порошков кобальта и золота с размером частиц 50 и 300 мкм и чистотой 99,60 % и 99,99 %, соответственно. Применяли плоские наковальни Бриджмена из ВК-6 твердостью 92 HRA, с диаметром рабочих площадок 5 мм. Степень деформации, реализованной в ходе сдвига под давлением, оценивали по формуле для истинной деформации [11]. Число оборотов наковален при механосплавлении составляло 1, 15 и 30.

Аттестацию структуры синтезированных трехступенчатым переделом [17] образцов проводили методом рентгеновской дифрактометрии в синхротронном излучении ( $\lambda = 0,3685$  Å) [18]. Суммарное число оборотов при такой обработке составило 30, число оборотов при каждой стадии передела составило 10. Трехступенчатый передел использовали для получения однородного состояния твердого раствора по радиусу образца. Дифракционные картины получали на детекторе Marr345 (Marr Research). По данным дифрактометрии вычисляли период кристаллической решетки сплава и оценивали концентрацию Au и Co.

Синтезированные методом кручения под давлением образцы имели дискообразную форму толщиной не более 100 микрон. Для изучения микроструктурных особенностей синтезированных сплавов и оценки влияния на них степени деформации полученные образцы разрушали путем скола по диаметру в среде жидкого азота, после чего поверхности изломов изучали на сканирующем электронном микроскопе FEI Quanta-200 Pegasus.



#### http://dream-journal.org

#### 3. Результаты и обсуждение

#### 3.1. Фазовый состав сплавов системы Аи-Со

По данным рентгенофазового анализа в центре (рис. 1 *a*) и на краю (рис. 1 *б*) образца, синтезированного трехступенчатым переделом [12] с суммарным числом оборотов наковальни, равным 30, сформирована фаза ГЦК-твердого раствора Au-Co с периодом a = 0,395 нм в центральной части и a = 0,391 – на краю образца. Оценка соотношения элементов показала содержание кобальта около 35 ат. % в центре и около 40 – на краю образца. Таким образом, в результате трехступенчатого передела однородное состояние твердого раствора не достигается. Имеется зависимость доли деформационно-растворенного Co в твердом растворе от радиуса образца, т.е. от величины деформации.



Рис. 1. Рентгеновский дифракционный анализ в синхротронном излучении: *а* – для центральной области образца; *б* – для края образца, синтезированного при 30 оборотах наковален

В результате каждого деформационного передела, равного 10 оборотам наковальни, величина деформации в центре и на краю образца значительно отличается. В центральной части образца истинная деформация составила e = 3,7 (r = 0,1 мм, h = 150 мкм), а на краю – 9,2 (r = 2,4 мм, h = 15 мкм). Можно заключить, что большее значение величины деформации механосинтезированного при криотемпературе образца соответствует формированию твердого раствора Au-Co с большей концентрацией кобальта.

#### 3.2. Анализ морфологии поверхностей изломов

Анализ морфологии поверхностей изломов образцов сплавов Au-Co показал, что характер рельефа поверхностей разрушения меняется как на одном образце с ростом степени деформации вдоль радиуса диска *r*, так и с увеличением числа оборотов наковальни Бриджмена при фиксированном значении *r*.

Разрушение образца, синтезированного криодеформацией на 1 оборот наковальни, что отвечает истинной деформации e = 1,5 в центральной части и 6,9 на краю образца, носит преимущественно вязкий характер: формируется ямочный тип рельефа (рис. 2 *a*). В то же время в центральной части образца наблюдаются области с хрупким межкристаллитным характером разрушения (рис. 2 *a*, стрелка), который соответствует поверхности агрегата из частиц с размером в несколько микрон, что можно связать с достаточно неоднородной структурой самого образца в результате такого числа оборотов. Можно сделать вывод, что величины деформации, реализованной при 1 обороте наковальни, по-видимому, недостаточно



http://dream-journal.org

для активации процессов деформационного перемешивания на микроуровне (частиц порошков), по крайней мере, в центральной части образца. На краю образца с достижением большей величины деформации излом полностью вязкий (рис. 2 б).





Рис. 2. Поверхность разрушения в центре (*a*) и на краю (*б*) образца сплава Au-Co, полученного криодеформацией на 1 оборот при 8 ГПа, e = 1,5 и 6,9 соответственно

Увеличение числа оборотов наковальни и, соответственно, степени деформации приводит ко все большему измельчению и гомогенизации структуры. Так, центральная часть поверхности разрушения образца, синтезированного при 30 оборотах наковальни, существенно более однородна по сравнению с таковой для образцов, полученных деформацией на 1 и 15 оборотов наковальни (рис. 2 *a*, рис. 3 *a* и рис. 4 *a*). При этом характер разрушения центральной части образцов остается вязким как для 15 (рис. 3 *a*), так и для 30 (рис. 4 *a*) оборотов наковальни. На краю образца, синтезированного при 15 оборотах наковальни, излом состоит преимущественно из участков вязкого и вязко-хрупкого разрушения (рис. 3  $\delta$ ). При этом вязкий характер разрушения с четко выраженным ямочным рельефом имеют области вдоль центральной плоскости образца. Вязко-хрупкий характер разрушения с редко встречающимися ямками и преимущественно ультрамелкозернистым рельефом излома наблюдается вдоль внешних поверхностей образца.



Рис. 3. Поверхность разрушения в центре (*a*) и на краю ( $\delta$ ) образца сплава Au-Co, полученного криодеформацией на 15 оборотов при 8 ГПа, *e* = 4,8 и 8,7 соответственно



#### http://dream-journal.org

Однако разрушение структуры на краю образца, полученного в результате криодеформации на 30 оборотов наковальни, носит преимущественно хрупкий характер (рис. 4 б): по поверхности разрушения проходят вторичные трещины, а также равномерно распределены ямки, образовавшиеся, по-видимому, от областей с отличным составом и прочностными свойствами по сравнению с остальной частью образца.



а



Рис. 4. Поверхность разрушения в центре (*a*) и на краю ( $\delta$ ) образца сплава Au-Co, полученного криодеформацией на 30 оборотов при 8 ГПа, *e* = 4,9 и 9,3 соответственно

Обнаруженный переход от вязкого к хрупкому типу разрушения с достижением на краю образца величины деформации e = 9,3 связан, по-видимому, с ростом доли растворенного Со в матрице Au.

Закономерности изменения рельефа поверхности излома от степени деформации отражены в таблице.

| Число<br>оборотов | Положение<br>излома | Величина Характер рельефа<br>деформации е излома |                | Гомогенность<br>излома |
|-------------------|---------------------|--|----------------|------------------------|
| 1                 | Центр               | 1,5  | Вязкий+хрупкий | Негомогенный           |
| 1                 | Край                | 6,9  | Вязкий         | Гомогенный             |
| 15                | Центр               | 4,8  | Вязкий+хрупкий | Негомогенный           |
|                   | Край                | 8,7  | Хрупко-вязкий  | Гомогенный             |
| 30                | Центр               | 4,9  | Вязкий         | — « —                  |
|                   | Край                | 9,3  | Хрупкий        | — « —                  |

Зависимость характера рельефа поверхности разрушения от величины деформации

#### 4. Заключение

В результате механического сплавления компонентов системы с ограниченной растворимостью Au-Co методом сдвига (кручения) под давлением в кипящем азоте в зависимости от величины деформации изменяется характерный тип поверхности разрушения полученных сплавов.



Наблюдается увеличение гомогенности излома с ростом числа оборотов наковальни и величины деформации

С ростом величины деформации наблюдается переход от вязкого излома с включениями областей хрупкого межкристаллитного разрушения к однородно вязкому по всей толщине образца. Дальнейший рост величины деформации соответствует переходу от вязкого к хрупкому типу рельефа поверхности разрушения.

Наблюдается уменьшение размеров элементов структуры поверхности излома с ростом величины деформации по данным изображений поверхностей разрушения сплавов.

По данным рентгенофазового анализа в синхротронном излучении в геометрии на просвет установлено, что большее значение величины деформации механосинтезированного при криотемпературе образца соответствует формированию твердого раствора Au-Co с большей долей кобальта, а в результате трехступенчатого передела однородное состояние твердого раствора не достигается. Можно связать хрупкий тип поверхности разрушения с большим содержанием деформационно-растворенного кобальта и значительной величиной деформации.

#### Благодарность

Получение и обработка материалов производились на базе ИФМ УрО РАН, г. Екатеринбург. Электронно-микроскопические исследования проводились на оборудовании ЦКП «Испытательный центр нанотехнологий и перспективных материалов» ИФМ УрО РАН, г. Екатеринбург. Рентгеновские синхротронные измерения проведены на экспериментальной станции «Дифрактометрия в «жестком» рентгеновском диапазоне» ЦКП «Сибирский центр синхротронного и терагерцового излучения», ИЯФ им. Г.И. Будкера СО РАН, г. Новосибирск.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках проекта № 19-32-60039 и частично в рамках государственного задания МИНОБРНАУКИ России (тема «Давление», № 122021000032-5).

#### Литература

1. Miedema A. R., De Chatel P. F., De Boer F. R. Cohesion in alloys – fundamentals of a semi-empirical model // Physica B. – 1980. – Vol. 100. – P. 1–28. – DOI: 10.1016/0378-4363(80)90054-6.

2. The Au-Co (Gold-Cobalt) system / H. Okamoto, T. B. Massalski, M. Hasebe, T. Nishizawa // Bulletin of Alloy Phase Diagrams. – 1985. – Vol. 6. – P. 449–454. – DOI: 10.1007/BF02869509.

3. Барабаш О. М., Коваль Ю. Н. Структура и свойства металлов и сплавов. – Киев : Наукова думка, 1986. – 599 с.

4. Свойства элементов : справочник / М. Е. Дриц, П. Б. Будберг, Г. С. Бурханов, А. М. Дриц, В. М. Пановко / под ред. М. Е. Дрица – М. : Металлургия, 1985 – 672 с.

5. Bernardi J., Hutten A., Thomas G. GMR behavior of nanostructured heterogeneous M-Co (M=Cu, Ag, Au) alloys // Nanostructured Materials. – 1996 – Vol. 7, Nos. 1/2. – P. 205–220. – DOI: 10.1016/0965-9773(95)00310-X.

6. Park J., Bae S. H., Son I. Improved contact resistance and solderability of electrodeposited Au-Sn alloy layer with high thermal stability for electronic contacts // Applied Surface Science. – 2021. – Vol. 551. – P. 149405. – DOI: 10.1016/j.apsusc.2021.149405.

7. Fredriksson H., Sunnerkrantz P. A., Wictorin L. A binary dental gold-cobalt alloy of eutectic composition // Acta Odontologica Scandinavica. – 1983. – Vol. 41, iss. 3. – P. 135–141. – DOI: 10.3109/00016358309162314.





8. Construction of a gold-cobalt alloy catalyst to enhance the green reduction of carbon dioxide / Y. Zhou, X. Wang, X. Huang, H. Deng, Y. Hu. // Journal of CO<sub>2</sub> Utilization. – 2022. – Vol. 65. – P. 102245. – DOI: 10.1016/j.jcou.2022.102245.

9. Основы пластической деформации наноструктурных материалов / А. М. Глезер, Э. В. Козлов, Н. А. Конева, Н. А. Попова, И. А. Курзина / под ред. А. М. Глезера – М. : Физматлит, 2016. – 304 с.

10. Harsha R. N., Mithun Kulkarni V., Satish Babu B. Severe Plastic Deformation – A Review // Materials Today : proceedings. – 2018. – Vol. 5, iss. 10. – P. 22340–22349. – DOI: 10.1016/j.matpr.2018.06.600.

11. Degtyarev M. V. Multistage nature of the structure evolution in iron and structural steels upon shear under pressure // The Physics of Metals and Metallography. -2005. - Vol. 99, No. 6. - P. 595–608.

12. The formation, structure, and properties of the Au–Co alloys produced by severe plastic deformation under pressure / T. P. Tolmachev, V. P. Pilyugin, A. I. Ancharov, E. G. Chernyshev, A. M. Patselov // The Physics of Metals and Metallography. – 2016. – Vol. 117. – P. 135–142. – DOI: 10.1134/S0031918X16020125.

13. Stages of Mechanical Alloying in Systems with Different Solubility Cu–Zn and Au–Co in the Case of Cold and Low-Temperature Deformation by Torsion Under Pressure / T. P. Tolmachev, V. P. Pilyugin, A. M. Patselov, O. V. Antonova, E. G. Chernyshev, A. I. Ancharov, M. V. Degtyarev // Russian Physics Journal. – 2018 – Vol. 61. – P. 942–948. – DOI: 10.1007/s11182-018-1481-8.

14. Failure Analysis and Prevention : ASM Handbook / ed. by B. A. Miller, R. J. Shipley, R. J. Parrington, D. P. Dennies. – Materials Park, OH, ASM International, 2021. – Vol. 11. – 856 p.
15. Mechanical behavior and fracture surface characterization of liquid-phase sintered Cu-Sn powder alloys / A. E. Nassef, A. I. Alateyah, M. A. El-Hadek, W. H. El-Garaihy // Advanced Materials Letters. – 2017. – Vol. 8, iss. 6. – P. 717–722. – DOI: 10.5185/amlett.2017.1485.

16. Al based layered in situ metal-matrix composites fabricated by constrained high pressure torsion / G. F. Korznikova, E. A. Korznikova, G. R. Khalikova, K. S. Nazarov, R. Kh. Khisamov, S. N. Sergeev, R. U. Shayakhmetov, R. R. Mulyukov // Letters on Materials. – 2021. – Vol. 11 (4s). – P. 533–543. – DOI: 10.22226/2410-3535-2021-4-533-543.

17. Study of the phase composition and homogeneity of Fe-Cu alloys prepared by mechanoactivation under pressure / E. G. Chernyshev, V. P. Pilyugin, A. M. Patselov, V. V. Serikov, N. M. Kleinerman // The Physics of Metals and Metallography. – 2001. – Vol. 92, No. 2. – P. 179–184.

18. Ancharov A. I. The use of hard synchrotron radiation for diffraction studies of composite and functional materials // Russian Physics Journal. – 2017. – Vol. 60. – P. 543–549. – DOI: 10.1007/s11182-017-1106-7.



Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures Issue 6, 2022

Received: 26.10.2022 Revised: 29.11.2022 Accepted: 23.12.2022 DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.016-024

#### A SURFACE EDDY CURRENT TRANSDUCER FOR METAL LOSS DETECTION

Yu. Ya. Reutov

M. N. Mikheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 18 S. Kovalevskoy St., Ekaterinburg, 620108, Russia

D https://orcid.org/0000-0002-7847-6004 🖾 asija1@yandex.ru

Corresponding author. E-mail: asija1@yandex.ru Address for correspondence: ul. S. Kovalevskoy, 18, Ekaterinburg, 620990, Russian Tel.: +7 (343) 378 3674

The paper reports the results of an experimental study of the work of a surface eddy current transducer in terms of detecting and testing metal loss under one-sided access conditions. The transducer consists of an exciting coil and a microchip Hall-effect transducer placed in it. The phase shift of the voltage from the Hall probe output relative to the current in the exciting coil, measured by a digital phase meter, is used as an informative parameter. The experiments were carried out on a package of duralumin plates. It is shown that, when the thickness of the duralumin test object is 12.5 mm, a fairly linear transformation of metal loss from 0 to 50 % at a frequency of 640 Hz is possible. The results can be useful in the development of devices for detecting metal corrosion losses in non-ferromagnetic objects with a thickness of tens of millimeters under one-sided access conditions.

**Keywords:** eddy current transducer, microchip Hall-effect transducer, metal loss assessment, metal corrosion.

#### Acknowledgment

The work was carried out within the framework of the state assignment from the Russian Ministry of Education and Science, theme: Diagnostics, No. 122021000030-1.

#### References

1. Gusev E.A., Korolev M.V., Karpel'son A.E., Sosonin F.R. *Pribory nerazrushayushchego kontrolya tolshchiny v mashinostroenii* [Instruments for Nondestructive Thickness Tests in Machine Building]. Moscow, Mashinostroenie Publ., 1993. (In Russian).

2. Bezlyud'ko G.Y., Dolbnya E.V., Leshchenko N.G., Muzhitskii V.F. & Remezov V.B. Portable Electromagnetic-Acoustic Thickness Meters (EMAT). *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2004, vol. 40, pp. 239–245. DOI: 10.1023/B:RUNT.0000043672.63881.ca.

3. Suchkov G.M. The capacities of modern EMA thickness gages. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2004, vol. 40, No. 12, pp. 801–807. DOI: 10.1007/s11181-005-0109-6.

4. Agzamova P.A., Volkov A.V., Gobov Yu.L., Grammatin A.V., Reutov Yu.Ya. Magnetic flaw detector. Russian Federation Utility Model Patent No. 119885, 2012. (In Russian).

5. Dorofeev A.L. *Nerazrushayushchie ispytaniya metodom vikhrevykh tokov* [Non-destructive testing by the eddy currents methods]. Moscow, Oborongiz Publ., 1961, 158 p. (In Russian).

6. Shkarlet Yu.M. In: *Nerazrushayushchiye metody kontrolya materialov i izdelii*: sbornik [Non-destructive testing of materials and products: collection, S.T. Nazarova, ed.]. Moscow, ON-TIPRIBOR Publ., 1964, pp. 382–396. (In Russian).



7. Lammeraner Y., Stafl M. *Vikhrevye toki* [Eddy currents, Czhech transl.]. Moscow, Leningrad, Energiya Publ., 1967, 208 p. (In Russian).

8. Gerasimov V.G., Ostanin Yu.Ya., Pokrovsky A.D. etc. *Nerazrushayushchiy control kachestva izdeliy elektromagnitnymi metodami* [Non-destructive quality control of products by electromagnetic methods]. Moscow, Energiya Publ., 1978, 215 p. (In Russian).

9. Reutov Yu.Ya. Laid-on Eddy Current Transducer Field Penetration Depth into a Studied Object. *Electrichestvo*, 2018, No. 4, pp. 50–57. DOI: 10.24160/0013-5380-2018-4-50-57. (In Russian).

10. Chechernikov V.I. *Magnitnye izmereniya* [Magnetic measurements]. Moscow, Mosk. Gos. Univ. Publ., 1969, 386 p. (In Russian).

11. Available at: www.sentron . ch

http://dream-journal.org

12. Reutov Yu.Ya. A Peculiarity of the Magnetization of a Ferromagnet by An Alternating Field. *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*, 2020, vol. 6, pp. 35–47. DOI: 10.17804/2410-9908.2020.6.035-047. Available at: https://dream-journal.org//DREAM Issue 6 2020 Reutov Yu.Yu. 035 047.pdf

13. *Nerazrushayushchiy control* [Non-destructive testing, vol. 2, ed. by V.V. Klyuev]. Moscow., Mashinostroenie Publ., 2005, 688 p. (In Russian).



Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures Issue 6, 2022

ISSN 2410-9908

Подана в журнал: 26.10.2022 УДК 620.170. DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.016-024

http://dream-journal.org

#### НАКЛАДНОЙ ВИХРЕТОКОВЫЙ ПРЕОБРАЗОВАТЕЛЬ ДЛЯ ВЫЯВЛЕНИЯ ПОТЕРЬ МЕТАЛЛА

Ю. Я. Реутов

Институт физики металлов им. М.Н. Михеева Уральского отделения РАН, д. 18, ул. С. Ковалевской, г. Екатеринбург, Российская Федерация

D https://orcid.org/0000-0002-7847-6004 asija1@yandex.ru

Ответственный автор. Электронная почта: asija1@yandex.ru Адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, 620990, г. Екатеринбург, Российская Федерация Тел.: +7 (343) 378–36–74

Приводятся результаты экспериментального исследования работы накладного вихретокового преобразователя применительно к обнаружению и контролю потерь металла при одностороннем доступе. Преобразователь состоит из возбуждающей катушки и размещенного в ней микросхемного преобразователя Холла. В качестве информативного параметра использовался сдвиг фазы напряжения с выхода датчика Холла относительно тока в возбуждающей катушке, измеряемый цифровым фазометром. Эксперименты выполнялись на пакете пластин из дюралюминия. Показано, что при толщине объекта контроля из дюралюминия 12,5 мм возможно достаточно линейное преобразование потери металла от 0 до 50 % на частоте 640 Гц. Результаты могут быть полезны при разработке устройств для выявления коррозионных потерь металла на неферромагнитных объектах толщиной в десятки миллиметров при одностороннем доступе.

Ключевые слова: вихретоковый преобразователь, микросхемный преобразователь Холла, оценка потерь металла, коррозия металла.

#### 1. Введение

В эксплуатации находится большое количество металлических резервуаров и хранилищ, заглубленных в грунт. Несмотря на предпринимаемые меры защиты стенки этих сосудов со временем подвергаются коррозии (преимущественно с внешней стороны), что выражается в появлении участков меньшей толщины металла. Если такие локальные участки потери металла не будут своевременно выявлены, в конечном итоге могут произойти протечки содержимого в грунт, чреватые экономическими убытками и загрязнением окружающей среды.

Очевидно, что толщина стенок (и днища) таких резервуаров должна периодически контролироваться. Однако в данном случае такая процедура осуществима лишь при одностороннем доступе средств контроля к поверхности стенки, что препятствует использованию многих известных способов выявления потерь металла [1–3]. Применение известного акустического ЭМА-способа контроля затруднено при обследовании изделий из титана и нержавеющей стали по причине их малой электропроводности, снижающей и без того малую эффективность ЭМА-преобразования. Различные магнитостатические способы выявления потерь металла [4] применимы лишь при контроле резервуаров из ферромагнитных материалов, в то время как существенная доля объектов контроля изготовляется из слабомагнитных металлов.

Использование известных вихретоковых средств контроля представляется предпочтительным, но наталкивается на ограничения в выборе частоты возбуждения, обусловленные значительной толщиной стенок резервуаров (десятки миллиметров). Малая частота возбуж-



Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures Issue 6, 2022

http://dream-journal.org

ISSN 2410-9908

дения обусловливает и малую скорость обследования контролируемой поверхности. При перемещении чувствительного элемента поискового устройства, осуществляющего сканирование обследуемой поверхности, участок потери металла, подлежащий обнаружению, может промелькнуть под ним за столь короткое время, что подвергнется воздействию малого количества колебаний переменного магнитного поля вихретокового преобразователя. Этого количества может оказаться недостаточно для четкого выявления дефекта. Чтобы этого не произошло, частота тока возбуждения вихретокового преобразователя должна быть достаточно высокой. Это обеспечит минимум времени, потребного для обследования контролируемого объекта, что немаловажно, поскольку на время обследования объект контроля обычно выводится из эксплуатации.

По указанным причинам представляет интерес поиск путей увеличения рабочих частот вихретоковых преобразователей. Согласно известной формуле [5–9], переменное магнитное поле, проникнув в металлический предмет (например в стенку или днище резервуара) ослабляется по экспоненциальному закону в e раз (2,73 раза) преодолев расстояние a, равное

$$a = \sqrt{\frac{1}{\pi \cdot \mu_0 \cdot \mu \cdot \sigma \cdot f}},$$

где  $\mu_0$  – магнитная постоянная;  $\mu$  – относительная магнитная проницаемость материала;  $\sigma$  – удельная электропроводность материала и f – частота переменного поля.

Именно эта величина, называемая глубиной проникновения, ограничивает возможности использования вихретоковых преобразователей для контроля металлических изделий с большой толщиной стенок. К числу таких изделий относятся, в частности, резервуары, обладающие толщиной стенок в десятки миллиметров. Если, например, резервуар изготовлен из титана с относительной магнитной проницаемостью  $\mu$  около единицы [10] и удельной электропроводностью  $\sigma$ , равной 1 млн сим./метр, то при частоте поля 1000 Гц глубина проникновения составит 16 мм.

В данной работе представлены результаты обследования накладного вихретокового преобразователя, предназначенного для выявления потерь неферромагнитного металла, предпринятого с целью определения возможностей повышения допустимой частоты возбуждения.

На первый взгляд, согласно принятой терминологии, такое устройство следовало бы называть толщиномером. Однако в результате коррозии ее продукты могут и не вызвать существенного геометрического изменения толщины стенки объекта контроля. Просто могут измениться электромагнитные характеристики пораженных коррозией участков: существенно уменьшатся их относительная магнитная проницаемость или удельная электропроводность. В результате коррозионных процессов толщина стенки в пораженном месте может даже возрасти (стенка «распухнет»). По этой причине в нашем случае, вероятно, более корректно говорить о выявлении потери металла, а не об измерении толщины объекта контроля.

#### 2. Преобразователь

Преобразователь состоит из двух частей: возбуждающей (намагничивающей) катушки *1* и преобразователя индукции магнитного поля 2 в электрическое напряжение (рис. 1).

Возбуждающая катушка, внутренним диаметром 11 мм, внешним диаметром 16 мм и высотой 7 мм, содержит 160 витков провода диаметром 0,35 мм. При пропускании по ней переменного тока она создает в контролируемом изделии возбуждающее переменное магнитное поле, направленное вблизи нее вертикально. Датчик магнитного поля, представляющий собой [11] микросхемный преобразователь Холла 1SA1V (фирма Sentron), преобразует



вертикальную компоненту индукции результирующего переменного магнитного поля в переменное напряжение, подлежащее обработке в измерительной схеме. Преимущество использования в вихретоковом преобразователе сенсора магнитного поля вместо традиционной приемной катушки состоит в независимости его показаний от частоты измеряемого поля. Для обеспечения функционирования преобразователя Холла к нему подводится постоянное напряжение 5 в, потребляемый ток не превышает 10 мА. Такой преобразователь использовался в работе [12] и показал хорошие результаты.



http://dream-journal.org



Рис. 1. Устройство вихретокового преобразователя

# 3. Выбор измеряемого электрического параметра и блок-схема экспериментальной установки

Как известно [13], модуль переменного напряжения на выходе преобразователя изменяется лишь на несколько процентов при помещении его на обследуемое неферромагнитное изделие по сравнению с его значением в отсутствие изделия. В то же время сдвиг фазы этого напряжения при наличии изделия может достигать десяти угловых (электрических) градусов относительно наблюдаемого при его отсутствии. Это означает, что наиболее целесообразно использовать в качестве информативного параметра именно сдвиг фазы напряжения на выходе преобразователя относительно возбуждающего тока, протекающего по его катушке.

На рис. 2 представлена блок-схема установки, на которой выполнялся эксперимент.



Рис. 2. Блок-схема экспериментальной установки: *1* – источник питания преобразователя Холла; *2* – генератор переменного напряжения типа Г3-33; *3* – возбуждающая катушка; *4* – образцовый резистор для получения опорного напряжения; *5* – преобразователь Холла; *6* – цифровой фазометр типа Ф2-34

Варьируя частоту переменного напряжения, вырабатываемого генератором 2, измеряем фазометром 6 сдвиг фаз между напряжением, снимаемым с образцового резистора 4 и напряжением с выхода преобразователя Холла 5.

Для правильного функционирования цифрового фазометра напряжение на выходе генератора 2 выбираем таким, чтобы на заданной частоте напряжения поступающие на оба входа фазометра были не менее 10 мВ.



#### 4. Обследуемые образцы

Для обследования использовался набор (пакет) квадратных дюралюминиевых пластин размером 60×60 мм, толщиной 1,25 мм, наложенных друг на друга в количестве до десяти штук. Таким образом, толщина обследуемого образца варьировалась от нуля до 12,5 мм. Вихретоковый преобразователь помещался на пакет сверху посередине. Дюралюминий был выбран по причине доступности и легкости обработки. Для изучения возможностей вихретокового преобразователя такой выбор непринципиален.

Для определения удельной электропроводности применяемого дюралюминия была вырезана полоса длиной 250 мм и шириной 7 мм. Пропусканием по ней постоянного тока заданной силы измерялось падение напряжения на участке длиной 140 мм, и по результатам измерений вычислялась удельная электропроводность. Она составила 13 МСм/м.

В этом случае глубина проникновения электромагнитного поля вычисляемая по формуле, на частоте 20 Гц составляет 31 мм, а на частоте 640 Гц – 5,5 мм.

#### 5. Результаты экспериментов

На рис. З представлена зависимость крутизны преобразования изменений толщины образца в полезный сигнал от частоты возбуждения преобразователя. По горизонтали отложены значения частоты f, а по вертикали – крутизна преобразования S (отношение изменения показаний фазометра в угловых градусах к вызвавшему его приращению толщины образца в миллиметрах). На заданной частоте наблюдалось изменение показаний фазометра при помещении накладного преобразователя на лист дюралюминия толщиной 1,25 мм относительно показаний при отсутствии листа.



Рис. 3. Крутизна преобразования изменений толщины при разных частотах

Из рис. 3 следует, что зависимость неоднозначна. Вначале она растет с повышением рабочей частоты и достигает максимума при частоте 100 Гц, соответствующей глубине проникновения 21 мм, что в 1,7 раза больше максимальной толщины предполагаемого образца.

В то же время крутизна преобразования на высоких частотах возбуждения (более 300 Гц) не меньше, чем на низких (менее 200 Гц), хотя и противоположна по знаку. Это обстоятельство открывает возможности использовать для контроля толщины более высокие частоты, что желательно хотя бы с точки зрения производительности контроля. Эти возможности могут реализоваться лишь при условии приемлемой линейности зависимости сдвига фаз от толщины обследуемого образца.

На рис. 4 представлены экспериментальные зависимости фазового сдвига напряжения на выходе преобразователя от толщины обследуемого образца.



ISSN 2410-9908



Рис. 4. Зависимость фазового сдвига от толщины образца: Кривая 1 – 20 Гц; кривая 2 – 320 Гц

По горизонтали здесь отложена толщина образца, а по вертикали угол сдвига фазы напряжения на выходе преобразователя. Кривой 1 обозначена зависимость, полученная на частоте 20 Гц, а кривой 2 – на частоте 320 Гц.

Из рис. 4 следует, что удобной для использования при частоте 320 Гц является лишь часть графика, соответствующая нарастанию толщины образца в пределах 4–5 мм. Нас же интересует область уменьшения толщины образца, т. е. степень потери металла относительно номинальной. В таком аспекте представленный график мало пригоден. По этой причине будем изучать зависимость фазового сдвига не от толщины образца, а от потери металла, относительно номинальной (максимальной) толщины.



Рис. 5. Сдвиг фазы выходного напряжения в зависимости от процента потери металла при разных частотах возбуждения: кривая 1 соответствует частоте 80 Гц; кривая 2 – 320 Гц; кривая 3 – 640 Гц; кривая 4 – 1280 Гц

На рис. 5 приведены экспериментальные зависимости фазового сдвига выходного напряжения преобразователя от процента потери металла при разных частотах возбуждения. По горизонтали здесь отложена потеря металла в процентах от номинальной толщины (12,5 мм), а по вертикали – угол сдвига фазы выходного напряжения преобразователя относительно возбуждающего тока.

На частотах 80 и 320 Гц кривые идут вначале почти синхронно, но, начиная с потери металла в 20 %, кривая, соответствующая частоте 320 Гц, претерпевает спад вплоть до перемены знака, в то время как кривая, соответствующая частоте 80 Гц неуклонно возрастает

Reutov Yu. Ya. A surface eddy current transducer for metal loss detection // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. – 2022. – Iss. 6. – P. 16–24. – DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.016-024.



вплоть до 60 % потери металла. Заметно круче, по сравнению с двумя рассмотренными, нарастает кривая, соответствующая частоте 640 Гц. Правда, рост ее прекращается после 50 % потери металла. Кривая, соответствующая частоте 1280 Гц, растет круче трех перечисленных, однако она наименее чувствительна к потере металла на начальных стадиях.

В итоге для выявления потерь металла, не превышающих половины первоначальной толщины, в нашем случае наиболее предпочтительной является частота возбуждения 640 Гц, несмотря на то, что при ней расчетная глубина проникновения магнитного поля в металл составляет менее половины номинальной толщины объекта контроля.

Получается, что при заданной номинальной толщине объекта контроля (в частности 12,5 мм) с удельной электропроводностью 13 МСм/м и данной конструкции вихретокового преобразователя для выявления степени потери металла при одностороннем доступе можно применять частоту возбуждения 640 Гц. В качестве информативного параметра при этом использовать угол сдвига фазы напряжения на выходе преобразователя относительно фазы тока в его возбуждающей катушке. При контроле изделий из металлов с гораздо меньшей электропроводностью такую частоту можно использовать для номинальных толщин в десятки миллиметров. Очевидно, что для организации контроля изделий из других металлов описанное исследование необходимо повторить.

Следует отметить, что такого же результата можно добиться, измеряя мнимую компоненту выходного напряжения преобразователя, функционально связанную с углом сдвига фазы.

#### 6. Заключение

Выполнено экспериментальное исследование накладного вихретокового преобразователя оригинальной конструкции, применительно к выявлению коррозионных потерь неферромагнитного металла при одностороннем доступе.

Использование для этой цели в качестве информативного параметра сдвига фазы напряжения на выходе преобразователя относительно фазы тока в его возбуждающей катушке позволяет контролировать изделия с толщинами, в несколько раз превышающими расчетную глубину проникновения в них магнитного поля при заданной частоте.

Выявленная возможность существенного повышения частоты возбуждения вихретокового преобразователя может снизить затраты времени на дефектоскопическое обследование толстостенных конструкций при одностороннем доступе.

#### Благодарность

Работа выполнена в рамках государственного задания МИНОБРНАУКИ России (тема – 9, «Диагностика» № 122021000030-1).

#### Литература

1. Гусев Е. А., Королёв М. В., Карпельсон А. Е. Приборы неразрушающего контроля толщины в машиностроении. – М. : Машиностроение, 1993. – 144 с.

2. Portable Electromagnetic-Acoustic Thickness Meters (EMAT) / G. Y. Bezlyud'ko, E. V. Dolbnya, N. G. Leshchenko, V. F. Muzhitskii & V. B. Remezov // Russian Journal of Nondestructive Testing. – 2004. – Vol. 40. – P. 239–245. – DOI: 10.1023/B:RUNT.0000043672.63881.ca.

3. Suchkov G. M. The capacities of modern ema thickness gages // Russian Journal of Nondestructive Testing. – 2004. – Vol. 40, No. 12. – P. 801–807. – DOI: 10.1007/s11181-005-0109-6.

4. Магнитный дефектоскоп : пат. на полезную модель 119885 Рос. Федерация / Агзамова П. А., Волков А. В., Гобов Ю. Л., Грамматин А. В., Реутов Ю. Я., ИФМ УрО РАН. – № 2011143498/28; заявл. 27.10.2011; опубл. 27.08.2012, Бюл. № 23. – 18 с.

5. Дорофеев А. Л. Неразрушающие испытания методом вихревых токов. – М. : Оборонгиз, 1961. – 158 с.



6. Шкарлет Ю. М. Некоторые вопросы теории метода вихревых токов и расчёт накладных датчиков // Неразрушающие методы контроля материалов и изделий : сборник / под ред. проф. С. Т. Назарова. – М. : ОНТИПРИБОР, 1964. – С. 382–396.

7. Ламмеранер Й., Штафль М. Вихревые токи / пер. с чешск. – М.; Л. : Энергия, 1967, 208 с.

8. Неразрушающий контроль качества изделий электромагнитными методами / В. Г. Герасимов, Ю. Я. Останин, А. Д. Покровский, В. В. Сухорукое, Л. А. Чернов. – М. : Энергия, 1978. – 215 с.

9. Реутов Ю. Я. Глубина проникновения в изделие поля накладного вихретокового преобразователя // Электричество. – 2018. – № 4. – С. 50–57. – DOI: 10.24160/0013-5380-2018-4-50-57.

10. Чечерников В. И. Магнитные измерения. – М. : Издательство Московского университета, 1969. – 386 с.

11. URL: www.sentron.ch

12. Reutov Yu. Ya. A Peculiarity of the Magnetization of a Ferromagnet by An Alternating Field // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. – 2020. – Vol. 6. – P. 35–47. – DOI: 10.17804/2410-9908.2020.6.035-047. – URL: https://dream-journal.org/ /DREAM\_Issue\_6\_2020\_Reutov\_Yu.Yu.\_035\_047.pdf

13. Неразрушающий контроль / под ред. В. В. Клюева. – М. : Машиностроение. – Т. 2. – 2005. – 688 с.



Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures Issue 6, 2022

ISSN 2410-9908

Received: 25.10.2022 Revised: 30.11.2022 Accepted: 23.12.2022 DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.025-034

#### THE EFFECT OF BORON ON THE PROTECTIVE PROPERTIES OF ALUMINIDE COATINGS

N. B. Pugacheva<sup>1, 2, a)</sup> and P. A. Polyakov<sup>1, 2, b), \*</sup>

<sup>1</sup>Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 34 Komsomolskaya St., Ekaterinburg, 620049, Russia <sup>2</sup>Ural Federal University, 19 Mira St., Ekaterinburg, 620002, Russia

a) b https://orcid.org/0000-0001-8015-8120 ant@imach.uran.ru; b) b https://orcid.org/0000-0002-7779-8546 smokie84@mail.ru

\*Corresponding author. E-mail: smokie84@mail.ru Address for correspondence: ul. Komsomolskaya, 34, Ekaterinburg, 620049, Russian Tel.: +7 (343) 375 5051; fax: +7 (343) 374 5330

The effect of the formation, microstructure, phase composition, and protective properties of diffusion aluminide coatings alloyed with boron on the EI69 heat-resistant steel and the EI929 nickel alloy is studied. In the course of saturation, boron easily diffuses over the interstices of the B2 crystal lattice of aluminides, thus forming interstitial solid solutions. In this case, the Al content in the coating decreases, thereby implementing the possibility of increasing the plasticity of the coating while maintaining high protective properties. By binding refractory corrosive elements (Mo, W, Nb, etc.) into corrosion-resistant borides, boron increases the overall resistance of the coating in molten Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> and NaCl salts at 700 °C by an order of magnitude and improves the resistance of the surface to erosion wear. This makes it possible to recommend Al-Si-B coatings to be used for protecting the surface of the turbine blades of supercharging turbochargers and diesel exhaust valves.

**Keywords:** Chemical heat treatment, heat-resistant steels and alloys, aluminides, microhardness, corrosion resistance, erosion.

#### Acknowledgment

This work used the equipment of the Plastometriya shared research facilities of the Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences. It was performed under a state assignment, theme No. AAAA-A18-118020790145-0.

#### References

1. Sivakumar R., Mordike B.L. High temperature coatings for gas turbine blades: a review. *Surface and Coatings Technology*, 1989, vol. 37, iss. 2, pp. 139–160. DOI: 10.1016/0257-8972(89)90099-6.

2. Abraimov N.V., Eliseev Yu.S. *Khimiko-termicheskaya obrabotka zharoprochnykh staley i splavov* [Thermochemical Treatment of Heat-Resistant Steels and Alloys]. Moscow, Intermet Inzhiniring Publ., 2001, 622 p. (In Russian).

3. Guzanov B.N., Kositsyn S.V., Pugacheva N.B. *Uprochnyayushchie zashchitnye pokrytiya v mashinostroenii* [Reinforcing Protective Coatings in Mechanical Engineering]. Yekaterinburg, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences Publ., 2004, 244 p. ISBN: 5-7691-1405-3. (In Russian).



4. Muboyadzhan S.A., Lesnikov V.P., Kuznetsov V.P. Kompleksnye zashchitnye pokrytiya turbinnykh lopatok aviatsionnykh GTD [Complex protective coatings for turbine blades of aircraft GTE]. Ekaterinburg, Izd. "Kvist" Publ., 2008, 208 p. ISBN: 5-900474-60-7. (In Russian).

5. Triani R.M., Gomes L.F.D.A., Aureliano R.J.T., Neto A.L., Totten G.E., Casteletti L.C., Production of aluminide layers on AISI 304 stainless steel at low temperatures using the slurry process. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2020, 29 (6), pp. 3568–3574. DOI: 10.1007/s11665-020-04748-3.

6. Liu X.M., Yi D.W., Liu B., Ma Z.W., Wan G.W. Current status and application of hot-dip aluminizing technique. *Mater. Protect.*, 2008, 41 (4), pp. 47–50.

7. Wang X.Y., Du J.J., Ma Z.W. A One-Step Pack Cementation Method for Preparing AlN/Aluminizing Coating with Good Corrosion Resistanc. *Solid State Phenomena*, 2019, vol. 295, pp. 3–8. DOI: 10.4028/www.scientific.net/SSP.295.3.

8. Pugacheva N.B. Current Trends in the Development of Heat-Resistant Coatings Based on Iron, Nickel and Cobalt Aluminides. *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*, 2015, iss. 3, pp. 51–82. DOI: 10.17804/2410-9908.2015.3.051-082. Available at: https://dream-journal.org/DREAM\_Issue\_3\_2015\_Pugacheva\_N.\_B.\_051\_082.pdf

9. Samsonov G.V. and Vinnitskii I.M. *Tugoplavkie soedineniya* [High-Melting Compounds]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1976.

10. Voroshnin L.G. *Borirovanie promyshlennykh staley i chugunov* [Borating of industrial steels and cast irons]. Minsk, Belarus Publ., 1981, 205 p.

11. Khimushin F.F. *Zharoprochnye stali i splavy* [Heat Resistant Steels and Alloys]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1969.

12. Movchan B.A., Malashenko I.S. *Zharostoykie pokrytiya, osazhdaemye v vakuume* [Vacuum-Deposited Heat-Resistant Coatings]. Kiev, Naukova Dumka Publ., 1983, 232 p.

13. Lakhtin Yu.M., Borodin V.A., Kogan Ya.D., Kostina L.A., Ivanov E.V. Ocheretin Yu.A. Comparative tests of heat-resistant coatings on nickel alloy ZhS6K. *Zashchita metallov*, 1978, 14 (4), pp. 499–491.

14. Minkevich A.N. *Khimiko-termicheskaya obrabotka metallov i splavov* [Chemical and Thermal Treatment of Metals and Alloys]. Moscow, Mashinostroenie Publ., 1965.

15. Borisenok S.G., Vasil'ev L.A., Voroshnin L.G. et al. *Khimiko-termicheskaya obrabotka metallov i splavov*: Spravochnik [Chemicothermal Treatment of Metals and Alloys: A Handbook]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1981.

16. Nakhmanson M.S., Antoshulskiy A.G. A procedure for computer-aided calculation of cell parameters from X-ray diffraction patterns of powders. *Apparatura i Metody Rentgenovskogo Analiza*, 1985, iss. 33, pp. 104–115.

17. Oryshich I.V. Development of methods for testing heat-resistant alloys in molten salts. *Zashchita metallov*, 1981, vol. 17, No. 1, pp. 74–79. (In Russian).

18. Pugacheva N.B., Bykova T.M. A Study of Boriding Methods, An Analysis of the Structure and Properties of the Obtained Coatings. *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*, 2020, iss. 2, pp. 38–60. DOI: 10.17804/2410-9908.2020.2.038-060. Available at: https://dream-journal.org/issues/2020-2/2020-2\_285.html

19. Gol'dshmidt Kh. Dzh. Splavy vnedreniya [Interstitial alloy, Engl. transl.]. Moscow, Mir Publ., 1971.



Подана в журнал: 25.10.2022 УДК 620.18.186:621.793.6. DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.025-034

### ВЛИЯНИЕ БОРА НА ЗАЩИТНЫЕ СВОЙСТВА АЛЮМИНИДНЫХ ПОКРЫТИЙ

Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures Issue 6, 2022

Н. Б. Пугачева<sup>1, 2, а)</sup>, П. А. Поляков<sup>1, 2, б), \*</sup>

<sup>1</sup>Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт машиноведения имени Э.С. Горкунова Уральского отделения Российской академии наук, д. 34, ул. Комсомольская, Екатеринбург, Российская Федерация <sup>2</sup>Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина», д. 19, ул. Мира, г. Екатеринбург, Российская Федерация

> <sup>a)</sup> <sup>(b)</sup> https://orcid.org/0000-0001-8015-8120 <sup>(≥)</sup> nat@imach.uran.ru; <sup>6)</sup> <sup>(b)</sup> https://orcid.org/0000-0002-7779-8546 <sup>(≥)</sup> smokie84@mail.ru

\*Ответственный автор. Электронная почта: smokie84@mail.ru Адрес для переписки: ул. Комсомольская, 34, 620049, Екатеринбург, Российская Федерация Тел.: +7 (343) 374 50 51

Исследованы особенности формирования, микроструктура, фазовый состав и защитные свойства диффузионных алюминидных покрытий, легированных бором, на жаропрочной стали ЭИ69 и никелевом сплаве ЭИ929. В процессе насыщения бор легко диффундирует по междоузлиям кристаллической решетки В2 алюминидов, образуя твердые растворы внедрения. При этом содержание Al в покрытии уменьшается, тем самым реализуется возможность повышения пластичности покрытия при сохранении высоких защитных свойств. Связывая тугоплавкие коррозионно-активные элементы (Mo, W, Nb и др.) в коррозионностойкие бориды, бор на порядок повышает общую стойкость покрытия в расплаве солей Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> и NaCl при 700 °C, а также улучшает сопротивление поверхности эрозионному изнашиванию, что позволило рекомендовать покрытие Al-Si-B для защиты поверхности лопаток турбин турбокомпрессоров наддува и выпускных клапанов дизелей.

**Ключевые слова:** химико-термическая обработка, жаропрочные стали и сплавы, алюминиды, микротвердость, коррозионная стойкость, эрозия.

#### 1. Введение

Перевод мощных дизелей на тяжелые сорта топлива с массовым содержанием серы до 3 % и ужесточение условий их эксплуатации ставят задачу защиты деталей горячего тракта дизеля и турбокомпрессора от разрушающего воздействия сульфидной коррозии и газовой эрозии. К таким деталям относятся лопатки турбины турбокомпрессора наддува и выпускные клапаны дизеля. Появление обезлегированной разупрочненной поверхностной зоны, развитие коррозионно-эрозионных повреждений поверхности лопаток часто являются основной причиной появления усталостных трещин, вызывающих в конечном итоге разрушение металла. Для выпускных клапанов характерно адгезионное схватывание поверхности штока и втулки, а также эрозионное повреждение и окисление поверхности.

Наиболее эффективным средством защиты поверхности лопаточного аппарата газовых турбин от высокотемпературной коррозии является нанесение покрытий алюминидного класса. В настоящее время разработана серия таких покрытий применительно к жаропрочным никелевым сплавам [1–7]. Основными направлениями повышения защитных свойств алюминидных покрытий являются следующие: легирование элементами, обеспечивающими стабильность β-фазы NiAl или FeAl, упорядоченной по типу B2; формирование диффузионного барьера на границе «сплав–покрытие», препятствующего взаимодействию покрытия



ISSN 2410-9908

с основой при высоких температурах; повышение защитных свойств оксидной пенки  $Al_2O_3$ на поверхности [3, 8]. Кремний, например, способствует формированию на границе «сплавпокрытие» эффективного диффузионного барьера из силицидов легирующих элементов сплава – основы. Кроме того, кремний уменьшает дефектность защитной пленки Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и улучшает ее адгезию. Легирование редкоземельными металлами и магнием способствует повышению адгезионного сцепления пленки Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> с поверхностью. В настоящее время разработаны составы, позволяющие формировать покрытия как по низкоактивному механизму (с преобладанием диффузии элементов основы к поверхности), так и по высокоактивному механизму (с преобладанием диффузии алюминия вглубь основы). Интерес представляет легирование алюминидных покрытий бором, который обладает малым атомным радиусом (0,086 нм [9]), поэтому может легко диффундировать на всю толщину алюминидного покрытия, изменяя его свойства. Известно, что легирование поверхности сталей и сплавов бором позволяет повысить твердость, износо- и теплостойкость [10]. Легирование бором жаропрочных никелевых сплавов позволяет повысить их пластичность, длительную прочность и фазовую стабильность [3, 11]. Положительное влияние бора проявляется в образовании сегрегаций этого элемента по границам зерен сплавов в местах сочленения кристаллических решеток различной ориентации, что замедляет начало отрыва при разрушающих нагрузках. Кроме того, бориды хрома Cr<sub>3</sub>B<sub>2</sub> и Cr<sub>5</sub>B<sub>3</sub>, легированные Ni, Co, W, Mo, способствуют замедлению диффузионных процессов по границам зерен, а также оказывают упрочняющее действие. Бориды хрома весьма успешно используются в эрозионностойких плазменных покрытиях [12]. Это дает основания предполагать, что введение бора в термодиффузионные алюминидные покрытия позволит повысить их долговечность. Сведения о легировании покрытий на основе В2 алюминидов бором весьма ограничены. Авторы [13] отмечают положительное влияние добавок бора в покрытия на основе В2 алюминида никеля. Достаточно широко процесс бороалитирования с преобладанием алитирования используется для упрочнения поверхности сталей и сплавов с целью повышения жаростойкости, коррозионной и эрозионной стойкости [14, 15]. Однако однозначного объяснения механизма влияния бора на долговечность покрытий на основе В2 алюминидов в литературе пока нет.

Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures Issue 6, 2022

Цель работы – установить механизм влияния бора на микроструктуру, фазовый состав, коррозионную и эрозионную стойкость алюминидных покрытий на основе B2 фаз на жаропрочной стали ЭИ69 и никелевом сплаве ЭИ929, используемых для изготовления лопаточного аппарата турбин турбокомпрессора наддува и выпускных клапанов мощных дизелей.

#### 2. Материалы и методы исследования

Покрытия наносили методом термодиффузионного насыщения в порошковых смесях. В качестве поставщиков алюминия и кремния использовали комплексные сплавы Fe–A1–Si [3]. Для получения борсодержащих покрытий в порошковую смесь добавляли карбид бора B4C. Температуры насыщения в порошковых смесях составили 900 °C для стали и 950 °C для никелевого сплава, длительность выдержки – 8 и 6 ч. соответственно. Химический состав исследованных стали и сплава приведен в табл. 1.

Таблица 1

| Марка | С       | Cr    | Al      | Ti      | Ni     | Мо      | W       | Co    | Fe     |
|-------|---------|-------|---------|---------|--------|---------|---------|-------|--------|
| ЭИ69  | 0,4–0,5 | 13–15 | 0       | 0       | 13–15  | 0,2–0,4 | 2–2,75  | 0     | Основа |
| ЭИ929 | 0,1–0,2 | 9–12  | 3,6–4,6 | 1,4–2,0 | Основа | 4–6     | 4,5–5,5 | 12–16 | < 5,0  |

Химический состав жаропрочной стали ЭИ69 и никелевого сплава ЭИ929, мас. %

Pugacheva N. B. and Polyakov P. A. The effect of boron on the protective properties of aluminide coatings // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. – 2022. – Iss. 6. – P. 25–34. – DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.025-034.



ISSN 2410-9908

Микроструктуру полученных покрытий выявляли травлением в реактиве Васильева и изучали на оптическом микроскопе Neophot и микротвердомере Leica при нагрузке 50 г. Рентгеноструктурные исследования проводили на установке ДРОН-2.0 в кобальтовом  $K_a$  излучении. Периоды кристаллических решеток фаз NiA1, (Ni, Fe)A1, (FeNi)<sub>3</sub>A1 и  $\alpha$ –Fe определяли в интервале углов  $2\theta = (70-160)^\circ$  по методике [16]. Количественный анализ содержания элементов в покрытиях выполняли на сканирующем электронном микроскопе TESCAN с волнодисперсионной приставкой для микрорентгеноспектрального анализа OXFORD.

Для ускоренной оценки коррозионной стойкости покрытий использовали методику тигельных испытаний в расплаве смеси сульфата и хлорида натрия [17], мас. %: 75 Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> и 25 NaCl. Этот метод, предъявляющий довольно жесткие требования к покрытиям, позволяет качественно оценить относительную коррозионную стойкость покрытий и определить тенденции их возможного поведения при высокотемпературной коррозии. Температура испытаний 700 °C. Покрытия наносили на образцы размерами Ø15×3 мм. Для сравнения проводили испытания сплава и стали без покрытия и с диффузионным боридным покрытием, нанесенным в порошковой смеси по технологии, подробно описанной в работе [18]. После каждого цикла испытаний образцы тщательно отмывали от продуктов коррозии и остатков солей. Коррозионную стойкость определяли по удельному изменению массы образцов, рассчитываемому следующим образом:

$$\Delta m = \frac{m_1 - m_0}{S_0},$$
 (1)

где  $m_1$  — масса образца после испытания;  $m_0$  — масса образца до испытания; S — площадь поверхности образца. Испытания эрозионной стойкости проводили на экспериментальной установке типа центробежного ускорителя. В качестве абразивного материала использовали кварцевый песок фракций 0,4—0,6 мм. Угол атаки составлял ~ 45°. Эрозионную стойкость оценивали по убыли массы образцов по формуле:

$$\Delta m = m_1 - m_0. \tag{2}$$

Площадь поверхности образцов, подвергнутых эрозионному воздействию, была одинакова и составляла 78,5 мм<sup>2</sup>.

#### 3. Результаты и их обсуждение

Покрытия A1–Si–B имеют характерное для покрытий алюминидного класса строение (рис. 1) и соответствуют полученным ранее для покрытий A1–Si структурам [3, 8]. При легировании этих покрытий бором микроструктура защитного слоя не изменилась. Фазовый состав исследованных покрытий приведен в табл. 2. С увеличением содержания карбида бора в насыщающей смеси уменьшаются толщина и микротвердость покрытий. С помощью микрорентгеноспектрального анализа наличие бора в покрытии зафиксировано уже при введении 5 мас. %. В4С в порошковую смесь (табл. 2). Кроме того, при увеличении содержания карбида бора в насыщающем составе концентрация алюминия в покрытиях уменьшилась от 27 мас. % в покрытии, полученном из смеси с 5 мас. % В4С, до 24 мас. % в покрытии, полученном из смеси 50 мас. % В4С. Однако фазовый состав и структура покрытий A1–Si–B при этом не изменились (табл. 2). Следует отметить, что содержание кремния в обоих покрытиях было одинаково и составило 1,5–2 мас. %.

Снижение содержания алюминия в покрытиях с увеличением количества карбида бора в смеси должно сопровождаться уменьшением периода решетки (a) алюминий содержащих фаз NiAl и (Fe, Ni)Al. Однако в покрытиях на стали ЭИ69 значение a для (Fe, Ni)Al увеличивается, а в покрытиях на сплаве ЭИ929 a для NiAl остается постоянным. По-видимому, это обусловлено тем, что бор легирует алюминиды NiAl и (Fe, Ni)Al, образуя твердые рас-



http://dream-journal.org

творы внедрения. Изменения параметров решетки фаз (Fe,Ni)<sub>3</sub>A1 и *a*–Fe в покрытиях на стали ЭИ69 не наблюдали, поэтому их значения не приведены в табл. 2.

В исследуемых покрытиях наиболее сильным боридообразователем является хром, находящийся в стали и сплаве и участвующий в образовании покрытий, поэтому в покрытиях на стали и сплаве образовались бориды хрома. Уже при введении 5 мас. % В<sub>4</sub>С в насыщающую смесь на дифрактограммах, снятых с поверхности полученных на стали ЭИ69 покрытий, появились слабые дифракционные максимумы, идентифицированные как линии соединений Сг<sub>2</sub>В и Сг<sub>3</sub>В<sub>4</sub>, а на сплаве ЭИ929 – только линии Сг<sub>2</sub>В.



а



б

Рис. 1. Микроструктура покрытий A1–Si–B на стали ЭИ69 (*a*) и никелевом сплаве ЭИ929 (*б*) после насыщения в порошковой смеси с 25 мас. % B<sub>4</sub>C

Таблица 2

| Мате-  | Режим   | Коли-    | Толщина   | Содержание  |        | HV <sub>0,05</sub> | <i><b>a</b></i> <sub>β</sub> , нм | Фазовый                       |
|--------|---------|----------|-----------|-------------|--------|--------------------|-----------------------------------|-------------------------------|
| риал   | XTO     | чество   | покрытия, | в покрытии, |        |                    |                                   | состав                        |
| основы |         | $B_4C$   | МКМ       | Ма          | мас. % |                    |                                   | покрытия                      |
|        |         | в смеси, |           | В           | B Al   |                    |                                   |                               |
|        |         | мас. %   |           |             |        |                    |                                   |                               |
| ЭИ69   | 900 °C, | 0        | 55-60     | 0           | 28,0   | 630                | 0,2896                            | (Fe,Ni)Al,                    |
|        | 8ч      | 5        | 52–58     | 0,6         | 27,0   | 630                | 0,2896                            | (Fe,Ni) <sub>3</sub> Al, α-Fe |
|        |         | 10       | 50-55     | 1,0         | 26,5   | 650                | 0,2898                            | (Fe,Ni)Al,                    |
|        |         | 25       | 45-50     | 1,4         | 25,2   | 560                | 0,2904                            | (Fe,Ni) <sub>3</sub> Al,      |
|        |         | 50       | 40-45     | 1,6         | 24,0   | 520                | 0,2910                            | α-Fe, Cr <sub>2</sub> B,      |
|        |         |          |           |             |        |                    |                                   | $Cr_3B_4$                     |
| ЭИ929  | 950 °С, | 0        | 55-60     | 0           | 28,5   | 850                | 0,2877                            | NiAl, Cr <sub>3</sub> Si      |
|        | 6 ч     | 5        | 55-60     | 0,8         | 27,2   | 850                | 0,2876                            | NiAl, Cr <sub>3</sub> Si,     |
|        |         | 10       | 50-55     | 1,2         | 26,6   | 800                | 0,2876                            | $Cr_2B$                       |
|        |         | 15       | 50-55     | 1,8         | 26,0   | 750                | 0,2876                            |                               |
|        |         | 25       | 45-50     | 2,3         | 25,2   | 700                | 0,2876                            |                               |
|        |         | 50       | 35–40     | 2,8         | 24,0   | 600                | 0,2878                            |                               |

Параметры покрытий Al–Si и Al–Si–В на стали ЭИ69 и сплаве ЭИ929

Бориды M<sub>2</sub>B имеют структуру типа CuAl<sub>2</sub> (*C16*), в которой присутствуют слои из тетраэдров, образованных атомами металлов, а атомы бора располагаются в междоузлиях между ними [19]. Кроме того, бориды MB<sub>2</sub>, возможно, тоже являются изоструктурными выделения из исходной ГЦК-решетки. Это означает, что соединения MB<sub>2</sub> могут обеспечивать дисперсионное упрочнение сплавов, а в нашем случае – алюминидных покрытий. С увеличением содержания бора в боридах могут формироваться бориды с более высоким содержанием



http://dream-journal.org

бора MB, M<sub>3</sub>B<sub>4</sub>, MB<sub>2</sub>, MB<sub>6</sub>, MB<sub>12</sub>. Образование высших боридов в покрытии нежелательно с точки зрения его охрупчивания. Выбранные насыщающие составы и режимы ХТО исключают формирование боридов с высоким содержанием бора.

Чисто боридные покрытия на жаропрочной стали ЭИ69 и никелевом сплаве ЭИ929, нанесенные из насыщающего состава, описанного в работе [15], имели толщину не более 40 мкм. Микротвердость боридного покрытия на стали ЭИ69 составляла 2230 HV 0,05, а на сплаве ЭИ929 – 2900 HV 0,05. По данным рентгеноструктурного фазового анализа, покрытие на стали состоит из боридов железа Fe<sub>2</sub>B и FeB с преобладанием боридов FeB, а на никелевых сплавах – из боридов никеля Ni<sub>2</sub>B и хрома Cr<sub>3</sub>B<sub>4</sub>, CrB<sub>2</sub> с преобладанием боридов Ni<sub>2</sub>B. Микроструктура исследованных боридных покрытий представлена на рис. 2. В условиях испытаний борирование поверхности практически не повлияло на коррозионную стойкость защищаемых сплавов (рис. 3), что обусловлено низкой коррозионной стойкостью боридов в расплаве солей [9, 10], а также малой толщиной покрытий.



Рис. 2. Микроструктура боридных покрытий на стали ЭИ69 (а) и никелевом сплаве (б)



Рис. 3. Изменение массы образцов при коррозионных испытаниях в расплаве солей Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> и NaCl: 1 – сталь ЭИ69 без покрытия; 2 – сплав ЭИ929 без покрытия; 3 – покрытие В на стали ЭИ69; 4 – покрытие В на сплаве ЭИ929; 5 – покрытие Al-Si на стали ЭИ69; 6 – покрытие Al-Si на сплаве ЭИ929; 7 – покрытие Al-Si-B на стали ЭИ69; 8 – покрытие Al-Si-В на сплаве ЭИ929

Полученные зависимости изменения массы образцов в ходе коррозионных испытаний показали, что покрытия Al-Si и Al-Si-В на никелевом сплаве ЭИ929 выполняют свои защитные свойства на выбранной базе испытаний 100 ч (рис. 3, кривые 6 и 8), тогда как на стали ЭИ 69 долговечность этих покрытий ограничена 80 ч для покрытия Al-Si (рис. 3, кривая 5) и всего 30 ч для покрытия Al-Si-B (рис. 3, кривая 7). Резкое уменьшение массы

Pugacheva N. B. and Polyakov P. A. The effect of boron on the protective properties of aluminide coatings // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. - 2022. - Iss. 6. - P. 25-34. - DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.025-034.



образцов с покрытием Al–Si–B на стали ЭИ69 связано с малой толщиной слоя (Fe, Ni)Al (всего 15 мкм) и, следовательно, меньшим запасом алюминия, расходуемого на восстановление поврежденной в ходе испытаний защитной пленки Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> по сравнению с таким же покрытием на никелевом сплаве.

Структурные изменения в покрытии с бором наименьшие по сравнению с алюминидным покрытием без него при одинаковых выдержках и температурах (рис. 4). В покрытии Al–Si без бора (рис. 4 *a*) после 100-часовой выдержки в расплаве солей при температуре 700 °C на поверхности начинает образовываться прослойка из менее жаростойкой  $\gamma'$ -фазы Ni<sub>3</sub>Al, более интенсивно увеличивается толщина диффузионной зоны (примерно в 2 раза больше, чем у покрытия Al–Si–B). Присутствие бора в покрытии обеспечивает сохранение B2 фазы NiAl и практически исходной толщины диффузионной зоны (рис. 4  $\delta$ ). Бор влияет на термическую стабильность алюмосилицидного покрытия за счет дополнительного образования боридов Cr<sub>2</sub>B и Cr<sub>3</sub>B<sub>4</sub>, способствующего повышению барьерного действия прослойки вторичных фаз на границе «сплав–покрытие». Не следует исключать возможность растворения бора в карбидах Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> и Cr<sub>7</sub>C<sub>3</sub>, а также в силицидах Cr<sub>3</sub>Si, что приводит к их термической стабилизации [19].



Рис. 4. Микроструктура покрытий Al–Si (*a*) и Al–Si–B (б) после 100-часовой выдержки при 700 °С в расплаве смеси солей 75 мас. % Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> и 25 мас. % NaCl



Рис. 5. Изменение массы образцов после испытаний на эрозионную стойкость: *a* – сталь ЭИ69; *б* – сплав ЭИ929; *I* – без покрытия; *2* – с покрытием В; *3* – с покрытием Al–Si; 4 – с покрытием Al–Si–B



Высокие значения микротвердости боридных покрытий обеспечивают увеличение контактной износостойкости [9]. Однако обладая малым запасом пластичности и высокой хрупкостью, бориды легко скалываются и выкрашиваются под действием нормальных и касательных напряжений в процессе эрозионных испытаний. Кроме того, толщина борированных слоев была мала – не более 40 мкм. В связи с этим эрозионная стойкость образцов с боридными покрытиями была практически на одном уровне с образцами без покрытий (рис. 5). Покрытия A1–Si и A1–Si–B в условиях испытаний показали максимальную коррозионную и эрозионную стойкость. Бориды хрома Me<sub>2</sub>B и Me<sub>3</sub>B<sub>4</sub>, легированные тугоплавкими элементами сплава–основы, оказывают упрочняющее действие в покрытиях A1–S–B, способствуя тем самым увеличению эрозионной стойкости. В большей степени это сказалось на покрытия, состоящие из алюминидов никеля.

#### 4. Заключение

Выполненные исследования показали, что легирование алюминидных покрытий бором положительно влияют на коррозионную и эрозионную стойкость. Влияние бора на свойства алюминидных покрытий проявляется в следующем:

1) обладая малым радиусом, бор в процессе XTO диффундирует на всю толщину покрытия, легируя B2 фазы;

2) входя в решетку В2 фаз, бор способствует снижению содержания в них алюминия. что повышает стойкость к растрескиванию покрытий при эрозионном воздействии;

3) бор образует с хромом дисперсные бориды, упрочняющие покрытие, что повышает его эрозионную стойкость;

4) бориды хрома в диффузионной зоне увеличивают эффективность барьерного эффекта, что проявляется в снижении диффузионного взаимодействия с основой во время длительных выдержек при высоких температурах.

Экспериментально установлено, что термодиффузионные покрытия A1–Si и A1–Si–B на порядок увеличивают коррозионную стойкость стали ЭИ69 и никелевого сплава ЭИ929 в расплаве солей Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> и NaCl при 700 °C, а также повышают эрозионную стойкость поверхности не менее чем на 40 %. Это позволило рекомендовать данные покрытия для защиты поверхности лопаток турбин турбокомпрессоров наддува и выпускных клапанов мощных дизелей. Для высокотемпературных деталей из жаропрочной стали ЭИ69 рекомендовано покрытие A1–Si, а в случае использования никелевых сплавов – покрытие A1–Si–B.

#### Благодарность

Работа выполнена на оборудовании ЦКП «Пластометрия» ИМАШ УрО РАН в соответствии с государственным заданием по теме № АААА-А18-118020790145-0.

#### Литература

1. Sivakumar R., Mordike B. L. High temperature coatings for gas turbine blades: a review // Surface and Coatings Technology. -1989. - Vol. 37, iss. 2 - P. 139-160. - DOI: 10.1016/0257-8972(89)90099-6.

2. Абраимов Н. В., Елисеев Ю. С. Химико-термическая обработка жаропрочных сталей и сплавов. – М. : Интермет Инжиниринг, 2001. – 622 с.

3. Гузанов Б. Н., Косицын С. В., Пугачева Н. Б. Упрочняющие защитные покрытия в машиностроении. – Екатеринбург : УрО РАН, 2004. – 244 с. – ISBN: 5-7691-1405-3.

4. Мубояджан С. А., Лесников В. П., Кузнецов В. П. Комплексные защитные покрытия турбинных лопаток авиационных ГТД. – Екатеринбург : «Квист», 2008. – 208 с. – ISBN: 5-900474-60-7.

5. Production of aluminide layers on AISI 304 stainless steel at low temperatures using the slurry process / R. M. Triani, L. F. D. A. Gomes, R. J. T. Aureliano, A. L. Neto, G. E. Totten,



L. C. Casteletti // J. Mater. Eng. Perfor. – 2020. – 29 (6). – C. 3568–3574. – DOI: 10.1007/s11665-020-04748-3.

6. Current Status and Application of Hot-Dip Aluminizing Technique / X. M. Liu, D. W. Yi, B. Liu, Z. W. Ma, G. W. Wang // Mater. Protect. – 2008. – 41 (4).

7. Wang X. Y., Du J. J., Ma Z. W. A One-Step Pack Cementation Method for Preparing AlN/Aluminizing Coating with Good Corrosion Resistanc // Solid State Phenomena. – 2019. – Vol. 295. – P. 3–8. – DOI: 10.4028/www.scientific.net/SSP.295.3.

8. Pugacheva N. B. Current Trends in the Development of Heat-Resistant Coatings Based on Iron, Nickel and Cobalt Aluminides // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. – 2015. – Iss. 3. – P. 51–82. – DOI: 10.17804/2410-9908.2015.3.051-082. – URL: https://dream-journal.org/DREAM\_Issue\_3\_2015\_Pugacheva\_N.\_B.\_051\_082.pdf

9. Самсонов Г. В., Виницкий И. М. Тугоплавкие соединения : справочник. – М. : Металлургия, 1976. – 560 с.

10. Ворошнин Л. Г. Борирование промышленных сталей и чугунов. – Минск : Беларусь, 1981. – 205 с.

11. Химушин Ф. Ф. Жаропрочные стали и сплавы. – М. : Металлургия, 1969. – 752 с.

12. Мовчан Б. А., Малашенко И. С. Жаростойкие покрытия, осаждаемые в вакууме. – Киев : Наукова думка, 1983. – 232 с.

13. Сравнительные испытания жаростойких покрытий на никелевом сплаве ЖС6К /

Ю. М. Лахтин, В. А. Бородин, Я. Д. Коган и др. // Защита металлов. – 1978. – 14 (4). – С. 499–491. 14. Минкевич А. Н. Химико-термическая обработка металлов и сплавов. – М. : Машиностроение, 1965. – 492 с.

15. Химико-термическая обработка металлов и сплавов : справочник / Г. В. Борисенок, Л. А. Васильев, Л. Г. Ворошнин и др. – М. : Металлургия, 1981. – 424 с.

16. Нахмансон М. С., Антошульский А. Г. Методика расчета параметров ячейки по рентгенограммам порошков с помощью ЭВМ // Аппаратура и методы рентгеновского анализа. – 1985. – Вып. 33. – С. 104–115.

17. Оришич И. В. Разработка методики испытания жаропрочных сплавов в расплавах солей // Защита металлов. – 1981. – 17 (1). – С. 74–79.

18. Pugacheva N. B., Bykova T. M. A Study of Boriding Methods, An Analysis of the Structure and Properties of the Obtained Coatings // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. – 2020. – Iss. 2. – P. 38–60. – DOI: 10.17804/2410-9908.2020.2.038-060. – URL: https://dream-journal.org/issues/2020-2/2020-2\_285.html

19. Гольдшмидт Х. Дж. Сплавы внедрения / пер. с англ. С. Н. Горина и др. / под ред. Н. Т. Чеботарёва. – Вып. II. – М. : Мир, 1971. – 464 с.



Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures Issue 6, 2022

ISSN 2410-9908

Received: 27.09.2022 Revised: 24.11.2022 Accepted: 23.12.2022 DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.035-045

http://dream-journal.org

#### THE EFFECT OF ALUMINUM CONCENTRATION ON THE STRUCTURE EVOLUTION AND MECHANICAL PROPERTIES OF Cu/AI COMPOSITES PRODUCED BY ELECTRON-BEAM ADDITIVE MANUFACTURING

A. O. Panfilov<sup>a), \*</sup>, A. P. Zykova<sup>b)</sup>, A. V. Chumaevskii<sup>c)</sup>, V. A. Beloborodov<sup>d)</sup>, S. Yu. Nikonov<sup>e)</sup>, and E. A. Kolubaev<sup>f)</sup>

Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, 2/4 Akademicheskiy Ave., Tomsk, 634055, Russia



<sup>\*</sup>Corresponding author. E-mail: alexpl@ispms.ru Address for correspondence: pr. Akademicheskiy, 2/4, Tomsk, 634055, Russia Tel.: +7 (900) 104 9453

Electron-beam additive manufacturing with a simultaneous feed of two wires is used to produce Cu/Al composites with different contents of Al-12Si aluminum alloy. The obtained specimens are examined by optical microscopy and X-ray diffraction analysis and tested for uniaxial static tension. The introduction of 25 vol % Al-12Si is found to form a fairly homogeneous structure characterized by Cu dendrites and a small volume fraction of Cu<sub>9</sub>Al<sub>4</sub> and Cu<sub>4</sub>Al intermetallic compounds on the dendritic cell boundaries. The increase of the volume fraction of Al-12Si in the copper alloy to 33 vol % is accompanied by the formation of Cu<sub>9</sub>Al<sub>4</sub>, Cu<sub>4</sub>Al, and Cu<sub>3</sub>Al intermetallics and an increase in their volume fraction. In the composite with 33 vol % Al-12Si, the Cu<sub>9</sub>Al<sub>4</sub> phase becomes the main one, thus causing brittle fracture of the specimens without plastic deformation. It is shown that, with an increase in the volume fraction of Al-12Si to 30 %, ultimate strength increases significantly in the copper alloy (up to 695 MPa) and relative elongation decreases (down to 4 %) due to the increasing volume fraction of the brittle Cu<sub>x</sub>Al<sub>y</sub> intermetallic phases. The results of hardness measurements testify that the increase of Al-12Si content in the specimens from 25 to 33 vol % increases their microhardness significantly, namely from 1.38 to 4.35 GPa.

**Keywords:** electron-beam additive manufacturing, Cu/Al composite, intermetallic, microstructure, mechanical properties.

#### Acknowledgment

The work was supported by the grant from the President of the Russian Federation for the state support of leading scientific schools, No. NSh-1174.2022.4. It was performed under the state assignment for ISPMS SB RAS, project FWRW-2021-0012.

The effect of aluminum concentration on the structure evolution and mechanical properties of Cu/Al composites produced by electron-beam additive manufacturing / A. O. Panfilov, A. P. Zykova, A. V. Chumaevskii, V. A. Beloborodov, S. Yu. Nikonov, and E. A. Kolubaev // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. – 2022. – Iss. 6. – P. 35–45. – DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.035-045



#### References

1. Fujii H.T., Endo H., Sato Y.S., Kokawa H. Interfacial microstructure evolution and weld formation during ultrasonic welding of Al alloy to Cu. *Materials Characterization*, 2018, vol. 139, pp. 233–240. DOI: 10.1016/j.matchar.2018.03.010.

2. Shin Hyung-Seop, De Leon Michael. Mechanical performance and electrical resistance of ultrasonic welded multiple Cu-Al layers. *Journal of Materials Processing Technology*, 2017, vol. 241, pp. 141–153. DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2016.11.004.

3. Lapovok R., Ng H.P., Tomus D., Estrin Y. Bimetallic copper-aluminium tube by severe plastic deformation. *Scripta Materialia*, 2012, vol. 66, pp. 1081–1084. – DOI: 10.1016/j.scriptamat.2012.03.004.

4. Powell C., Stillman H. Corrosion behaviour of copper alloys used in marine aquaculture. *International Copper Association*, 2009, pp. 1–3.

5. Callcut V.A. Aluminium bronzes for industrial use. *Metals and materials*, 1989, vol. 5, No. 3, pp. 128–132.

6. Nesma T.A., Simonelli M., Parry L., Ashcroft I., Tuck C., Hague R. 3D printing of Aluminium alloys: Additive Manufacturing of Aluminium alloys using selective laser melting. *Progress in Materials Science*, 2019, vol. 106, pp. 100578. DOI: 10.1016/j.pmatsci.2019.100578.

7. Gong V., Meng Y., Zhang S., Zhang Y., Zeng X., Gao M. Laser-arc hybrid additive manufacturing of stainless steel with beam oscillation. *Additive Manufacturing*, 2020, vol. 33, pp. 101180. DOI: 10.1016/j.addma.2020.101180.

8. Cai X., Dong B., Yin X., Lin S., Fan C., Yang C. Wire arc additive manufacturing of titanium aluminide alloys using two-wire TOP-TIG welding: Processing, microstructures, and mechanical properties. *Additive Manufacturing*, 2020, vol. 35, pp.101344. DOI: 10.1016/j.eddma.2020.101244

10.1016/j.addma.2020.101344.

9. Pu Ze, Dong Du, Wang Kaiming, Liu Guan, Zhang Dongqi, Zhang Haoyu, Xi Rui, Wang Xiebin, Chang Baohua. Study on the NiTi shape memory alloys in-situ synthesized by dual-wire-feed electron beam additive manufacturing. *Additive Manufacturing*, 2022, vol. 26, pp. 102886. DOI: 10.1016/j.addma.2022.102886.

10. Astafurov S., Astafurova E., Reunova K., Melnikov E., Panchenko V., Moskvina V., Maier G., Rubtsov V., Kolubaev E. Electron-beam additive manufacturing of high-nitrogen steel: Microstructure and tensile properties. *Materials Science and Engineering: A*, 2021, vol. 826, pp. 141951. DOI: 10.1016/j.msea.2021.141951.

11. Chumaevskii A., Kalashnikova T., Gusarova A., Knjazhev E., Kalashnikov K., Panfilov A. The Structure Organization and Defect Formation of Cu-Al System Polymetallic Materials Produced by the Electron-Beam Additive Technology. In: *7th International Congress on Energy Flux-es and Radiation Effects (EFRE)*, 2020, pp. 1294–1298.

12. Chumaevskii A.V., Panfilov A.O., Knyazhev E.O., Zykova A.P., Gusarova A.V., Kalashnikov K.N., Vorontsov A.V., Savchenko N.L., Nikonov S.Y., Cheremnov A.M., Rubtsov V.E., Kolubaev E.A. Production of Gradient Intermetallic Layers Based on Aluminum Alloy and Copper by Electron–beam Additive Technology. *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*, 2021, pp. 19–31. DOI: 10.17804/2410-9908.2021.6.019-031. Available at: https://dreamjournal.org/issues/2021-6/2021-6\_342.html


Подана в журнал: 27.09.2022 УДК 539.25:621.791.14:620.186.12: 620.17 DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.035-045

## ВЛИЯНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ АЛЮМИНИЯ НА ЭВОЛЮЦИЮ СТРУКТУРЫ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КОМПОЗИТОВ Сu/Al, ПОЛУЧЕННЫХ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ АДДИТИВНОЙ ТЕХНОЛОГИЕЙ

А. О. Панфилов<sup>а), \*</sup>, А. П. Зыкова<sup>б)</sup>, А. В. Чумаевский<sup>в)</sup>, В. А. Белобородов<sup>г)</sup>, С. Ю. Никонов<sup>д)</sup>, Е. А. Колубаев<sup>е)</sup>

Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук, пр. Академический 2/4, г. Томск, 634055, Российская Федерация



\*Ответственный автор. Электронная почта: alexpl@ispms.ru Адрес для переписки: пр. Академический, 2/4, г. Томск, Российская Федерация Тел.: +7–900–104–94–53

Методом электронно-лучевого аддитивного производства с одновременной подачей двух проволок были получены композиты Cu/Al с различным содержанием алюминиевого сплава АК12. Полученные заготовки исследовались методами оптической микроскопии, методом рентгеноструктурного анализа, проведены испытания на одноосное статическое растяжение. Установлено, что введение 25 об. % АК12 приводит к формированию относительно однородной структуры характеризующейся дендритами Си и незначительной объемной долей интерметаллидов Cu<sub>9</sub>Al<sub>4</sub> и Cu<sub>4</sub>Al по границам дендритных ячеек. С увеличением объемной доли АК12 до 33 об. % в медном сплаве происходит увеличение объемной доли и формирование интерметаллидов Cu<sub>9</sub>Al<sub>4</sub>, Cu<sub>4</sub>Al, и Cu<sub>3</sub>Al. В композите с содержанием 33 об. % AK12 фаза Cu<sub>9</sub>Al<sub>4</sub> становится основной, что приводит к хрупкому разрушению образцов без пластической деформации. Показано, что с увеличением объемной доли АК12 до 30 % в медном сплаве происходит значительное повышение значений предела прочности (до 695 МПа) и снижение значений относительного удлинения (до 4 %) за счет увеличения объемной доли хрупких интерметаллидных фаз Cu<sub>x</sub>Al<sub>y</sub>. Результаты измерения микротвердости композитов показали, что увеличение содержания АК12 с 25 об. % до 33 об. % приводит значительному росту микротвердости от 1,38 до 4,35 ГПа.

Ключевые слова: электронно-лучевое аддитивное производство, композит Cu/Al, интерметаллиды, микроструктура, механические свойства.

## 1. Введение

Растущий спрос на материалы со свойствами, недостижимыми при использовании отдельных обычных сплавов, побуждает исследователей разрабатывать и изучать возможности при получении так называемых «гибридных материалов». В частности, полиметаллические материалы могут обеспечивать интересные комбинации структурных и функциональных свойств. Например, медно-алюминиевые сплавы обладают хорошей коррозионной стойкостью и отличной электропроводностью по сравнению с медью [1–3]. При этом медные спла-



http://dream-journal.org

ISSN 2410-9908

вы применяются в легкой и тяжелой промышленности для производства деталей триботехнического назначения, так как обладают хорошей устойчивостью к воздействию агрессивных сред [4, 5]. Производство медно-алюминиевых сплавов традиционными методами не отличается гибкостью и экономичностью. Существует высокий спрос на оснастку с индивидуальной сложной геометрией, которая должна быть изготовлена своевременно и по низкой цене, без ущерба для точности размеров, механических свойств и трибологических характеристик. Аддитивное производство является прорывной технологией, позволяющей создавать сложные детали послойно, обладает многими преимуществами по сравнению с традиционными технологиями производства, включая возможность изготовления сложных деталей по запросу, более высокую гибкость конструкции, более короткое время выполнения заказов и меньший расход материалов. Селективное лазерное плавление, электронно-лучевое плавление или аддитивное производство проволоки и дуги являются наиболее перспективными высокотехнологичными промышленными методами быстрого прототипирования сложных по форме и неоднородных по составу деталей [6-10]. Электронно-лучевое аддитивное производство (ЭЛАП) имеет ряд преимуществ перед другими аддитивными методами 3D-печати металлом: высокий вакуум в рабочей камере защищает металлические детали от негативного воздействия атмосферы и процесс не требует использования защитного газа; высокая скорость наплавки и возможность изготовления крупных деталей, постобработки поверхности или объемной термообработки заготовок.

Ранее авторами был получен функционально-градиентный материал Cu/Al методом электронно-лучевого аддитивного производства с одновременной подачей двух проволок [11, 12]. Печать осуществляли медной (сплав M1) и алюминиевой проволоками (AMr5) с плавно изменяющейся скоростью подачи от 100 % меди до 100 % алюминиевого сплава. Исследования показали, что в условиях двухпроволочной градиентной подачи в ванну расплава происходит образование неоднородностей и расслоений в зоне структурного градиента [11, 12]. Целью настоящей работы – получение бездефектного композита Cu/Al методом ЭЛАП с различным содержанием алюминиевого сплава AK12 для предотвращения образования структурных неоднородностей и расслоений в получаемых изделиях и для обеспечения повышенных рабочих характеристик геометрически сложных деталей. Выбор AK12 обусловлен наличием в нем кремния, который повышает жидкотекучесть при литье, а также предотвращает образование дефектов в процесс кристаллизации, что может положительно влиять на получение изделия методом ЭЛАП. Алюминиевый сплав AMr5 в свою очередь содержит магний, который склонен к выгоранию в процессе ЭЛАП, что при водит к образованию дефектов [11].

## 2. Материалы и методы

Получение композитов Cu/Al с различным содержанием алюминия осуществлялось по технологии ЭЛАП по представленной схеме (рис. 1). В качестве исходных материалов использовались проволоки меди M1 и алюминиево-кремниевого сплава AK12 диаметрами 1,2 мм. Печать заготовок в виде стенок осуществлялась одновременной подачей проволок меди и алюминиевого сплава в фокус электронного пучка. Напряжение электронного пучка в процессе печати было постоянным и составляло 30 кВ. Для формирования бездефектных композитов Cu/Al значения тока изменяли от 74 мA до 27 мA по мере выращивания материалов. Одновременное плавление проволок приводило к их взаимному перемешиванию и последующей кристаллизации в затвердевший слой. Таким образом, наплавляя слои проволок, формировали заготовки в виде стенки. Получение готового изделия с заданным содержания алюминия достигалось во время наплавки автоматическим регулированием соответствующего соотношения скоростей подачи проволок. В результате были получены композиты на основе меди с содержанием 25, 27, 30 и 33 об. % AK12.



ISSN 2410-9908

Образцы для исследования вырезались на электроискровом станке по заданной схеме (рис. 1  $\delta$ ). Поверхность образцов для макро- и микроструктурных исследований готовили на наждачной бумаге с разным размером абразивных элементов и последующей полировкой на алмазной пасте. Подготовленные поверхности образцов подвергали химическому травлению в реактиве 30 мл HCl + 5 г FeCl<sub>3</sub>-6H<sub>2</sub>O + 60 мл H<sub>2</sub>O.



Рис. 1. Схема получения композитов Cu/Al методом ЭЛАП (*a*) и схема вырезки образцов (*б*): *I* – поперечное сечение стенки для исследований методом OM; 2–4 – образцы для испытаний на растяжение в продольном сечении относительно направления печати; 5–7 – образцы для исследования фазового состава

Макро- и микроструктуру исследовали методом оптической микроскопии на металлографических микроскопах Altami MET 1C и Olympus LEXT 4100. Измерение микротвердости проводили методом Виккерса на микротвердомере AFFRI DM8 по всей высоте стенки. Нагрузка при индентировании составляла 100 г, время выдержки 10 с, шаг индентирования 1 мм. Механические испытания на статическое растяжение осуществлялись на испытательной машине УТС-110М-100-1У. Образцы для испытаний на растяжение имели форму «dog bone» с длиной рабочей части 12, толщиной 2,5 и шириной 2,5 мм, их вырезали в горизонтальном направлении из нижней, средней и верхней частей (рис. 1, образцы 2–4) по 2 образца на нижнюю, среднюю и верхнюю части. Фазовый состав исследовали методом рентгеноструктурного анализа, согласно схеме образцов 5–7 (рис. 2), на установке ДРОН-7 (излучение  $Co_{Ka}$ ).

## 3. Результаты с обсуждение

На рис. 2 представлены макро- и микроструктуры композитов на основе меди с различным содержанием AK12. Переходная зона вблизи подложки всех композитов характеризуется наличием стальных частиц и интерметаллидов Fe<sub>x</sub>Al<sub>y</sub> в медной матрице (рис. 2 *г*, *з*, *м*, *p*). В композите Cu/Al с содержанием 25 об. % AK12 наблюдаются разнонаправленные дендриты Cu. По границам дендритов Cu располагаются интерметаллиды системы Cu-Al (рис. 2 *б*, *в*). По данным рентгенофазового анализа для композита с содержанием 25 об. % AK12 основной фазой является твердый раствор  $\alpha$ -Cu с малой объемной долей фаз Cu<sub>2</sub>Al<sub>4</sub> и Cu<sub>4</sub>Al (рис. 3). При этом структура композита относительно однородна.



ISSN 2410-9908



Рис. 2. Макро- и микроструктура композитов Cu/Al c 25 об. % Al (*a–г*); 27 об. % Al (*д–з*); 30 об. % Al (*u–м*) и 33 об. % Al (*н–р*)



http://dream-journal.org

ISSN 2410-9908

Увеличение концентрации AK12 в медном сплаве приводит к структурным неоднородностям (рис. 2 *a*,  $\partial$ , *u*, *н*). При увеличении концентрации алюминиевого сплава от 27 до 33 об. % происходит формирование слоев с неоднородной структурой (рис. 2  $\mathcal{H}$ , *n*, *n*). Структурная неоднородность заключается в наличии областей чистой меди, твердого раствора, интерметаллидов и их смешанной структурой. При этом сильно изменяется зеренная структура композитов, переходящая из дендритов Си в преимущественно равноосные зерна, в теле и по границам которых наблюдаются интерметаллиды.

Только в отдельных областях наблюдаются небольшие скопления дендритов Cu (рис. 2  $\mathcal{K}$ , n, n). С увеличением объемной доли алюминиевого сплава до 27 и 30 об. % помимо фаз  $\alpha$ -Cu, Cu<sub>9</sub>Al<sub>4</sub> и Cu<sub>4</sub>Al наблюдается формирование фазы Cu<sub>3</sub>Al (рис. 3). Увеличивается также объемная доля фаз Cu<sub>4</sub>Al и Cu<sub>3</sub>Al по сравнению с композитами, содержащими 25, 27 и 30 об. % AK12. В композите с содержанием 33 об. % AK12 значительно изменяется соотношение интенсивностей рефлексов, в котором фаза Cu<sub>9</sub>Al<sub>4</sub> становится основной. Увеличение объемной доли фазы Cu<sub>9</sub>Al<sub>4</sub> хорошо визуализируется на рис. 2  $\mathcal{K}$ ,  $\kappa$ , o, где фаза Cu<sub>9</sub>Al<sub>4</sub> локализуется по границам равноосных зерен и внутри них в виде отдельных частиц.



Рис. 3. Рентгенограммы композитов Cu/Al с различным содержанием AK12

Испытания композитов с различным содержанием алюминиевого сплава на статическое одноосное растяжение показали, что для всех образцов, вырезанных из нижней, средней



ISSN 2410-9908

и верхней частей стенки (рис. 1 б), наблюдается линейный участок упругости. Образцы с содержанием 25 об. % АК12 имеют наибольшие значения относительного удлинения (26–34 ± 1 %) по сравнению с другими композитами (рис. 4). При этом значения предела прочности для нижней, средней и верхней зоны составляют  $461 \pm 23,5$ ,  $452 \pm 22,6$  и  $467 \pm 23,4$  МПа соответственно.



Рис. 4. Кривые *напряжение–деформация*, полученные при испытаниях на статическое растяжение композитов Cu/Al, для образцов, вырезанных: *a* – в нижней части стенки; *б* – в средней части стенки; *в* – в верхней части стенки

Особенность пластического течения композита с содержанием 27 об. % AK12 заключается в увеличении значений предела прочности по всей высоте стенки до ~480  $\pm$  24 МПа (рис. 4). При этом наблюдается незначительная анизотропия по высоте стенки в значениях относительного удлинения, которые составляют для нижней средней и верхней части  $11 \pm 0.6$ ,  $13 \pm 0.7$  и  $15 \pm 1$  % соответственно.

Для композитов с содержанием 30 об. % АК12 наблюдается резкий рост значений предела прочности до 695 МПа вне зависимости от части, из который были вырезаны образ-



ISSN 2410-9908

цы (рис. 4). Значения относительного удлинения при этом резко снижаются до значений  $6 \pm 0.5$ ,  $5 \pm 0.3$ ,  $4 \pm 0.3$  %. Увеличение концентрации алюминиевого сплава до 33 об. % приводит к хрупкому разрушению образцов без пластической деформации (рис. 4). Таким образом, с увеличением объемной доли AK12 до 30 % в медном сплаве происходит значительное повышение значений предела прочности и снижение значений относительного удлинения за счет увеличения объемной доли хрупких интерметаллидных фаз Cu<sub>x</sub>Al<sub>y</sub>.

На рис. 5 представлены профили микротвердости образцов Cu/Al с различным содержанием алюминиевого сплава. Для композита с содержанием 25 об. % АК12 наблюдается относительное равномерное распределение значений микротвердости, что связано с формированием относительно однородной структуры, состоящей из дендритов Cu, по границам которых располагается незначительное количество интерметаллидных фаз Cu<sub>9</sub>Al<sub>4</sub> и Cu<sub>4</sub>Al (рис. 5). Увеличение концентрации алюминиевого сплава от 27 до 33 об. % в меди приводит к значительному повышению значений микротвердости более чем в 3 раза. При этом профили микротвердости имеют значительный разброс значений, что связано с формированием неоднородной структуры и попаданием индентора в области твердого раствора и интерметаллидных фаз Cu<sub>x</sub>Al<sub>y</sub>.



Рис. 5. Профили микротвердости образцов Cu/Al с различным содержанием АК12

Сравнивая результаты настоящей работы, в которой композиты получались одновременной печатью проволок меди М1 и алюминиевого сплава АК12, с предыдущими исследованиями [11, 12], в которых градиентные материалы получались путем печати проволоками меди М1 и алюминиевого сплава АМг5 с плавно изменяющейся скоростью подачи от 100 % меди до 100 % алюминиевого сплава, можно отметить несколько важных фактов. Реализация схемы одновременной печати филаментами М1 и АК12, представленной в настоящей работе, приводит к формированию бездефектных изделий и более однородному структурно-фазовому состоянию по всей высоте изделия. Это способствует повышению предела прочности в 2 раза по сравнению с пределом прочности образцов в работе [12]. Значения микротвердости композитов, полученных в настоящей работе, имеют меньшие средние значения (6,5 ГПа) по сравнению с материалами, полученными в работе [12], для которых среднее значение микротвердости составляет 9 ГПа. При этом для композитов



профиль микротвердости имеет менее скачкообразное распределение, чем для материалов с резким градиентом.

## 4. Заключение

Методом электронно-лучевой аддитивной технологии были получены композиты Cu/Al с различной концентрацией алюминиевого сплава AK12. Установлено, что введение 25 об. % AK12 приводит к формированию относительно однородной структуры, характеризующейся дендритами Cu и незначительной объемной долей интерметаллидов Cu<sub>9</sub>Al<sub>4</sub> и Cu<sub>4</sub>Al по границам дендритных ячеек. С увеличением объемной доли AK12 до 33 об. % в медном сплаве происходит увеличение объемной доли и формирование интерметаллидов Cu<sub>9</sub>Al<sub>4</sub>, Cu<sub>4</sub>Al, и Cu<sub>3</sub>Al. Результаты испытаний образцов на статическое растяжение показали, что увеличение концентрации AK12 до 30 об. % приводит к повышению значений предела прочности и понижению значений относительного удлинения, что обусловлено образованием хрупких интерметаллидных фаз Cu<sub>x</sub>Al<sub>y</sub>. В образце с 33 об. % AK12 происходит хрупкое разрушение без пластической деформации. Значение микротвердости полученных композитов возрастает с увеличение содержания алюминия: с 1,38 ± 0,24 ГПа для 25 об. % AK12 до 4,35 ± 1,13 ГПа для 33 об. % AK12. Таким образом, исследования показали возможность получения методом ЭЛАП бездефектных композитов Cu/Al с различным содержанием AK12 с высокими прочностными свойствами.

# Благодарность

Работа выполнена в рамках гранта Президента Российской Федерации для государственной поддержки ведущих научных школ НШ-1174.2022.4 и государственного задания ИФПМ СО РАН, тема номер FWRW-2021-0012.

# Литература

1. Interfacial microstructure evolution and weld formation during ultrasonic welding of Al alloy to Cu / H. T. Fujii, H. Endo, Y. S. Sato, H. Kokawa // Materials Characterization. – 2018. – Vol. 139. – P. 233–240. – DOI: 10.1016/j.matchar.2018.03.010.

2. Shin Hyung-Seop, De Leon Michael. Mechanical performance and electrical resistance of ultrasonic welded multiple Cu-Al layers // Journal of Materials Processing Technology. – 2017. – Vol. 241. – P. 141–153. – DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2016.11.004.

3. Bimetallic copper-aluminium tube by severe plastic deformation / R. Lapovok, H. P. Ng, D. Tomus, Y. Estrin // Scripta Materialia. – 2012. – Vol. 66. – P. 1081–1084. – DOI: 10.1016/j.scriptamat.2012.03.004.

4. Powell C., Stillman H. Corrosion behavior of copper alloys used in marine aquaculture // International Copper Association. – 2009. – P. 1–3.

5. Callcut V. A. Aluminium bronzes for industrial use // Metals and materials. -1989. - Vol. 5, No. 3. -P. 128–132.

6. 3D printing of Aluminium alloys: Additive Manufacturing of Aluminium alloys using selective laser melting / T. A. Nesma, M. Simonelli, L. Parry, I. Ashcroft, C. Tuck, R. Hague // Progress in Materials Science. – 2019. – Vol. 106. – P. 100578. – DOI: 10.1016/j.pmatsci.2019.100578.

7. Laser-arc hybrid additive manufacturing of stainless steel with beam oscillation / V. Gong, Y. Meng, S. Zhang, Y. Zhang, X. Zeng, M. Gao // Additive Manufacturing. – 2020. – Vol. 33. – P. 101180. – DOI: 10.1016/j.addma.2020.101180.

8. Wire arc additive manufacturing of titanium aluminide alloys using two-wire TOP-TIG welding: Processing, microstructures, and mechanical properties / X. Cai, B. Dong, X. Yin,



ISSN 2410-9908

Issue 6, 2022 http://dream-journal.org

S. Lin, C. Fan, C. Yang // Additive Manufacturing. – 2020. – Vol. 35. – P. 101344. – DOI: 10.1016/j.addma.2020.101344.

9. Study on the NiTi shape memory alloys in-situ synthesized by dual-wire-feed electron beam additive manufacturing / Ze Pu, Dong Du, Kaiming Wang, Guan Liu, Dongqi Zhang, Haoyu Zhang, Rui Xi, Xiebin Wang, Baohua Chang //Additive Manufacturing. – 2022. – Vol. 26. – P. 102886. – DOI: 10.1016/j.addma.2022.102886.

10. Electron-beam additive manufacturing of high-nitrogen steel: Microstructure and tensile properties / S. Astafurov, E. Astafurova, K. Reunova, E. Melnikov, V. Panchenko, V. Moskvina, G. Maier, V. Rubtsov, E. Kolubaev // Materials Science and Engineering: A. – 2021. – Vol. 826. – P. 141951. – DOI: 10.1016/j.msea.2021.141951.

11. The Structure Organization and Defect Formation of Cu-Al System Polymetallic Materials Produced by the Electron-Beam Additive Technology / A. Chumaevskii, T. Kalashnikova, A. Gusarova, E. Knjazhev, K. Kalashnikov, A. Panfilov // 7th International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects (EFRE). – 2020. – P. 1294–1298.

12. Production of Gradient Intermetallic Layers Based on Aluminum Alloy and Copper by Electron–beam Additive Technology / A. V. Chumaevskii, A. O. Panfilov, E. O. Knyazhev, A. P. Zykova, A. V. Gusarova, K. N. Kalashnikov, A. V. Vorontsov, N. L. Savchenko, S. Y. Nikonov, A. M. Cheremnov, V. E. Rubtsov, E. A. Kolubaev // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. – 2021. – P. 19–31. – DOI: 10.17804/2410-9908.2021.6.019-031. – URL: https://dream-journal.org/issues/2021-6/2021-6\_342.html



ISSN 2410-9908

Received: 05.10.2022 Revised: 25.11.2022 Accepted: 23.12.2022 DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.046-064

# STUDYING MULTIPHASE FLOW AROUND A VEHICLE MOVING FREELY TO THE WATER SURFACE

Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures Issue 6, 2022

V. I. Pegov<sup>1, 2, a)</sup> and I. Yu. Moshkin<sup>1, b), \*</sup>

<sup>1</sup>South Urals Federal Research Center of Mineralogy and Geoecology, Urals Branch of the Russian Academy of Sciences, 1 Ilmensky State Reserve, Miass, 456300, Russia <sup>2</sup>Academician V. P. Makeyev State Rocket Centre JSC, 1 Turgoyakskoye Hwy., Miass, 456313, Russia

a) ofpat@mail.ru;
 b) ttps://orcid.org/0000-0002-9601-9827 moshkin\_igor@mail.ru

\*Corresponding author. E-mail: ofpat@mail.ru Address for correspondence: pr. Oktyabrya, 16, Room 103, OFPAT, Miass, 456313, Russia Tel.: +7 (3513) 28 8550

The paper provides an experimental study of a multiphase flow around models in a large high-speed hydrodynamic tunnel with a vertical working section. Experimental dependences of drag coefficients on the cavitation number for vertical cavities are obtained. The results of cavitation flow around bodies of revolution in a vertically descending fluid flow are considered. A methodology for calculating the shape of vertical cavities under the slender-body theory is proposed. Relationships suitable for engineering evaluation are obtained for very long cavities. Numerical simulation of underwater motion is performed with models moving vertically in a nonstationary cavitation flow. The hydrodynamic loads can be evaluated through the determination of the nonstationary boundaries of a gas cavity and a linear load on a water-flown aft. The predicted results are compared with the experimental data. Validation and verification are performed by comparing the analysis results with the experimental data. The applicability of the proposed method to the determination of the hydrodynamic parameters of vehicles under multiphase flow is demonstrated.

**Keywords:** multiphase flow, cavitation, cavity, experimental study, mathematical and physical simulation.

## Acknowledgment

The work was supported by the South Urals Federal Research Center of Mineralogy and Geoecology of the Urals Branch of the RAS and the Academician V. P. Makeyev State Rocket Centre JSC. It was performed under the state assignment for the SU FRC MG UB RAS, project No. AAAA-A21-121012090155-5.

# References

1. Logvinovich G.V., Buyvol V.N. *Techeniya so svobodnymi poverkhnostyami* [Flows with free surfaces]. Kiev, Naukova dumka Publ., 1985, 178 p. (In Russian).

2. Kapankin E.N., Gulnev S.I. Cavitation flow over a body by a vertical fluid stream. In: *Krylov Recitations*: Reports, Leningrad, 1973, pp. 14–26. (In Russian).

3. Poletayev B.I. Matematicheskaya model dinamiki dvizheniya rakety na podvodnom uchastke kavitatsionnogo sposoba starta raket [Math model of dynamics of motion of a missile in the underwaters part of the missile cavitational launch technique]. In: *Problemy mashinovedeniya i mashinostroyeniya*: interuniversity collected papers, SPb., SZGZTU Publ., 2001, iss. 24, pp. 24–37. (In Russian).



4. Degtiar V.G., Pegov V.I. Results of tryouts of cavitational launch technique for missiles. In: *Raketnaya i kosmicheskaya tekhnika* [Rocket and space technique: Collected Papers], 1999, iss. 1 (43), part 2, pp. 20–35. (In Russian).

5. Degtiar V.G., Pegov V.I. *Gidrodinamika podvodnogo starta raket* [Hydrodynamics of Underwater Missile Launching]. Moscow, Mashinostroenie Publ., 2009, 448 p. (In Russian).

6. Pegov V.I., Moshkin I.Yu., Cheshko A.D. Estimating nonstationary planing of a round cylinder along the disturbed fluid surface. *Chelyabinskiy Fiziko-Matematicheskiy Zhurnal* (*Chelyabinsk Physical and Mathematical Journal*), 2021, vol. 6, iss. 3, pp. 338–346. DOI: 10.47475/2500-0101-2021-16308. (In Russian).

7. Norkin M.V., Yakovenko A.A. Short-time dynamics of an elliptical cylinder in an ideal incompressible fluid with free boundaries. *Computational Mathematics and Mathematical Physics*, 2012, vol. 52, No. 11, pp. 2060–2070. (In Russian).

8. Norkin M.V. Short-time dynamics of an elliptic cylinder moving in a viscous incompressible free-surface flow. *Computational Mathematics and Mathematical Physics*, 2012, vol. 52, No. 2, pp. 319–329. (In Russian).

9. Goodov A.M. The numerical investigation of phenomenon at the liquid surface under gas bubble collapse. *Computational Technologies*, 1997, vol. 2 (4), pp. 49–59. (In Russian).

10. Korobitsyn V.A. *Zbornik radova konferencije MIT*, 2011, Beograd, 2012, pp. 217–221. ISBN 978-86-83237-90-6(AU). (In Russian). Available at: www.mit.rs/2011/zbornik-2011.pdf

11. Korobitsin V.A., Pegov V.I. Numerical analysis of the evolution of an interface between two liquids. *Fluid Dynamics*, 1993, vol. 28, No. 5, pp. 692–695. DOI: 10.1007/BF01050054.

12. Korobitsyn V.A. Numerical model for axisymmetrical incompressible potential flows. *Matematicheskoe Modelirovanie*, 1991, vol. 3, No. 10, pp. 42–49. (In Russian).

13. Ishchenko A.N., Afanas'eva S.A., Burkin V.V., Dyachkovsky A.S., Zykov E.N., Khabibullin M.V. *Raschetno-eksperimental'nyy metod issledovaniya vysokoskorostnogo vzaimodeystviya tel s podvodnymi pregradami*: uchebnoe posobie [Calculation-experimental method for studying high-speed interaction of bodies with under water: educational book]. Tomsk, Izdatel'stvo NTL Publ., 2013, 60 p. (In Russian).

14. Kuznetsov G.V., Morozov T.A., Shalnov S.A. Stability of the angular motion of the underwater vehicle in the presence of cavitation flow. *Nauchno-tekhnicheskii Vestnik Povolzhya* (Science and Technical Bulletin of the Volga Region), 2021, No. 3, pp. 21–24. (In Russian).

15. Khitrykh D.P., Malamanov S.Yu., Pavlovski V.A. Numerical analysis of the unsteady cavitating turbulent flow around the NACA009 hydrofoil. *Marine Intellectual Technologies*, 2018, 2 (40), vol. 1, pp. 139–143. (In Russian).

16. Dmitriyeva N.A. Computer simulation axisymmetric cavitatiing flows of spherical caps in the pipe. In: *Matematicheskiye modeli i ikh prilozheniya: sbornik* [Mathematical models and their applications]. Cheboksary, 2017, pp. 37–45. (In Russian).

17. Abdurakipov S.S., Dobroselsky K.G. Experimental Study by Optical and Statistical Methods of Large-Scale Velocity Fluctuations in the Flow Past a Cylinder. *Siberian Journal of Physics*, 2019, vol. 14, No. 3, pp. 5–14. DOI: 10.25205/2541-9447-2019-14-3-5-14. (In Russian).

18. Thang N.T., Ngoc D. Numerical Study of the Natural-Cavitating Flow around Underwater Slender Bodies. *Fluid dynamics*, 2019, 54, pp. 835–849. DOI: 10.1134/S0015462819060120.

19. Pegov V.I., Moshkin I.Yu. Mathematical modeling of processes of heat and mass transfer of hot gas jets with fluid during underwater vehicle launch. *Chelyabinskiy Fiziko-Matematicheskiy Zhurnal*, 2020, vol. 5, iss. 4 (1), pp. 451–462. DOI: 10.47475/2500-0101-2020-15405. (In Russian).

20. Pegov V.I., Moshkin I.Yu. Applying the method of plane sections for evaluating the parameters of flight vehicles under multiphase flow. *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*, 2020, iss. 4, pp. 48–61. DOI: 10.17804/2410-9908.2020.4.048-061. Available at: https://dream-journal.org/DREAM\_Issue\_4\_2020\_Pegov\_V.I.\_et\_al.\_048\_061.pdf

21. Nikulin E.S., Pegov V.I., Cheshko A.D., Moshkin I.Yu. Numerical simulation of power and thermal loads on a submarine during an underwater missile launch. *Journal of «Almaz–Antey» Air* 



ISSN 2410-9908

*and Space Defence Corporation*, 2020, No. 4, pp. 47–53. DOI: 10.38013/2542-0542-2020-4-47-53. (In Russian).

22. Pegov V.I., Moshkin I.Yu. Analysis of fluid dynamics of cavitational launch technique. *Chelyabinsk Physical and Mathematical Journal*, 2018, vol. 3, iss. 4, pp. 476–485. DOI: 10.24411/2500-0101-2018-13408. (In Russian).



ISSN 2410-9908

Подана в журнал: 05.10.2022 УДК 621.455: 629.76.085.5 DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.046-064

http://dream-journal.org

# ИССЛЕДОВАНИЕ МНОГОФАЗНОГО ОБТЕКАНИЯ ПРИ СВОБОДНОМ ДВИЖЕНИИ ИЗДЕЛИЯ К ПОВЕРХНОСТИ ВОДЫ

В. И. Пегов<sup>1, 2, а)</sup>, И. Ю. Мошкин<sup>1, б), \*</sup>

<sup>1</sup>Южно-Уральский федеральный научный центр минералогии и геоэкологии Уральского отделения Российской академии наук, г. Миасс, Ильменский заповедник, к. 1, 456300, Российская Федерация <sup>2</sup>AO «Государственный ракетный центр имени академика В.П. Макеева», д. 1, шоссе Тургоякское, г. Миасс, 456313, Российская Федерация

\*Ответственный автор. Электронная почта: ofpat@mail.ru Адрес для переписки: пр. Октября, 16, к. 103, ОФПАТ, г. Миасс, 456313, Российская Федерация Тел.: +7 (3513) 28–85–50

Проведено экспериментальное исследование многофазного обтекания моделей в большой скоростной гидродинамической трубе с вертикальным рабочим участком. Получены экспериментальные зависимости коэффициентов сопротивления от числа кавитации для вертикальных каверн. Рассматриваются результаты кавитационного обтекания тел вращения в вертикальном нисходящем потоке жидкости. Предложена методика расчета формы вертикальных каверн на основе теории тонкого тела. Для очень длинных каверн получены соотношения, удобные для инженерных оценок. Проведено численное имитационное моделирование движения под водой моделей, двигающихся вертикально при нестационарном кавитационном обтекании. Вычисление гидродинамических нагрузок заключается в определении нестационарных границ газовой каверны и погонной нагрузки на замытую кормовую часть. Результаты расчетов сравнивают с экспериментальными данными. Валидация и верификация проведены путем сравнения результатов расчетов с опытными данными. Показана возможность использования предложенного метода для определения гидродинамических характеристик изделий при многофазном обтекании.

**Ключевые слова:** многофазное обтекание, кавитация, каверна, экспериментальное исследование, математическое и физическое моделирование.

## 1. Введение

При большой скорости движения тела вращения под водой возникает кавитация корпуса: у стенок обтекаемого тела вследствие местного понижения давления в потоке происходит вскипание воды. Газовые каверны на теле формируются также при прохождении им образующихся при старте газовых полостей или искусственным путем за счет подачи в область разрежения на теле воздуха или иного газа. С возникновением кавитации нарушается сплошность потока и изменяется силовое воздействие жидкости на тело. При совпадении направления силы тяжести и направления нисходящего вертикального потока возникают новые закономерности кавитационных течений, а образующиеся при этом каверны носят название вертикальных каверн.

При движении изделия с большой скоростью под водой за счет резкого сокращения зоны его контакта с жидкостью значительно уменьшается сопротивление внешней среды движению изделия. Именно этот выигрыш в сопротивлении позволяет изделию развивать в водной среде значительную скорость, поэтому необходимо всесторонне исследовать эффект кавитации в течениях на разных стадиях траектории изделия: разгонного движения с ускорением, маршевого движения с постоянной скоростью, взаимодействия изделия с преградой.

/dream-iournal.orn



С математической точки зрения механизм взаимодействия течений в многофазных средах чрезвычайно сложен: нестационарные многофазные процессы происходят в динамически изменяющихся многосвязных областях; отсутствуют математически выверенные постановки физических задач, существенная многомерность пространств решений порождает вычислительные проблемы.

В России и за рубежом активно ведутся исследования в области численного моделирования многофазных течений сплошных сред с контактными разрывами и свободными поверхностями. Основная проблема заключается в трудностях исследования движения тела в газожидкостной среде с учетом фазовых переходов (жидкость–газ).

Совместное движение идеальной несжимаемой жидкости и полностью погруженной в нее модели исследовалось в [1–6]. В работах исследовалось классическое вертикальное кавитационное течение для скоростей не более 40 м/с без учета тепломассопереноса и фазовых переходов.

В последнее время появились работы, в которых учитывается не только продольное и поперечное движения модели, но и вращение самой модели вокруг продольной оси [7]. При этом наблюдается сильная деформация внешней свободной границы жидкости и при определенных условиях происходит отрыв жидкости от поверхности тела и образуются новые внутренние свободные границы. В [8] исследуется совместное движение вязкой несжимаемой жидкости и полностью погруженного в нее эллиптического цилиндра на малых временах. Предполагается, что цилиндр движется из состояния покоя с постоянным ускорением. Особенностью этой задачи является то, что при сильном разгоне цилиндра происходит отрыв жидкости от поверхности тела и образуется каверна. Малые времена исследования не позволяют использовать эти решения для всей траектории движения изделия. Представляет интерес не только исследование возможности самого вращения, но и разработка новых основ создания вращательного движения изделия, например создание осевого вращения изделия за счет специального криволинейного насадка, вызывающего его вращение за счет набегающего потока жидкости, а также математическое моделирование процесса вращения и влияния его на устойчивость движения.

В Томском филиале ИВТ СО РАН проводятся исследования в области создания эффективных математических моделей кавитации. Создана технологическая алгоритмическая основа построения расчетных (разностных) моделей течений жидкости, контактирующей с твердыми и упругими телами, в 2D-пространствах переменной связности с переменными свободными и контактными границами, проводится численное моделирование многосвязных течений несжимаемой жидкости [9–12].

Следующее направление исследований связано с созданием численных моделей и алгоритмов математического моделирования многофазных течений сплошных сред с контактными разрывами и свободными поверхностями, изучением влияния каверн в жидкости на погруженные в нее осесимметричные твердые тела, созданием на их основе расчетных методик, а также разработкой программно-экспериментального комплекса математического моделирования многофазных и многосвязных течений жидкой среды в окрестности осесимметричных твердых тел [13].

В работах [14–16] приведены интересные подходы по имитационному моделированию кавитационного обтекания как осесимметричных тел, так и нестационарного кавитационного обтекания крыла. Хочется отметить и уникальные экспериментальные исследования оптическими и статистическими методами крупномасштабных пульсаций потока при обтекании цилиндра [17]. Работа [18] отличается оригинальным подходом в численном исследовании подводного обтекания тонких тел при наличии естественной кавитации. При большом разнообразии работ, позволяющих определить геометрию каверны, зависимость ее изменения от скорости тела и глубины движения, актуальным остается вопрос определения гидродинамических нагрузок на тело, находящееся в каверне, их распределения по длине тела, а также в зоне смыкания каверны на поверхность тела. Попытке решения данной проблеме посвящены работы [19–22].



http://dream-journal.org

В настоящей работе представлены результаты экспериментальных исследований в больших скоростных гидродинамических трубах вертикального многофазного обтекания изделий и методика, позволяющая рассчитывать формы каверны, определять особенности многофазного обтекания, а также рассчитывать гидродинамические нагрузки и гидродинамические характеристики морских аппаратов. Для очень длинных каверн получены соотношения, удобные для инженерных оценок и планирования экспериментов. Показана возможность использования разработанного метода для определения гидродинамических характеристик изделий при многофазном обтекании.

# 2. Методы экспериментального исследования каверн в вертикальных потоках жидкости при многофазном обтекании

Экспериментальные исследования каверн в вертикальных потоках жидкости проводились в филиале ЦАГИ и ГРЦ «КБ им. академика В. П. Макеева» [4, 5] на двух одинаковых установках, которые представляют собой проливную трубу с вертикальной рабочей частью и открытым напорным резервуаром. Экспериментальные исследования в филиале ЦАГИ проводили Е. Н. Капанкин, Э. В. Куприянов, С. И. Гульнев, в ГРЦ «КБ им. академика В. П. Макеева» – И. К. Литвинов, Р. Г. Хабибуллин, А. В. Лихачев. Схема этих установок и их основные размеры указаны на рис. 1.



Рис. 1. Схема экспериментальных установок для исследования каверн в вертикальных потоках жидкости: 1 – напорный резервуар; 2 – рабочая часть; 3 – конфузор; 4 – решетка; 5 – регулируемый конфузор; 6 – насос; 7 – запирающая крышка; 8 – модель; 9 – державка; 10 – тензовесы; 11 – термостат; 12 – мерное сопло; 13 – манометр; 14 – тахогенератор

Из напорного резервуара *1* жидкость поступала в рабочую часть *2* через конфузор *3* с устройством *4*, предохраняющим от воронкообразования и прорыва воздуха в поток.

Скорость потока в рабочей части трубы менялась в пределах от 0,6 до 7 м/с. Необходимую скорость задавали путем изменения площади выходного сечения трубы с помощью регулируемого конфузора 5. Заполнение напорного резервуара водой проводили с помощью насоса 6. Пуск трубы осуществляли открытием запирающей крышки 7.

Опыты проводились с дисками диаметром от 5 до 14 мм, поставленными поперек потока, и газоструйным кавитатором-диском диаметром  $d_H = 10$  мм с 12 соплами диаметром  $d_c = 0,25$  мм, расположенными равномерно по окружности за кромками диска.

Испытуемые тела 8 крепили в рабочей части трубы на державке 9, которая была соединена с тензометрическими весами 10 профилированной стойкой, заключенной в обтекатель. Весовая система позволяла определять сопротивление и подъемную силу в связанной системе координат при изменении угла атаки  $\alpha$  в диапазоне от минус 8 до плюс 8 град. ( $-8^\circ \le \alpha \le +8^\circ$ ).

Воздух на поддув в каверну подавался к модели через термостат 11, мерное сопло 12, стойку и державку. Поскольку температура торможения газа была равна температуре воды в термостате, а в ходе эксперимента истечение из сопла поддерживалось закритическим, то секундный весовой расход воздуха  $\dot{G}$  можно было определять по полному давлению  $P_0$  перед мерным соплом:

$$\dot{G} = kP_0$$

где *k* – тарировочный коэффициент сопла.

Приведенный объемный расход  $\dot{Q}$  воздуха на поддув в каверну определяли в предположении изотермичности процессов поддува и уноса газа из каверны:

$$\overline{\dot{Q}} = \frac{\dot{G}\overline{R}T_{e}}{VP_{\infty}4R_{H}^{2}},$$

где  $P_{\infty}$  – статическое давление жидкости на уровне расположения диска;  $T_{e}$  – температура воды;  $\dot{G}$  – секундный весовой расход воздуха;  $R_{H}$  – радиус диска.

При испытаниях газоструйного кавитатора определяли также коэффициент интенсивности газовых струй *C<sub>j</sub>*:

$$C_j = \frac{\dot{m}V_{\Gamma}}{\rho \frac{V^2}{2} S_M},$$

где  $\dot{m}$  – секундный массовый расход газогенератора, кг/с;  $\rho$  – плотность воды, кг/м<sup>3</sup>; V – скорость потока воды, м/с;  $V_{\Gamma}$  – скорость истечения газовых струй, м/с;  $S_M$  – площадь миделевого сечения модели.

При рассмотрении кавитационного обтекания тел вертикальным потоком жидкости целесообразно ввести специальное определение числа кавитации. Число кавитации  $\sigma_0$  определяли как отношение к скоростному напору набегающего потока разности статического давления в невозмущенном потоке жидкости на уровне схода каверны с диска и давления в каверне  $P_K$ :

$$\sigma_0 = \frac{P_{\infty} - P_K}{\frac{\rho V^2}{2}}.$$





Указанная разность давлений измерялась дифференциальным водяным манометром 13, один конец которого сообщался с каверной, а другой – с дренажным отверстием в стенке рабочей части трубы.

Скорость потока V определяли с помощью вертушек-тахогенераторов 14, расположенных поперек рабочей части проливной трубы.

Через прозрачную стенку рабочей части трубы проводили фотосъемку картины обтекания тела. Обработка снимков давала данные о форме кавитационных полостей, которые характеризовались контуром каверны, радиусом миделевого сечения  $R_K$  и полудлиной  $L_K$  – координатой миделевого сечения каверны.

Основными параметрами, определяющими форму вертикальной каверны, являются число кавитации  $\sigma_0$  и число Фруда  $Fr = \frac{V}{\sqrt{2gR_H}}$ , где g – величина ускорения силы тяжести. Поэто-

му в дальнейшем все данные экспериментов представлены в зависимости от этих параметров.

Следует отметить, что размеры исследуемых тел и режимы кавитационного обтекания выбирали из условий минимального влияния стенок на результаты экспериментов. Путем сравнения безразмерных форм и основных размеров каверн за телами различных размеров при  $\sigma_0 = \text{const}$  и Fr = const было установлено, что это влияние можно считать несущественным, если затенение миделевым сечением каверны сечения рабочей части установки не превышает 2–3 %.

## 3. Результаты экспериментальных исследований

В результате экспериментов были получены фотографии вертикальных каверн за дисками для различных значений  $\sigma_0$  и Fr (рис. 2) и найдены опытные зависимости от этих параметров безразмерных радиуса миделевого сечения каверны  $\overline{R}_{\kappa} = \frac{R_{\kappa}}{R_{H}}$ , полудлины  $\overline{L}_{\kappa} = \frac{L_{\kappa}}{R_{H}}$ , безразмерного объемного расхода воздуха  $\overline{\dot{Q}}$  и коэффициента сопротивления  $C_{x} = \frac{2X}{\rho V^{2} \pi R_{H}^{2}}$ ,

где *X* – сила сопротивления кавитатора (рис. 3).



Рис. 2. Фотографии вертикальных каверн за диском при постоянном Фруде (*a*), при постоянной  $\sigma(\delta)$ 

ISSN 2410-9908

http://dream-journal.org

Из рис. 2 и 3 следует, что уменьшение числа кавитации при данном значении числа Фруда Fr, как и для горизонтальных каверн, приводит к увеличению размеров вертикальных каверн. Влияние числа Фруда на основные размеры и форму вертикальных каверн весьма существенно: увеличение Fr (в отличие от каверн горизонтальных) приводит при  $\sigma_0 = \text{const}$  к заметному увеличению размеров каверны.



Рис. 3. Экспериментальные зависимости безразмерных параметров от чисел σ<sub>0</sub> и Fr: *a* – радиус миделя каверны; *б* – полудлина каверны; *в* – расход воздуха; *г* – коэффициент сопротивления

Следует отметить, что у горизонтальных каверн развитие всех поперечных сечений происходит при приблизительно постоянном гидростатическом давлении, которое не меняется вдоль оси каверны. Отличительной чертой развития вертикальных каверн в весомой жидкости является изменение гидростатического давления линейно по оси каверны (рис. 2), т. е. разным по глубине поперечным сечениям каверны соответствуют различные значения местных чисел кавитации:

$$\sigma(x) = \frac{2(P_{\infty} + \rho g x - P_K)}{\rho V^2} = \sigma_0 + \frac{2}{\mathrm{Fr}^2(x)}$$

где x – координата рассматриваемого сечения каверны, отсчитываемая от плоскости диска, Fr(x) =  $\frac{V}{m}$ .

$$\operatorname{Fr}(x) = \frac{r}{\sqrt{gx}}$$
.



#### http://dream-journal.org

ISSN 2410-9908

В миделевом сечении местное число кавитации равно

$$\sigma_M = \sigma_0 + \frac{2gL_K}{V^2} \, .$$

Возрастание величины  $\sigma$  с ростом координаты x может служить объяснением того, что при одинаковых числах кавитации размеры вертикальной каверны всегда меньше, чем горизонтальной. Из представленных на рис. 2 и 3 материалов видно, что вертикальные каверны заметно отличаются по форме от горизонтальных каверн, т. е.: имеют каплевидную форму с вытянутой верхней и укороченной хвостовой частями. С увеличением числа Fr вертикальная каверна вытягивается, теряя каплевидность, и приближается по форме к горизонтальным кавернам, симметричным относительно плоскости своего миделевого сечения. При достаточно больших значениях числа Фруда зависимость безразмерных диаметра и длины вертикальных каверн от числа кавитации, а также форма каверны оказываются близкими к наблюдаемым для горизонтальных каверн.

В опытах с вертикальными кавернами установлено, что возможны режимы течения, при которых давление газа в каверне может превосходить величину статического давления в невозмущенном потоке жидкости на уровне схода каверны с тела. Эти случаи соответствуют отрицательным значениям числа кавитации  $\sigma_0$ .



Рис. 4. Фотографии контура каверны за газоструйным насадком и диском диаметром 12 мм: *а* – газоструйный насадок; *б* – дисковый насадок; *в* – контур каверны (эксперимент и расчет)

Экспериментальные данные для зависимости коэффициента сопротивления диска от числа кавитации для вертикальных каверн довольно хорошо описываются известной формулой для горизонтальных каверн  $C_x = C_{x_0}(1+\sigma)$ , где  $C_{x_0}$  принимался для диска равным 0,82 (рис. 3). Влияние числа Fr на эту зависимость практически отсутствует. Указанная зависимость  $C_x = C_x(\sigma_0)$  справедлива также и для отрицательных чисел кавитации.

Увеличение числа Fr приводит к заметному росту величины безразмерного расхода воздуха на поддув, что противоположно характеру этой зависимости, наблюдаемому при движении тел с кавитацией в горизонтальной плоскости (рис. 3). Это различие можно объяс-



нить, если заметить, что при достаточно малых числах Фруда искусственное кавитационное течение в нисходящем потоке жидкости приближается к явлению всплывания в ней воздушного пузыря.

Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures Issue 6, 2022

На рис. 4 представлены фотографии и дано сравнение контуров каверн за газоструйным насадком и диском диаметром 12 мм приблизительно при одинаковых значениях числа кавитации. Режим обтекания газоструйного кавитатора характеризуется таким коэффициентом интенсивности газовых струй, который соответствует эффективному диаметру кавитатора, приблизительно равному диаметру диска  $d_{3\phi} \approx 12,2$  мм.

Форма и размеры каверн за газоструйным кавитатором и диском в рассматриваемом случае близки между собой (рис. 4).

## 4. Приближенный расчет формы вертикальных каверн

Рассмотрим влияние весомости жидкости на форму и основные размеры осесимметричной каверны в случае, когда кавитатор с образованной за ним вертикальной каверной обтекается нисходящим потоком весомой жидкости.

Далее приведен расчет формы осесимметричных каверн с помощью теории тонкого тела [4, 5]. Для очень длинных каверн получены конечные соотношения, удобные для инженерных расчетов.

Пусть на кавитирующее тонкое тело вращения под нулевым углом атаки набегает безграничный нисходящий поток идеальной несжимаемой весомой жидкости (рис. 5). Введем цилиндрическую систему координат, начало которой располагается в центре поперечного сечения тела кавитатора, с которого сходит каверна. Ось *x* направлена вдоль оси каверны по потоку. Вдоль оси *x* возрастает гидростатическое давление. Пусть каверна замыкается на некотором тонком теле (замыкатель в схеме Рябушинского). Эквивалентное тело вращения, контур которого составлен из контура кавитатора  $R_H(x)$ , каверны R(x) и замыкателя  $R_3(x)$ , будем считать тонким.

Обозначим через  $\varepsilon = \frac{R_K}{L}$  малый параметр, характеризующий тонкость эквивалентного тела вращения. В дальнейшем все линейные размеры отнесем к длине *L* эквивалентного тела вращения, давление – к скоростному напору  $q = \frac{\rho V^2}{2}$ , потенциал скорости – к *VL*, скорость – к скорости набегающего потока *V*, сохранив для безразмерных величин обозначения соответствующих им размерных.

Известно, что внутреннее разложение для безразмерного потенциала осесимметричного обтекания тонкого тела имеет вид [5]:

$$\varphi(x, r^*, \varepsilon) = x + \varepsilon^2 \ln \varepsilon A(x) + \varepsilon^2 [A(x) \ln r + B(x)] + 0 (\varepsilon^4 \ln^2 \varepsilon),$$

где 
$$r^* = \frac{r}{\varepsilon}$$
;  $A(x) = \frac{R(x)R'(x)}{\varepsilon}$ ;  $B(x) = A(x)\ln 2 - \frac{1}{2}\int_{-l_u}^{1-l_u} A'(\varepsilon) \operatorname{sign}(x-\xi)\ln|x-\xi|d\xi$ .

Кавитационное обтекание тела характеризуется числом кавитации  $\sigma_0 = \frac{2(P_{\infty} - P_k)}{\rho V^2}$ 

и числом Фруда Fr =  $\frac{V}{\sqrt{gL}}$ .

Условие постоянства давления на границе каверны (динамическое граничное условие) имеет вид [1]:



http://dream-journal.org

ISSN 2410-9908

$$V^2 = 1 + \sigma_0 + \frac{2x}{Fr^2},$$
 (1)

где *V* – скорость на границе каверны.



Рис. 5. Схема расчета контура каверны (*a*) подтверждается экспериментом (б) и сравнением расчетного и экспериментального контура каверны (*в*)

В работах [1, 4, 5] получено соотношение для радиуса миделевого сечения каверны:

$$R_{K} = \sqrt{\frac{\sigma_{0}L_{K}^{2}}{2\ln\varepsilon} + \frac{L_{K}^{3}}{3\operatorname{Fr}^{2}\ln\varepsilon} + 2R_{0}R_{0}'L_{K} + R_{0}^{2}}.$$
(2)

Условие R' = 0 приводит к соотношению для полудлины каверны:

$$L_{K} = -\frac{\sigma_{0} \operatorname{Fr}^{2}}{2} + \sqrt{\left(\frac{\sigma_{0} \operatorname{Fr}^{2}}{2}\right)^{2} - 2R_{0}R_{0}' \operatorname{Fr}^{2}\ln\varepsilon} .$$
(3)



#### ISSN 2410-9908

В случае невесомой жидкости (при *Fr* →∞) каверна представляет собой эллипсоид вращения

$$R^{2} = \frac{\sigma_{0}x^{2}}{2\ln\varepsilon} + 2R_{0}R_{0}'x + R_{0}^{2}$$
(4)

и ее полудлина приблизительно обратно пропорциональна числу кавитации:

$$L_{\kappa} = -\frac{2R_0R_0'\ln\varepsilon}{\sigma_0},\tag{5}$$

что качественно согласуется с известными экспериментальными данными и полуэмпирическими соотношениями [1, 3].

Отметим ряд полезных соотношений, которые получаются из уравнений (2)–(5) в некоторых частных случаях. Например, при нулевом числе кавитации  $\sigma_0 = 0$  полудлина каверны приблизительно пропорциональна числу Фруда:  $L_{\kappa} = \operatorname{Fr} \sqrt{-2R_0R'_0 \ln \varepsilon}$  и  $L_{\kappa} \to \infty$  при Fr  $\to \infty$ , что совпадает с известными соотношениями [1, 2].

При образовании каверны за донным срезом цилиндра ( $R'_0 = 0$ ) полудлина каверны выражается формулой  $L_K = -\sigma_0 \text{Fr}^2$ , т. е. миделевое сечение каверны существует только при отрицательных числах кавитации. При любом отрицательном числе кавитации в этом случае существует и точка перегиба. При нулевом или положительном числе кавитации миделевое сечение каверны совпадает с плоскостью схода каверны с тела [5, 6].

Из рис. 5 следует, что фотография кавитационного обтекания конуса с углом раствора  $\beta = 20^{\circ}$  вертикальным потоком жидкости и дано сравнение экспериментального и расчетного контуров каверны.

Как видно из рис. 5, между расчетом и экспериментом наблюдается удовлетворительное согласование [19, 20].

Гидродинамическую силу W, которая действует на тело в потоке, можно представить суммой интегралов от нормальных сил давления P и от касательных сил трения  $\tau$  в проекции на ось x:

$$W = -\int_{S} P \cos nx \cdot dS + \int_{S'} \tau \sin nx \cdot dS', \qquad (6)$$

где первый интеграл берется по всей поверхности тела *S*, состоящей из поверхности диска, носовой, цилиндрической и донной частей корпуса, а второй – по смоченной части корпуса *S'*.

После промежуточных преобразований с учетом формул для сопротивления диска и донного числа кавитации получаем следующее выражение для силы *W*:

$$W = C_{x_0} \left(1 + \sigma_0\right) \frac{\rho V^2}{2} \frac{\pi d_H^2}{4} - \left(\sigma_0 - \sigma_\partial + \frac{2gL}{V^2}\right) \frac{\rho V^2}{2} \frac{\pi D^2}{4} + \int_{S'} \tau \sin nx \, dS' \, . \tag{7}$$

Расчет касательных сил трения, действующих на замытую водой часть корпуса, представляет значительные сложности из-за недостаточной изученности нестационарных газожидкостных течений в хвостовой части каверны. Поэтому при оценке этих сил мы не будем учитывать влияние на величину коэффициента вязкости наличия в этом потоке пузырьков газа, унесенного из каверны, а также трение от возможных течений в хвостовой части каверны. Предположим далее, что сила, обусловленная вязкостью жидкости, равна силе трения эквивалентной пластины. Поэтому можно записать



Issue 6, 2022

ISSN 2410-9908

$$\int_{S} \tau \sin nx \, dS \cong C_f(\operatorname{Re}) \pi D(L - L_K) \frac{\rho V^2}{2}, \qquad (8)$$

где  $C_f$  – коэффициент трения плоской пластины при числе Рейнольдса  $\operatorname{Re} = \frac{V(L - L_K)}{V}$ , соот-

Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures

ветствующем длине замытого участка тела.

http://dream-journal.org

Из соотношения (7) с учетом формул (8) и (9) получим выражение для суммарной вертикальной гидродинамической силы *W*:

$$W = X - A = C_{x_0} (1 + \sigma_0) \frac{\rho V^2}{2} \frac{\pi d_H^2}{4} - \left(\sigma_0 - \sigma_0 + \frac{2gL}{V^2}\right) \frac{\rho V^2}{2} \frac{\pi D^2}{4} + C_f (\text{Re})\pi D (L - L_K) \frac{\rho V^2}{2}$$
(9)

Из формулы (9) получаем следующее выражение для коэффициента сопротивления:

$$C_{x} = C_{x0} (1 + \sigma_{0}) \overline{d}_{H}^{2} - \sigma_{0} + \sigma_{0} - \frac{2gL}{V^{2}} + 4C_{f} (\text{Re}) \frac{L - L_{K}}{D} + \frac{8A}{\pi \rho V^{2} D^{2}}.$$

Если ввести коэффициент полноты объема изделия

$$K_A = \frac{4Q_M}{\pi D^2 L},$$

где *Q<sub>M</sub>* – объем изделия, то силу Архимеда *А* можно выразить формулой

$$A = K_A \rho g \, \frac{\pi D^2}{4} L \,. \tag{10}$$

Учитывая выражение (10), найдем окончательно соотношение для коэффициента сопротивления изделия с носовым диском при ее осесимметричном кавитационном обтекании вертикальным потоком жидкости:

$$C_{x} = C_{x_{0}}\overline{d}_{H}^{2} - \left(1 - C_{x_{0}}\overline{d}_{H}^{2}\right)\sigma_{0} + \sigma_{\partial} - \left(1 - K_{A}\right)\frac{2}{\mathrm{Fr}_{L}^{2}} + 4\lambda C_{f}\left(\mathrm{Re}\right)\left(1 - \frac{L_{K}}{L}\right),\tag{11}$$

где 
$$\operatorname{Fr}_{L} = \frac{V}{\sqrt{gL}}; \ \lambda = \frac{L}{D}$$
 – удлинение изделия.

## 5. Результаты и обсуждение

Экспериментальные и теоретические исследования выявили три режима многофазного обтекания изделия: частичное, переходное и полное кавитационное обтекание. Рассмотрим особенности сопротивления изделия на каждом из трех рассмотренных режимов обтекания изделия.

Режим I (частичная кавитация).

В этом случае должна реализоваться оценка коэффициента сопротивления, данная формулой (11). Как правило, величина  $C_{x_0} \overline{d}_H^2 < 1$ . Поэтому второй член в формуле (11) является отрицательным, что означает наличие подсасывающей силы, возникающей на носовой части изделия в результате разрежения за кавитатором.



ISSN 2410-9908

## Режим II (переходный режим).

На этом режиме обтекания изделия ее корма оказывается в запененной части каверны, донный срез взаимодействует с возвратными течениями. Процессы, происходящие в хвостовой части каверны, в настоящее время изучены недостаточно. Оценку сопротивления изделия произвести с погрешностью менее 10 % не удается.

Режим III (изделие находится внутри каверны).

В этом случае, очевидно, исчезает сопротивление трения, а донное давление равно давлению в каверне:

$$\sigma_{\partial} = \sigma_0 + \frac{2}{\mathrm{Fr}_L^2},$$

с учетом чего выражение для коэффициента сопротивления принимает вид:

$$C_{x} = C_{x_{0}} (1 + \sigma_{0}) \overline{d}_{H}^{2} + \frac{2K_{A}}{\mathrm{Fr}_{L}^{2}}.$$

Сила *W* на этом режиме равна силе кавитационного сопротивления диска:

$$W = C_{x_0}(1+\sigma)\frac{\rho V^2}{2}\frac{\pi d_H^2}{4}.$$

На рис. 6 представлены результаты расчетов коэффициента сопротивления  $C_x$  с использованием экспериментальных данных по  $\sigma_0$ . Между расчетом и экспериментом наблюдается удовлетворительное согласование (рис. 6).

Установление факта потери силы Архимеда является важным с точки зрения определения оптимальных режимов кавитационного обтекания изделия. Потеря силы Архимеда может привести к дополнительным расходам топлива и, следовательно, уменьшению дальности. Поэтому осуществление режима обтекания с частичной кавитацией является предпочтительным, так как, с одной стороны, позволяет сохранить силу Архимеда, а с другой – при определенных условиях обеспечить статическую устойчивость изделия [5, 21, 22].

Исследования донных каверн и их влияния на сопротивление изделия проводились для схематизированной модели изделия с цилиндрическим корпусом и конической носовой частью. Длина модели составляла L = 140 мм; диаметр цилиндрической части D = 20 мм; угол раствора носового конуса  $\alpha = 40^{\circ}$ ; удлинение модели  $\lambda = 7$ . Воздух в донную каверну подводился по трубе, открытый конец которой находился вблизи донного среза модели.

На рис. 7 представлены фотографии осесимметричного кавитационного обтекания модели и дана зависимость коэффициента сопротивления модели от донного числа кавитации.

Уменьшение числа кавитации при Fr = const приводит к увеличению размеров донной каверны и изменению ее формы (рис. 7). Форма каверны от цилиндрической, нерасширяющейся переходит при  $\sigma_0 < 0$  к расширяющейся каплевидной. Наблюдается изменение знака кривизны поверхности расширяющейся донной каверны, что соответствует наличию у нее точки перегиба. Зависимость  $C_x = C_x(\sigma_0)$  имеет приблизительно линейный характер во всем исследованном диапазоне чисел кавитации, в том числе и для отрицательных значений  $\sigma_0$ . Уменьшение числа кавитации приводит к существенному снижению сопротивления модели с донной каверной. Следует отметить, что эффекты снижения сопротивления тел вращения с донными кавернами в весомой жидкости были обнаружены Ю. Л. Якимовым. Сравнение зависимостей  $C_x = C_x(\sigma_0)$  для Fr = 4,5 и Fr = 9 показывает, что при бо́льшем числе Фруда коэффициент сопротивления модели меньше.



ISSN 2410-9908

Этот факт объясняется в основном уменьшением сопротивления трения с ростом числа Фруда, так как бо́льшим значениям числа Fr в опытах соответствовали и бо́льшие значения числа Re.



Рис. 6. Экспериментальные зависимости коэффициента сопротивления модели  $C_x$  и донного числа кавитации  $\sigma_0$  от числа кавитации  $\sigma_0$  носовой каверны: a – зависимость сопротивления от  $\sigma$  (Fr = 5);  $\delta$  – зависимость донной кавитации от  $\sigma$  (Fr = 5); e – зависимость сопротивления от  $\sigma$  (Fr = 15); e – зависимость донной кавитации от  $\sigma$  (Fr = 15); e – зависимость донной кавитации от  $\sigma$  (Fr = 15)

Оценка сопротивления модели изделия с донной каверной может быть произведена по формуле:

$$C_x = C_{x_0} + \sigma_{\partial}, \tag{12}$$

где  $C_{x_0} = C_{x_1} + C_{x_{mp}}$ .

Член  $C_{x_{mp}}$ , учитывающий вязкостное сопротивление, можно оценить с помощью сопротивления эквивалентной пластинки:



ISSN 2410-9908

 $C_{x_{\text{max}}} \cong 4\lambda C_f (\text{Re})$ .



Рис. 7. Зависимость коэффициента сопротивления модели от донного числа кавитации (*a*) и фотографии осесимметричного кавитационного обтекания модели (б)

Величина  $C_{x_1}$  определяется профильным сопротивлением носовой части модели с углом раствора конуса 40°, которое в предположении его независимости от характера течения в донной части удлиненного цилиндрического корпуса имеет величину  $C_{x_1} \sim 0,05$ . Таким образом, для расчета использовали следующую формулу:

$$C_x = 0.05 + 28C_f(\mathrm{Re}) + \sigma_{\partial}.$$

Коэффициент  $C_f$  принимал значение  $C_f = 6 \cdot 10^{-3}$  при Fr = 4,5 и  $C_f = 5 \cdot 10^{-3}$  при Fr = 9. Результаты расчетов по формуле (17) обозначены на рис. 7. Наблюдается удовлетворительное согласование между расчетами и экспериментальными данными.

## 6. Заключение

Проведен анализ экспериментальных исследований многофазного обтекания изделия под водой при вертикальном движении. Разработана методика определения контура каверн и определения гидродинамических нагрузок и характеристик на изделие. Валидация и верификация проведены путем сравнения результатов расчетов с опытными данными. Полученные расчетные профили каверны удовлетворительно согласуются с экспериментальными. Создан программный комплекс, позволяющий проводить имитационное моделирование движения изделия под водой при многофазном обтекании. Получены экспериментальные и расчетные зависимости коэффициентов сопротивления от числа кавитации для вертикальных каверн. Влияние числа Фруда на эту зависимость практически отсутствует. Показана возможность использования имитационного численного моделирования для определения гидродинамических характеристик изделий при многофазном обтекании.



## Благодарность

Работа выполнена при поддержке Южно-Уральского федерального научного центра минералогии и геоэкологии УрО РАН и АО «Государственный ракетный центр имени академика В.П. Макеева» в рамках государственного задания ЮУ ФНЦ МиГ УрО РАН по теме № АААА-А21-121012090155-5.

# Литература

1. Логвинович Г. В., Буйвол В. Н. Течения со свободными поверхностями. – Киев : Наукова думка, 1985. – 178 с.

2. Капанкин Е. Н., Гульнев С. И. Кавитационное обтекание тел вертикальным потоком жидкости // XXII Всесоюзная науч.-техн. конференция по теории корабля (Крыловские чтения 1973 г.), Ленинград, 1973 г. : краткие тезисы докладов. – Ленинград : Судостроение, 1973. – С. 14–26.

3. Полетаев Б. И. Математическая модель динамики движения ракеты на подводном участке кавитационного способа старта ракет // Проблемы машиноведения и машиностроения : межвуз. сб. – СПб : СЗГЗТУ, 2001. – Вып. 24. – С. 24–37.

4. Дегтярь В. Г., Пегов В. И. Результаты экспериментальной отработки кавитационного способа старта ракет // РКТ. – 1999. – Вып. 1 (43), ч. 2. – С. 20–35.

5. Дегтярь В. Г., Пегов В. И. Гидродинамика подводного старта ракет. – М. : Машиностроение, 2009. – 448 с.

6. Пегов В. И., Мошкин И. Ю., Чешко А. Д. Расчет нестационарного глиссирования кругового цилиндра по возмущенной поверхности жидкости // Челябинский физикоматематический журнал. – 2021. – Том 6, вып. 3. – С. 338–346. – DOI: 10.47475/2500-0101-2021-16308.

7. Норкин М. В., Яковенко А. А. Начальный этап движения эллиптического цилиндра в идеальной несжимаемой жидкости со свободными границами // Журн. вычисл. математики и матем. физики. – 2012. – Т. 52, № 11. – С. 2060–2070.

8. Норкин М. В. Начальный этап движения эллиптического цилиндра в вязкой несжимаемой жидкости со свободной поверхностью // Журн. вычисл. математики и матем. физики. – 2012. – Т. 52, № 2. – С. 319–329.

9. Гудов А. М. Численное исследование явлений на поверхности воды при схлопывании газовой полости // Вычисл. технологии. – 1997. – Т. 2, № 4. – С. 49–59.

10. Коробицын В. А. Численное моделирование многосвязных течений несжимаемой жидкости // Zbornik radova Konferencije MIT, 2011. – Beograd, 2012. – Р. 217–221.

11. Korobitsin V. A., Pegov V. I. Numerical analysis of the evolution of an interface between two liquids // Fluid Dynamics. – 1993. – Vol. 28, No. 5. – P. 692–695. – DOI: 10.1007/BF01050054.

12. Коробицын В. А. Численное моделирование осесимметричных потенциальных течений несжимаемой жидкости // Математическое моделирование. – 1991. – Т. 3, № 10. – С. 42–49.

13. Расчетно-экспериментальный метод исследования высокоскоростного взаимодействия тел с преградами : учеб. пособие / А. Н. Ищенко, С. А. Афанасьева, В. В. Буркин, А. С. Дьячковский, Е. Н. Зыков, М. В. Хабибуллин. – Томск : Изд-во НТЛ. – 2013. – 60 с.

14. Кузнецов Г. В., Морозов Т. А., Шальнов С. А. Устойчивость углового движения подводного аппарата при наличии кавитационного обтекания // Научно-технический вестник Поволжья. – 2021. – № 3. – С. 21–24.

15. Хитрых Д. П., Маламанов С. Ю., Павловский В. А. Численное исследование нестационарного кавитационного обтекания крыла NASA009 // Морские интеллектуальные технологии. – 2018. – № 2–1 (40). – С. 139–143.



ISSN 2410-9908

16. Дмитриев Н. А. Компьютерное моделирование осесимметричного кавитационного обтекания сферических сегментов в трубе // Математические модели и их приложения : сб. – Чебоксары, 2017. – С. 37–45.

17. Абдуракипов С. С., Добросельский К. Г. Экспериментальное исследование оптическим и статистическим методами крупномасштабных пульсаций потока при обтекании цилиндра // Сибирский физический журнал. – 2019. – Т. 14, № 3. – С. 5–14. – DOI: 10.25205/2541-9447-2019-14-3-5-14.

18. Thang N. T., Ngoc D. Numerical Study of the Natural-Cavitating Flow around Underwater Slender Bodies // Fluid dynamics. – 2019. – 54. – P. 835–849. – DOI: 10.1134/S0015462819060120.

19. Пегов В. И., Мошкин И. Ю. Математическое моделирование процессов тепломассообмена горячих газовых струй с жидкостью при подводном старте аппарата // Челябинский физико-математический журнал. – 2020. – Т. 5, вып. 4 (1). – С. 451–462. – DOI: 10.47475/2500-0101-2020-15405.

20. Pegov V. I., Moshkin I. Yu. Applying the method of plane sections for evaluating the parameters of flight vehicles under multiphase flow // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. – 2020. – Iss. 4. – P. 48–61. – DOI: 10.17804/2410-9908.2020.4.048-061. – URL: https://dream-journal.org/DREAM\_Issue\_4\_2020\_Pegov\_V.I.\_et\_al.\_048\_061.pdf

21. Численное моделирование силовых и тепловых нагрузок на подводную лодку при старте ракеты / Е. С. Никулин, В. И. Пегов, А. Д. Чешко, И. Ю. Мошкин // Вестник Концерна ВКО «Алмаз–Антей». – 2020. – № 4. – С. 47–53.

22. Пегов В. И., Мошкин И. Ю. Расчет гидродинамики кавитационного способа старта ракет // Челябинский физико-математический журнал. – 2018. – Т. 3, вып. 4. – С. 476–485. – DOI: 10.24411/2500-0101-2018-13408.



ISSN 2410-9908

http://dream-journal.org

Received: 27.10.2022 Revised: 24.11.2022 Accepted: 23.12.2022 DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.065-075

# PRODUCTION OF METAL MATRIX COMPOSITES BASED ON ALUMINUM-MANGANESE BRONZE AND NICKEL ALLOYS BY WIRE-FEED ELECTRON-BEAM ADDITIVE MANUFACTURING

A. V. Chumaevskii<sup>a), \*</sup>, A. O. Panfilov<sup>b)</sup>, K. N. Kalashnikov<sup>c)</sup>, A. P. Zykova<sup>d)</sup>,
T. A. Kalashnikova<sup>e)</sup>, A. V. Vorontsov<sup>f)</sup>, S. Yu. Nikonov<sup>g)</sup>, E. N. Moskvichev<sup>h)</sup>,
V. M. Semenchuk<sup>i)</sup>, V. E. Rubtsov<sup>j)</sup>, and E. A. Kolubaev<sup>k)</sup>

Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, 2/4 Akademicheskiy Ave., Tomsk, 634055, Russia



<sup>\*</sup>Corresponding author. E-mail: tch7av@gmail.com Address for correspondence: pr. Akademicheskiy, 2/4, Tomsk, Russia Tel.: +7 (961) 891 4149

Samples of composite materials based on BrAMts9-2 bronze with the introduction of the Udimet500 and Inconel625 nickel alloys were obtained by wire-feed electron-beam technology. The studies show that the structures of composites formed during printing, although fairly similar due to the same base of the alloys, have different features due to different combinations of alloying elements. The mechanical properties of the samples with the introduction of up to 15 % of the Udimet500 alloy are higher than those of the samples of the second material. With the introduction of 25 % of a nickel alloy, the strength is higher for the composite material samples with the introduction of 5 % of a nickel alloy. The microhardness of the samples with the introduction of 5 % of a nickel alloy is identical, the introduction of large volumes of a nickel alloy leads to the implementation of greater hardness in the samples with the introduction of the Inconel625 alloy due to the samples of both types.

**Keywords:** electron-bean additive manufacture, metal matrix composites, intermetallics, microstructure, mechanical properties.

## Acknowledgment

The study was supported by the Russian Science Foundation, project No. 22-19-00578. The equipment of the Nanotekh shared research facilities, ISPMS SB RAS, was used for the research.



# References

1. DebRoy T., Wei H.L., Zuback J.S., Mukherjee T., Elmer J.W., Milewski J.O., Beese A.M., Wilson-Heid A., De A., Zhang W. Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties. *Progress in Materials Science*, 2018, vol. 92, pp. 112–224. DOI: 10.1016/j.pmatsci.2017.10.001.

Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures Issue 6, 2022

2. Mukherjee T., Zuback J.S., De A., DebRoy T. Printability of alloys for additive manufacturing. *Scientific Reports*, 2016, vol. 6, pp. 19717. DOI: 10.1038/srep19717.

3. Ghanavati R., Naffakh-Moosavy H. Additive manufacturing of functionally graded metallic materials: A review of experimental and numerical studies. *Journal of Materials Research and Technology*, 2021, vol. 13, pp. 1628–1664. DOI: 10.1016/j.jmrt.2021.05.022.

4. Xu J., Zhou Q., Kong J., Peng Yong, Shun Guo, Jun Zhu, Fan Jikang. Solidification behavior and microstructure of Ti-(37–52) at % Al alloys synthesized in situ via dual-wire electron beam freeform fabrication. *Additive Manufacturing*, 2020, vol. 46, pp. 102113. DOI: 10.1016/J.ADDMA.2021.102113.

5. Osipovich K.S., Chumaevskii A., Gusarova A.V., Kalashnikov K.N., Kolubaev Evgeny A. Mechanical properties of steel-copper polymetal manufactured by the wire-feed electronbeam additive technology. *High Temperature Material Processes*, 2020, vol. 24, pp. 91–98. DOI: 10.1615/HighTempMatProc.2020033790.

6. Afkhami S., Dabiri M., Alavi S.H., Björk T., Salminen A. Fatigue characteristics of steels manufactured by selective laser melting. *International Journal of Fatigue*, 2019, vol. 122, pp. 72–83. DOI: 10.1016/J.IJFATIGUE.2018.12.029.

7. Filippov A.V., Khoroshko E.S., Shamarin N.N., Savchenko N.L., Moskvichev E.N., Utyaganova V.R., Kolubaev E.A., Smolin A.Y., Tarasov S.Y. Characterization of gradient CuAl–B4C composites additively manufactured using a combination of wire-feed and powder-bed electron beam deposition methods. *Journal of Alloys and Compounds*, 202, vol. 859, pp. 157824. DOI: 10.1016/j.jallcom.2020.157824.

8. Thijs L., Verhaeghe F., Craeghs T., Humbeeck J.V., Kruth J.-P. A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti-6Al-4V. *Acta Materialia*, 2010, vol. 58 (9), pp. 3303–3312. DOI: 10.1016/J.ACTAMAT.2010.02.004.

9. Martin J.H., Yahata B.D., Hundley J.M., Mayer J.A., Schaedler T.A., Pollock T.M. 3D printing of high-strength aluminium alloys. *Nature*, 2017, vol. 549 (7672), pp. 365–369. DOI: 10.1038/nature23894.

10. Pu Ze, Dong Du, Wang Kaiming, Liu Guan, Zhang Dongqi, Zhang Haoyu, Xi Rui, Wang Xiebin, Chang Baohua. Study on the NiTi shape memory alloys in-situ synthesized by dual-wire-feed electron beam additive manufacturing. *Additive Manufacturing*, 2022, vol. 26, pp. 102886. DOI: 10.1016/j.addma.2022.102886.

11. Chumaevskii A.V., Panfilov A.O., Knyazhev E.O., Zykova A.P., Gusarova A.V., Kalashnikov K.N., Vorontsov A.V., Savchenko N.L., Nikonov S.Y., Cheremnov A.M., Rubtsov V.E., Kolubaev E.A. Production of Gradient Intermetallic Layers Based on Aluminum Alloy and Copper by Electron-beam Additive Technology. *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*, 2021, pp. 19–31. DOI: 10.17804/2410-9908.2021.6.019-031. Available at: https://dream-journal.org/issues/2021-6/2021-6\_342.html

12. Astafurova E.G., Astafurov S.V., Reunova K.A., Melnikov E.V., Moskvina V.A., Panchenko M.Yu., Maier G.G., Rubtsov V.E., Kolubaev E.A. Structure Formation in Vanadium-Alloyed Chromium-Manganese Steel with a High Concentration of Interstitial Atoms C + N = 1.9 wt % during Electron-Beam Additive Manufacturing. *Phys Mesomech*, 2022, vol. 25, No. 1., pp. 1–11. DOI: 10.1134/S1029959922010015.



ISSN 2410-9908

http://dream-journal.org

Подана в журнал: 27.10.2022 УДК 539.25:621.791.14:620.186.12:620.17 DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.065-075

## ПОЛУЧЕНИЕ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ АЛЮМИНИЕВО-МАРГАНЦЕВОЙ БРОНЗЫ И НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ АДДИТИВНОЙ ТЕХНОЛОГИИ

А. В. Чумаевский<sup>а), \*</sup>, А. О. Панфилов<sup>б)</sup>, К. Н. Калашников<sup>в)</sup>, А. П. Зыкова<sup>г)</sup>, Т. А. Калашникова<sup>д)</sup>, А. В. Воронцов<sup>е)</sup>, С. Ю. Никонов<sup>ж)</sup>, Е. Н. Москвичев<sup>3)</sup>, В. М. Семенчук<sup>и)</sup>, В. Е. Рубцов<sup>к)</sup>, Е. А. Колубаев<sup>л)</sup>

Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук, 2/4, пр. Академический, г. Томск, 634055, Российская Федерация





Методом проволочной электронно-лучевой технологии получены образцы композиционных материалов на основе бронзы БрАМц9-2 с введением при печати никелевых сплавов Udimet500 и Inconel625. Проведенные исследования показывают, что формируемая при печати структура композитов, хотя и имеет достаточно близкое строение по причине одинаковой основы сплавов, но и имеет различные особенности, обусловленные различными сочетаниями легирующих элементов. Механические свойства образцов с введением до 15 % сплава Udimet500 выше, чем у образцов второго материала. При введении 25 % никелевого сплава прочность выше у образцов композиционного материала с введением сплава Inconel625. Микротвердость образцов с введением 5 % никелевого сплава идентична, введение больших объемов никелевого сплава приводит к реализации большей твердости у образцов с введением сплава Inconel625 за счет большего содержания тугоплавких материалов. Относительное удлинение после разрыва для образцов обоих типов изменяется незначительно.

**Ключевые слова:** электронно-лучевое аддитивное производство, композиционные материалы с металлической матрицей, интерметаллиды, микроструктура, механические свойства.

## 1. Введение

В настоящее время развитие аддитивных технологий позволяет значительно расширить номенклатуру производимых изделий, материалов или конструкций промышленного, авиационного или ракетно-космического назначения [1, 2]. Используемые технологии



ISSN 2410-9908

http://dream-journal.org

3D-печати позволяют не только получать изделия сложной формы и различного размера, но и формировать в них материалы с настраиваемой в широком диапазоне структурой с реализацией уникальных сочетаний структуры и свойств получаемых изделий [3, 4]. К таким свойствам могут относиться повышенная коррозионная стойкость [5], прочность, пластичность, циклическая прочность [6], износостойкость [7] и т.д. При этом для получения материалов с различной структурой возможно использованием как порошковых [8, 9], так и проволочных [10, 11] технологий. Порошковые технологии позволяют получать наиболее мелкодисперсные структуры, в то время как проволочные технологии обладают большей экономичностью и производительностью. Также для получения композиционных материалов большое значение имеет возможность использования, как чистых металлов, так и сплавов с различным сочетанием легирующих элементов. Причем плавное введение в ванну расплава компонентов может позволить в широком диапазоне регулировать структуру и свойства формируемых изделий, особенно с использованием проволочной аддитивной электроннолучевой технологии [12]. До настоящего времени исследования влияния на формирование композиционных материалов данным методом легирующих элементов различных сплавов проведено не было. По этой причине работа направлена на исследование закономерностей формирования структуры в композиционных материалах на основе алюминиево-марганцевой бронзы с введением при печати 5-25 % никелевых сплавов Udimet500 и Inconel625, отличающихся содержанием легирующих элементов – хрома, кобальта, молибдена, титана и ниобия.

## 2. Материалы и методы

Композиционные материалы получали методом проволочной аддитивной электроннолучевой технологии с совмещением подачи основного металла в виде алюминиевомарганцевой бронзы БрАМц9-2 и вводимого в ее объем сплава Udimet500 или Inconel625 (таблица). Количество вводимых никелевых сплавов составляло 5, 15, 25 об.%. Печать осуществляли по схеме, приведенной на рис. 1. Образцы 1 формировали на стальной подложке 2 путем подачи проволок 4 через сопло 3. Плавление проволочных филаментов производилась электронным пучком 5 от источника 6, вводимого в зону печати через систему магнитной фокусировки 7. Филаменты формировали ванну расплава 8 с управляемым составом за счет регулирования объема вводимых филаментов от податчиков 9. Ускоряющее напряжение при печати составляло 30 кВ. Значения тока пучка подбирали эмпирически. При печати композиционного материала с введением сплава Udimet500 ток пучка составлял 72,0 мА в нижней части образца и 44,0 мА в верхней части. Печать образца с введением сплава Inconel625 осуществляли при токе пучка 77,5 мА в нижней и 46,0 мА в верхней части. Такое положение связано с накоплением тепла при последовательном нанесении филаментов.

| Материал   | Концентрация, мас. % |         |     |      |           |      |          |     |           |      |
|------------|----------------------|---------|-----|------|-----------|------|----------|-----|-----------|------|
|            | Al                   | Mn      | Fe  | Cu   | Cr        | Co   | Mo       | Ti  | Nb        | Ni   |
| БрАМц9-2   | 8–10                 | 1,5–2,5 | -   | Ост. | -         | -    | -        | -   | -         | _    |
| Udimet500  | 2,9                  | _       | _   | -    | 17,5      | 16,5 | 4,0      | 3,9 | _         | Ост. |
| Inconel625 | 0,4                  | 0,5     | 5,0 | -    | 20,0–23,0 | 1,0  | 8,0–10,0 | 0,4 | 3,15-4,15 | Ост. |

Химический состав сплавов, использованных для получения композиционных материалов, в соответствии с технической документацией

Исследование микроструктуры проводилось методом оптической микроскопии на металлографических микроскопах Altami MET 1C и Olympus LEXT 4100. Измерение микротвердости проводили методом Виккерса на микротвердомере AFFRI DM8 по всей высоте

Production of metal matrix composites based on aluminum-manganese bronze and nickel alloys by wire-feed electron-beam additive manufacturing / A. V. Chumaevskii, A. O. Panfilov, K. N. Kalashnikov, A. P. Zykova, T. A. Kalashnikova, A. V. Vorontsov, S. Yu. Nikonov, E. N. Moskvichev, V. M. Semenchuk, V. E. Rubtsov, and E. A. Kolubaev // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. – 2022. – Iss. 6. – P. 65–75. – DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.065-075.



ISSN 2410-9908

стенки. Нагрузка при измерении микротвердости составляла 50 гр. Механические испытания на статическое растяжение проводили на испытательной машине УТС-110М-100-1У. Структурные исследования, совмещенные с анализом химического состава, производились на растровом электронном микроскопе Thermo Fisher Scientific Apreo S LoVac.



Рис. 1. Схема получения композиционных материалов с металлической матрицей методом проволочной аддитивной электронно-лучевой технологии

## 3. Результаты с обсуждение

Структура образцов композитов, полученных при введении от 5 до 25 об.% никелевого сплава, представлена на рис. 2 и 3. Формирование композиционных материалов обусловлено преимущественно наличием в составе основных компонентов в виде меди, никеля и алюминия. Дополнительное влияние на организацию структуры оказывают легирующие элементы никелевого сплава – хром и молибден. Остальные легирующие элементы влияют на структуру композитов в меньшей степени. Также формируемая структура в большой степени зависит от объемной доли вводимого в бронзовую матрицу никелевого сплава.

При введении 5 % никелевого сплава Udimet500 в бронзу БрКМц9-2 формируемая структура представлена металлической матрицей в виде твердого раствора алюминия и никеля в меди (1; рис. 2 *a*, *e* и рис. 3 *a*), что подтверждается данными энергодисперсионного анализа. В основном зерна матрицы имеют ламеллярную форму, а между ними образуются мелкодисперсные интерметаллидные частицы –  $\beta$ -Cu<sub>3</sub>Al, типичная для бронзы БрАМц9-2 и NiAl, формирующиеся в результате взаимодействия никеля и алюминия (2; рис. 2 *a*, *e* и рис. 3 *a*). Внутри зерен бронзовой матрицы и по их границам присутствует большое количество мелких частиц вторичных фаз твердорастворного типа на основе тугоплавких элементов Cr и Mo, входящих в состав никелевого сплава Udimet500 (3; рис. 2 *a*, *e* и рис. 3 *a*).



#### http://dream-journal.org

ISSN 2410-9908

При увеличении объемной доли вводимого в бронзу никелевого сплава до 10 % происходит качественное изменение в структуре и свойствах композита. Объемная доля бронзовой матрицы уменьшается (1; рис. 2  $\delta$ ,  $\partial$  и рис. 3  $\delta$ ). Не выявляется образования частиц  $\beta$ -Cu<sub>3</sub>Al, что обусловлено увеличением содержания никеля и образованием крупных частиц NiAl, а также агломератов частиц данной фазы (4; рис. 2  $\delta$ ,  $\partial$  и рис. 3  $\delta$ ). Также повышается содержание частиц вторичных фаз на основе хрома и молибдена (3; рис. 2  $\delta$ ,  $\partial$  и рис. 3  $\delta$ ).





Рис. 2. Структура образцов композиционных материалов на основе бронзы БрАМц9-2 с введением при печати 5 (*a*, *c*), 15 (*б*, *d*) и 25 (*в*, *e*) об.% никелевого сплава Udimet500: *I* – твердый раствор Cu (Ni, Al); *2* – β-Cu<sub>3</sub>Al+AlNi; *3* – вторичные фазы на основе Cr и Mo; *4* – интерметаллидные фазы AlNi

При введении в алюминиево-марганцевую бронзу 25 % никелевого сплава происходит образование еще более крупных частиц NiAl размером 20 мкм и более (4; рис. 2 в, е и рис. 3 в). Объем бронзовой матрицы снижается и увеличивается объемная доля частиц на основе тугоплавких металлов (Cr, Mo) и агломератов мелкодисперсных частиц NiAl. Причем твердый раствор Cu (Al, Ni) при данном содержании сплава Udimet500 формируется в виде тонких прослоек между частицами интерметаллидных фаз и твердых растворов на основе тугоплавких металлов.



ISSN 2410-9908



Рис. 3. Растровые электронные изображения структуры образцов композиционных материалов на основе бронзы БрАМц9-2 с введением при печати 5 (*a*), 15 (*b*) и 25 (*b*) об.% никелевого сплава Udimet500: *1* – твердый раствор Cu (Ni, Al); *2* – β-Cu<sub>3</sub>Al+AlNi; *3* – вторичные фазы на основе Cr и Mo; *4* – интерметаллидные фазы AlNi





Рис. 4. Структура образцов композиционных материалов на основе бронзы БрАМц9-2 с введением при печати 5 (*a*, *c*), 15 (*б*, *d*) и 25 (*в*, *e*) об.% никелевого сплава Udimet500: *I* – твердый раствор Cu (Ni, Al); 2 – β-Cu<sub>3</sub>Al+AlNi; 3 – вторичные фазы на основе Nb, Cr и Mo; 4 – интерметаллидные фазы AlNi

Близкая по типу структура формируется при введении в объем бронзы сплава Inconel625 (рис. 4 и 5). При введении 5 % никелевого сплава структура аналогична формируемой при печати образцов предыдущего типа. Основу составляет твердорастворная матрица состава Cu(Al, Ni), зерна которой также представлены в виде ламелей (1; рис. 4 *a*, *c* и рис. 5 *a*).

Production of metal matrix composites based on aluminum-manganese bronze and nickel alloys by wire-feed electron-beam additive manufacturing / A. V. Chumaevskii, A. O. Panfilov, K. N. Kalashnikov, A. P. Zykova, T. A. Kalashnikova, A. V. Vorontsov, S. Yu. Nikonov, E. N. Moskvichev, V. M. Semenchuk, V. E. Rubtsov, and E. A. Kolubaev // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. – 2022. – Iss. 6. – P. 65–75. – DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.065-075.



в

Вторым элементом являются межзеренные агломераты частиц β-фазы Cu<sub>3</sub>Al и интерметаллидов AlNi (2; рис. 4 a, г и рис. 5 a). Последним элементом структуры являются частицы вторичных фаз на основе хрома, молибдена и ниобия (3; рис. 4 *a*, *г* и рис. 5 *a*).

При введении 10 % сплава Inconel625 в объем бронзы БрАМц9-2 аналогично с образцами первого типа не образуется частиц  $\beta$ -фазы Cu<sub>3</sub>Al (рис. 4  $\delta$ ,  $\partial$ , и рис. 5  $\delta$ ). Но при этом не образуется и агломератов частиц NiAl. Основными структурными элементами являются твердорастворная матрица Cu (Ni, Al), частицы интерметаллидов AlNi и вторичные фазы на основе Nb, Cr и Mo. Увеличение объемной доли никелевого сплава до 25 % приводит к формированию агломератов частиц NiAl (4; рис. 4 в, е и рис. 5 в). В остальном качественно не изменяется фазовый состав композиционного материала, а увеличивается только объемная доля упрочняющих фаз и снижается объемная доля матрицы Cu (Ni, Al).



Рис. 5. Растровые электронные изображения структуры образцов композиционных материалов на основе бронзы БрАМц9-2 с введением при печати 5 (а), 15 (б) и 25 (в) об.% никелевого сплава Udimet500: 1 – твердый раствор Cu (Ni, Al);  $2 - \beta$ -Cu<sub>3</sub>Al+AlNi; 3 – вторичные фазы на основе Nb, Cr и Mo; 4 – интерметаллидные фазы AlNi

Механические испытания и измерения микротвердости полученных образцов показывают, что влияние различных никелевых сплавов на свойства композитов является достаточно неоднозначным (рис. 6). Предел прочности образцов чистой бронзы БрАМц9-2 после печати составляет 455 МПа (рис. 6 *a*). При введении 5 % сплава Udimet500 предел прочности повышается до 580 МПа, а при введении 5 % сплава Inconel625 до 520 МПа. При увеличении объемной доли никелевых сплавов до 10 % предел прочности композитов увеличивается до 600 МПа и 545 МПа. После внедрения 25 % упрочняющего материала предел прочности увеличивается до 675 МПа и 790 МПа для композитов со сплавом Udimet500 и Inconel625 соответственно. Пластичность образцов композиционных материалов при введении обоих сплавов постепенно снижается с 55 % до 10-11 % (рис. 6 б). Микротвердость образцов с введением 5 % обоих сплавов находится на одном уровне (рис. 6 в). Увеличение объемной доли приводит к большей степени упрочнения композита сплавом Inconel625, чем сплавом Udimet500, что обусловлено большей долей тугоплавких упрочняющих компонентов в сплаве Inconel625. В целом, получение композитов с введением никелевого сплава Inconel 625 является более эффективным, но при введении 5-10 % никелевых сплавов предел прочности выше у композитов с введение сплава Udimet500.






Рис. 6. Изменение временного сопротивления (*a*) и пластичности (б) при растяжении, а также микротвердости (*в*) в материале образцов при изменении содержания никелевых сплавов Udimet500 и Inconel625 в бронзовой матрице

#### 4. Заключение

Результаты проведенных экспериментальных работ по получению композиционных материалов с металлической матрицей на основе бронзы БрАМц9-2 и никелевых сплавов Udimet500 или Inconel625 показывают, что формирование структуры в них носит сложный и неоднородных характер. На формирование структуры образцов оказывает влияние как основной компонент сплава – никель, так и легирующие элементы – хром, кобальт, молибден и ниобий. Разичия в составе сплавов Udimet500 и Inconel 625 практически не влияют на пластичности, которая снижается с увеличением содержания упрочняющего компонента. Введение 5 % никелевых сплавов приводит к формированию материала с близкими значениями микротвердости. Дальнейшее увеличение концентрации никеля приводит к тому, что при введении сплава Inconel625 значения твердости поднимаются до 325 HV 0,05, в то время как при введении сплава Udimet500 они не превышают 240 HV 0,05. По-видимому, это обусловливает большее содержание молибдена и наличие ниобия в сплаве Inconel625. Влияние введения данных сплавов на значения предела прочности является неоднозначным. При содержании 5–15 % упроч-

Production of metal matrix composites based on aluminum-manganese bronze and nickel alloys by wire-feed electron-beam additive manufacturing / A. V. Chumaevskii, A. O. Panfilov, K. N. Kalashnikov, A. P. Zykova, T. A. Kalashnikova, A. V. Vorontsov, S. Yu. Nikonov, E. N. Moskvichev, V. M. Semenchuk, V. E. Rubtsov, and E. A. Kolubaev // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. – 2022. – Iss. 6. – P. 65–75. – DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.065-075.



няющего компонента прочность выше у композита с введением сплава Udimet500, а при 25 % наиболее прочным является материал с введением сплава Inconel 625.

## Благодарность

Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда, проект № 22-19-00578.

Исследования проводились с использованием оборудования Центра коллективного пользования ИФПМ СО РАН «НАНОТЕХ».

# Литература

1. Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties / T. DebRoy, H. L. Wei, J. S. Zuback, T. Mukherjee, J. W. Elmer, J. O. Milewski, A. M. Beese, A. Wilson-Heid, A. De, W. Zhang // Progress in Materials Science. – 2018. – Vol. 92. – P. 112–224. – DOI: 10.1016/j.pmatsci.2017.10.001.

2. Printability of alloys for additive manufacturing / T. Mukherjee, J. S. Zuback, A. De, T. DebRoy // Scientific Reports. – 2016. – Vol. 6. – P. 19717. – DOI: 10.1038/srep19717.

3. Ghanavati R., Naffakh-Moosavy H. Additive manufacturing of functionally graded metallic materials: A review of experimental and numerical studies // Journal of Materials Research and Technology. – 2021. – Vol. 13. – P. 1628–1664. – DOI: 10.1016/j.jmrt.2021.05.022.

4. Solidification behavior and microstructure of Ti-(37–52) at % Al alloys synthesized in situ via dual-wire electron beam freeform fabrication / Junqiang Xu, Qi Zhou, Jian Kong, Yong Peng, Guo Shun, Zhu Jun, and Jikang Fan // Additive Manufacturing. – 2020. – Vol. 46. – P. 102113. – DOI: 10.1016/J.ADDMA.2021.102113.

5. Mechanical properties of steel-copper polymetal manufactured by the wire-feed electronbeam additive technology / K. S. Osipovich, A. Chumaevskii, A. V. Gusarova, K. N. Kalashnikov, Evgeny A. Kolubaev // High Temperature Material Processes. – 2020. – Vol. 24. – P. 91–98. – DOI: 10.1615/HighTempMatProc.2020033790.

6. Fatigue characteristics of steels manufactured by selective laser melting / S. Afkhami, M. Dabiri, S. Alavi, T. Björk, A. Salminen // International Journal of Fatigue. – 2019. – Vol. 122. – P. 72–83. – DOI: 10.1016/J.IJFATIGUE.2018.12.029.

7. Characterization of Gradient CuAl-B4C Composites Additively Manufactured Using a Combination of Wire-Feed and Powder-Bed Electron Beam Deposition Methods / A. V. Filippov, E. S. Khoroshko, N. N. Shamarin, N. L. Savchenko, E. N. Moskvichev, V. R. Utyaganova, E. A. Kolubaev, A. Y. Smolin and S. Y. Tarasov // J. Alloys Compd. – 2021. – Vol. 859. – P. 157824. – DOI: 10.1016/j.jallcom.2020.157824.

8. A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti-6Al-4V / L. Thijs, F. Verhaeghe, T. Craeghs, J. Humbeeck, J. Kruth // Acta Materialia. – 2010. – Vol. 58 (9). – P. 3303–3312. – DOI: 10.1016/J.ACTAMAT.2010.02.004.

9. 3D printing of high-strength aluminium alloys / J. H. Martin, B. D. Yahata, J. M. Hundley, J. A. Mayer, T. A. Schaedler, T. M. Pollock // Nature. – 2017. – Vol. 549 (7672). – P. 365–369. – DOI: 10.1038/nature23894.

10. Study on the NiTi shape memory alloys in-situ synthesized by dual-wire-feed electron beam additive manufacturing / Ze Pu, Dong Du, Kaiming Wang, Guan Liu, Dongqi Zhang, Haoyu Zhang, Rui Xi, Xiebin Wang, Baohua Chang //Additive Manufacturing. – 2022. – Vol. 26. – P. 102886. – DOI: 10.1016/j.addma.2022.102886.

11. Production of Gradient Intermetallic Layers Based on Aluminum Alloy and Copper by Electron-beam Additive Technology / A. V. Chumaevskii, A. O. Panfilov, E. O. Knyazhev, A. P. Zykova, A. V. Gusarova, K. N. Kalashnikov, A. V. Vorontsov, N. L. Savchenko, S. Y. Nikonov, A. M. Cheremnov, V. E. Rubtsov, E. A. Kolubaev // Diagnostics, Resource and Me-



ISSN 2410-9908

chanics of materials and structures. – 2021. – P. 19-31. – DOI: 10.17804/2410-9908.2021.6.019-031. – URL: https://dream-journal.org/issues/2021-6/2021-6\_342.html

12. Structure Formation in Vanadium-Alloyed Chromium-Manganese Steel with a High Concentration of Interstitial Atoms C + N = 1.9 wt % during Electron-Beam Additive Manufacturing / E. G. Astafurova, S. V. Astafurov, K. A. Reunova, E. V. Melnikov, V. A. Moskvina, M. Yu. Panchenko, G. G. Maier, V. E. Rubtsov, E. A. Kolubaev // *Phys Mesomech*, 2022. – Vol. 25, No. 1. – P. 1–11.– DOI: 10.1134/S1029959922010015.

Production of metal matrix composites based on aluminum-manganese bronze and nickel alloys by wire-feed electron-beam additive manufacturing / A. V. Chumaevskii, A. O. Panfilov, K. N. Kalashnikov, A. P. Zykova, T. A. Kalashnikova, A. V. Vorontsov, S. Yu. Nikonov, E. N. Moskvichev, V. M. Semenchuk, V. E. Rubtsov, and E. A. Kolubaev // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. – 2022. – Iss. 6. – P. 65–75. – DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.065-075.



Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures Issue 6, 2022

ISSN 2410-9908

http://dream-journal.org

Received: 26.10.2022 Revised: 24.11.2022 Accepted: 23.12.2022 DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.076-085

## OBTAINING A STEEL-BASED METAL MATRIX COMPOSITE BY WIRE-FEED ADDITIVE ELECTRON BEAM MANUFACTURING WITH THE INTRODUCTION OF TUNGSTEN POWDER

A. V. Chumaevskii<sup>a),</sup> \*, N. N. Shamarin<sup>b)</sup>, A. O. Panfilov<sup>c)</sup>, A. P. Zykova<sup>d)</sup>, A. V. Filippov<sup>e)</sup>, E. N. Moskvichev<sup>f)</sup>, V. E. Rubtsov<sup>g)</sup>, and E. A. Kolubaev<sup>h)</sup>

Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, 2/4 Akademicheskiy Ave., Tomsk, 634055, Russia



\*Corresponding author. E-mail: tch7av@gmail.com Address for correspondence: pr. Akademicheskiy, 2/4, Tomsk, 634055, Russia Tel.: +7 (961) 891 4149

Wire-feed electron-beam additive technology is used to produce samples of a composite material based on the 40Cr9Si2 steel by additionally introducing tungsten powder during printing. Controlling the feed of wire and powder makes it possible to form composite structures in the surface layers of the samples while maintaining the sample bulks with high strength and plasticity. The content of tungsten in the surface layer increases smoothly. This has a positive effect on the structure of the samples and prevents cracking or delamination at the boundary between the base metal and the surface layer. The tensile strength of the layers decreases with the introduction of tungsten in comparison with the bulk of the sample. In this case, the surface layers are characterized by a multiple increase in wear resistance, especially at elevated test temperatures.

**Keywords:** electron-beam additive manufacturing, steel-tungsten composite, microstructure, mechanical properties, friction and wear.

## Acknowledgment

This work was carried out within the framework of a grant from the President of the Russian Federation for the state support of leading scientific schools, No. NSh-1174.2022.4, and the state assignment for the ISPMS SB RAS, subject number FWRW-2022-0004. The equipment of the Nanotekh shared research facilities, ISPMS SB RAS, was used for the research.

## References

1. Chumaevskii A.V., Panfilov A.O., Knyazhev E.O., Zykova A.P., Gusarova A.V., Kalashnikov K.N., Vorontsov A.V., Savchenko N.L., Nikonov S.Y., Cheremnov A.M., Rubtsov V.E., Kolubaev E.A. Production of Gradient Intermetallic Layers Based on Aluminum Alloy and Copper by Electron-beam Additive Technology. *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials* 



*and structures*, 2021, pp. 19–31. DOI: 10.17804/2410-9908.2021.6.019-031. Available at: https://dream-journal.org/issues/2021-6/2021-6\_342.html

2. Pu Ze, Dong Du, Wang Kaiming, Liu Guan, Zhang Dongqi, Zhang Haoyu, Xi Rui, Wang Xiebin, Chang Baohua. Study on the NiTi shape memory alloys in-situ synthesized by dual-wire-feed electron beam additive manufacturing. *Additive Manufacturing*, 2022, vol. 26, pp. 102886. DOI: 10.1016/j.addma.2022.102886.

3. Osipovich K.S., Chumaevskii A., Gusarova A.V., Kalashnikov K.N., Kolubaev Evgeny A. Mechanical properties of steel-copper polymetal manufactured by the wire-feed electron-beam additive technology. *High Temperature Material Processes*, 2020, vol. 24, pp. 91–98. DOI: 10.1615/HighTempMatProc.2020033790.

4. Zykova A., Chumaevskii A., Vorontsov A., Kalashnikov K., Gurianov D., Gusarova A., Kolubaev E.A. Evolution of microstructure and properties of Fe-Cu, manufactured by electron beam additive manufacturing with subsequent friction stir processing. *Materials Letters*, 2022, vol. 307, pp. 131023. DOI: 10.1016/j.matlet.2021.131023.

5. Martin J.H., Yahata B.D., Hundley J.M., Mayer J.A., Schaedler T.A., Pollock T.M. 3D printing of high-strength aluminium alloys. *Nature*, 2017, vol. 549 (7672), pp. 365–369. DOI: 10.1038/nature23894.

6. Ghanavati R., Naffakh-Moosavy H. Additive manufacturing of functionally graded metallic materials: A review of experimental and numerical studies. *Journal of Materials Research and Technology*, 2021, vol. 13, pp. 1628–1664. DOI: 10.1016/j.jmrt.2021.05.022.

7. Panfilov A.O., Knyazhev E.O., Kalashnikova T.A., Kalashnikov K.N., Chumaevskii A.V., and Nikonov S.Yu. Manufacturing of Cu-Ni and Fe-Cu-Ni polymetallic materials by the electronbeam additive technology. *AIP Conference Proceedings*, 2020, vol. 2310, pp. 020242. DOI: 10.1063/5.0034751.

8. Xu J., Zhou Q., Kong J., Peng Yong, Shun Guo, Jun Zhu, Fan Jikang. Solidification behavior and microstructure of Ti-(37–52) at% Al alloys synthesized in situ via dual-wire electron beam freeform fabrication. *Additive Manufacturing*, 2020, vol. 46, pp. 102113. DOI: 10.1016/J.ADDMA.2021.102113.

9. Astafurova E.G., Astafurov S.V., Reunova K.A., Melnikov E.V., Moskvina V.A., Panchenko M.Yu., Maier G.G., Rubtsov V.E., Kolubaev E.A. Structure Formation in Vanadium-Alloyed Chromium-Manganese Steel with a High Concentration of Interstitial Atoms C + N = 1.9 wt % during Electron-Beam Additive Manufacturing. *Phys Mesomech*, 2022, vol. 25, pp. 1–11. DOI: 10.1134/S1029959922010015.

10. Filippov A.V., Khoroshko E.S., Shamarin N.N., Savchenko N.L., Moskvichev E.N., Utyaganova V.R., Kolubaev E.A., Smolin A.Y., Tarasov S.Y. Characterization of gradient CuAl–B4C composites additively manufactured using a combination of wire-feed and powder-bed electron beam deposition methods. *Journal of Alloys and Compounds*, 202, vol. 859, pp. 157824. DOI: 10.1016/j.jallcom.2020.157824.



Подана в журнал: 26.10.2022 УДК 539.25:621.791.14:620.186.12:620.17 DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.076-085

# ПОЛУЧЕНИЕ КОМПОЗИЦИОННОГО МАТЕРИАЛА НА ОСНОВЕ СТАЛИ МЕТОДОМ ПРОВОЛОЧНОЙ АДДИТИВНОЙ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ ТЕХНОЛОГИИ С ВВЕДЕНИЕМ ПОРОШКА ВОЛЬФРАМА

А. В. Чумаевский<sup>а), \*</sup>, Н. Н. Шамарин<sup>6)</sup>, А. О. Панфилов<sup>в)</sup>, А. П. Зыкова<sup>г)</sup>, А. В. Филиппов<sup>д)</sup>, Е. Н. Москвичев<sup>е)</sup>, В. Е. Рубцов<sup>ж)</sup>, Е. А. Колубаев<sup>3)</sup>

Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук, пр. Академический 2/4, г. Томск, 634055, Российская Федерация



\*Ответственный автор. Электронная почта: tch7av@gmail.com Адрес для переписки: пр. Академический, 2/4, г. Томск, Российская Федерация Тел.: +7(961)891–41–49

Методом проволочной электронно-лучевой аддитивной технологии были получены образцы композиционного материала на основе стали 40Х9С2 посредством дополнительного введения при печати порошка вольфрама. Управление подачей проволоки и порошка позволило сформировать композитные структуры в поверхностных слоях образцов с сохранением основного объема с высокой прочностью и пластичностью. Содержание вольфрама в поверхностном слое увеличивается плавно, что положительно влияет на структуру образцов и препятствует образованию трещин или расслоений на границе основного металла и поверхностного слоя. Временное сопротивление при растяжении слоев с введением вольфрама снижается по сравнению с основным объемом образца. При этом, для поверхностных слоев характерно многократное увеличение износостойкости, особенно при повышенных температурах испытания.

Ключевые слова: электронно-лучевое аддитивное производство, композит «сталь-вольфрам», микроструктура, механические свойства, трение и износ.

## 1. Введение

Современные разработки в области получения образцов из металлов и сплавов с использованием аддитивных технологий позволяют получать изделия с различными свойствами основного объема и поверхностных слоев [1, 2]. При этом, возможно получение деталей с повышенными коррозионными свойствами поверхностного слоя [3], увеличенной износостойкостью [4], прочностью [5] или с организацией в объеме изделия различного по величине и протяженности структурного градиента [6, 7]. Для получения изделий трибологического назначения в промышленном производстве широко применяются различные бронзы, композиционные материалы и стали. Одной из значимых областей промышленного применения изделий из металлов и сплавов является из-



Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures Issue 6, 2022

http://dream-journal.org

ISSN 2410-9908

готовление подшипников скольжения, работающих в условиях высокотемпературного или высокоскоростного трения. При трении в условиях повышенных температур существенное значение имеет как выбор материала поверхности детали, так и выбор основного объема, который должен иметь относительно высокие механические свойства при повышенных температурах. Поэтому различные применяемые для трибосопряжений материалы не подходят для таких условий, так как при температурах до 300 °С многие материалы испытывают существенное разупрочнение. В то же время и свойства поверхностных слоев имеют особенное значение в данном случае, так как большинство металлов при высоких температурах испытывают схватывание при трении в отсутствие смазочного слоя. К наиболее подходящим материалам для изготовления деталей трибосопряжений, работающих при повышенных температурах, относятся жаропрочные стали (на сталь 40Х9С2). Такие стали могут сохранять высокие значения механических свойств при температурах до 400-600 °С. Но трибологические свойства данных сталей при повышенных температурах не настолько высокие и требуют улучшения для стабильной работы. Для повышения износостойкости сталей при высоких температурах хорошо подходит их легирование молибденом или вольфрамом – достаточно дорогостоящими металлами. Насыщение поверхности изделия данными элементами с использованием аддитивных технологий может способствовать как получению износостойкого поверхностного слоя, так и рациональному расходованию ресурсов. Достаточно экономичной технологией 3D-печати является высокопроизводительная проволочная электронно-лучевая технология [8, 9]. Она интенсивно развивается в настоящее время и может применяться в сочетании с использованием порошков для получения износостойких поверхностных слоев на основе различных металлов и сплавов [10]. По этой причине в работе были получены износостойкие поверхностные слои на основе стали 40Х9С2 с введением при печати порошка вольфрама.

#### 2. Материалы и методы

Получение композитов с металлической матрицей производили на экспериментальном оборудовании в Институте физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук (ИФПМ СО РАН). Печать осуществляли по схеме, приведенной на рис. 1. Образцы 1 с композитной структурой получали путем плавления металла в ванне расплава 2 и его послойного нанесения. Подачу стали осуществляли в виде проволоки 3, а введение вольфрама – в виде порошка 4 послойно, таким образом, чтобы сталь наносилась поверх порошка, и производили перемешивание в ванне расплава. Источником энергии являлся электронный пучок 5, который вводили в зону печати через систему магнитной фокусировки 6 и генерировали электронной пушкой 7. После получения экспериментальных образцов с использованием электроэрозионной резки следовало получение образцов для механических испытаний композиционного материала 8 и основного металла 9, а также образцов для исследования трибологических свойств 10 и 11. При печати для одновременного оплавления предыдущего слоя и плавления порошка и проволоки использовали развертку пучка в виде эллипса. Ускоряющее напряжение составляло 30 кВ, ток пучка при печати композита – 45 мА. Порошок вольфрама вводили в поверхностные слои таким образом, чтобы его содержание в них составляло 6,5-8,5 вес.%. При печати проводили дополнительное перемешивание порошка в стали за счет повторного проплавления каждого слоя сканированием поверхности электронным пучком.

Трибологические испытания на возвратно-поступательное трение производили на трибометре Tribotechnic. Нагрузка при испытании составляла 12 H, скорость скольжения 10 мм/с. В качестве контртела использовали шарик из стали ШХ15 диаметром 5 мм. Продолжительность испытания составляла 60 мин. Величину износа определяли по поперечному



ISSN 2410-9908

сечению дорожки трения. Исследование макро- и микроструктуры проводили методом оптической микроскопии на металлографических микроскопах Altami MET 1C и Olympus LEXT 4100. Структурные исследования, совмещенные с анализом химического состава, производили на растровом электронном микроскопе Thermo Fisher Scientific Apreo S LoVac. Измерение микротвердости проводили методом Виккерса на микротвердомере AFFRI DM8 по всей толщине образца. Механические испытания на статическое растяжение проводили на испытательной машине УTC-110M-100-1У.



Рис. 1. Схема получения композиционного материала с металлической матрицей на основе стали с введением порошка вольфрама

#### 3. Результаты с обсуждение

Макроструктура после печати образцов с модифицированным поверхностным слоем представлена типичным строением с ярко выраженным очертанием ванн расплава на каждом слое (рис. 2 *a*). Четко разделяется зона основного металла *1*, напечатанного без введения порошка, и зона композиционного материала поверхностного слоя 2. Дефектов в виде пор, трещин или расслоений, характерных для печати образцов с неоптимальным сочетанием параметров процесса, не наблюдается. Внутренняя структура композитного слоя представлена дендритным строением (рис. 2  $\delta$ ), характерным для большинства напечатанных методом электронно-лучевой печати материалов. Она состоит из дендритов стали *3* с обособленными междендритными областями *4*. Крупных агломератов порошков вольфрама или больших частиц не выявлено, что свидетельствует о хорошем взаимном сплавлении наносимого материала в виде порошка и проволоки.



Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures Issue 6, 2022

ISSN 2410-9908



Рис. 2. Макроструктура образца полученного композита (*a*) и увеличенное изображение структуры поверхностного слоя (*б*): *1* – основной объем материала образца; *2* – поверхностный слой, упрочненный вольфрамом; *3* – дендриты стали; *4* – междендритные области



Рис. 3. Макроскопическое растровое электронное изображение (*a*) и увеличенное изображение (б) поверхностных слоев композиционного материала: 1 – дендриты стали; 2 – частицы вольфрама; 3 – области, обогащенные вольфрамом; 4 – междендритные области с мелкодисперсными частицами вольфрама; 5 – слои вольфрама по границам дендритов

Результаты исследований с применением растровой электронной микроскопии в режиме BSE (back scattered electrons, детектор обратно-рассеянных электронов) показывают, что распределение вольфрама в поверхностных слоях достаточно неравномерно и в разной степени представлено внутри дендритов стали и между ними (рис. 3 *a*). Большая объемная доля крупных частиц вольфрама или областей им обогащенных приходится на внутреннюю часть осей дендритов, в то время как между дендритами области обеднены вольфрамом.



Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures Issue 6, 2022

http://dream-journal.org

ISSN 2410-9908

Растровые электронные изображения при большем увеличении, совместно с энергодисперсионным анализом позволяют установить, что объем материала разделяется на несколько характерных областей (рис.  $3 \ doldsymbol{6}$ ). Внутренний объем осей дендритов преимущественно состоит из зон с небольшим содержанием вольфрама 1. Ближе к центру осей содержатся частицы вольфрама 2 и области, насыщенные вольфрамом 3. Междендритные области хотя и не выявляют крупных областей с повышенным содержанием вольфрама, но при этом содержат большое количество мелких частиц 4. На границах осей дендритов и междендритных зон можно выделить образование небольших прослоек с высоким содержанием вольфрама 5.

Исследование распределения химических элементов с картированием состава, полученным в процессе исследований на растровом электронном микроскопе, показывает, что имеется также ряд закономерностей в распределении легирующих элементов стали и вводимого вольфрама (рис. 4). Относительно равномерное распределение характерно только для железа (рис. 4  $\delta$ ). При этом локализация областей, обогащенных хромом, кремнием и вольфрамом, достаточно близка и соответствует, как было описано ранее, центральным областям осей дендритов (рис. 3 и 4 e-d).







Рис. 4. Растровое электронное изображение (*a*) и карты распределения химических элементов на участке поверхностного слоя (*б*–*д*)

Количественный анализ распределения химических элементов в поверхностном слое показывает, что в поверхностном слое содержание вольфрама колеблется от 7 % до 8,5 %, в среднем составляя порядка 7 % в слое толщиной 1 мм (рис. 5 a). На удалении 0,5 мм от данного слоя содержание вольфрама составляет порядка 5 %, после чего оно плавно убывает



ISSN 2410-9908

http://dream-journal.org

и на расстоянии 2,0 мм от поверхности образца его содержание становится равно 0. Содержание железа и хрома в поверхностном слое ожидаемо убывает за счет внедрения вольфрама, а содержание кремния находится практически на одном уровне с основным объемом напечатанного образца.



Рис. 5. Диаграммы испытания на растяжение (*a*), графики изменения химического состава поверхностного слоя вдоль линии, приведенной на рис. 2 *a* (*б*), и изменения величины износа в материале образцов композиционного материала при введении порошковых частиц вольфрама в поверхностный слой и основного металла при трении в условиях различной температуры (*в*)

Структурные изменения в поверхностном слое влияют на механические и трибологические свойства образцов как положительно, так и отрицательно. Испытания на растяжение образцов вдоль нанесения слоев показывают, что среднее значение временного сопротивления снижаются с 935 МПа в основном объеме образца до 602 МПа в поверхностном слое. Такой эффект связан с образованием неоднородностей в распределении вольфрама в объеме образца, что приводит к разрушению композитных слоев практически без пластической деформации (рис. 5 *a*). Снижение прочности более чем в 1,5 раза происходит одновременно с увеличением твердости поверхностных слоев (рис. 5,  $\delta$ ), что положительно влияет на трибологические свойства материала (рис. 5 *в*).

Проведенные испытания на возвратно-поступательное трение показывают, что величина износа материала снижается с 1020 мкм<sup>2</sup> для основного металла до 84 мкм<sup>2</sup> в поверхностном слое при трении в условиях комнатной температуры (рис. 5, *в*).

При увеличении температуры испытания до 100 °C величина износа образцов увеличивается незначительно в обоих случаях. Повышение температуры до 200 °C приводит к равномерному увеличению величины износа для образцов основного металла и поверхностного слоя. Дальнейшее увеличение температуры испытания приводит к резкому увеличению износа образцов основного металла, но не приводит к его увеличению для материала поверхностного слоя (рис. 5  $\delta$ ). Таким образом, при достижении температуры испытания 200 °C величина износа композита стабилизируется, а материал основного металла все больше снижает износостойкость. По этой причине снижение прочности поверхностных слоев является приемлемым, так как основной объем материала образца при этом не разупрочняется, а поверхность образца приобретает многократно большую износостойкость при комнатной температуре (12,1 раза) и при повышенной до 100 (5,4 раза), 200 (2,8 раза) и 300

(4,3 раза) градусов.

## 4. Заключение

Результаты проведенных исследований показывают, что введение вольфрама при печати образцов композитов на основе стали, получаемых методом аддитивной электроннолучевой проволочной технологии, перспективно для изготовления деталей с сохранением прочности и пластичности основного объема и увеличением износостойкости поверхностного слоя. Модификация структуры вольфрамом приводит к образованию хотя и типичной структуры для аддитивно-полученных образцов в виде вытянутых в направлении отвода тепла дендритов, но с достаточно неоднородным распределением упрочняющих частиц внутри осей дендритов и по их границам. Вольфрам в основном присутствует в виде частиц внутри осей дендритов, по краям осей в виде тонких прослоек, формирует мелкодисперсные частицы в междендритных областях и образует области с повышенным содержанием вольфрама, хрома и кремния без образования частиц в осях дендритов. Содержание вольфрама плавно убывает от поверхностного слоя – к внутреннему объему образца, благодаря чему не образуется трещин или отслоений при остывании материала. Механические свойства образцов

в поверхностных слоях снижаются, но износостойкость их значительно повышается в 2,8–12,1 раза по сравнению с основным металлом при различных температурах испытания.

## Благодарность

Исследования проводились с использованием Центра коллективного пользования ИФПМ СО РАН «НАНОТЕХ».

Работа выполнена в рамках гранта Президента Российской Федерации для государственной поддержки ведущих научных школ НШ-1174.2022.4 и государственного задания ИФПМ СО РАН, тема номер FWRW-2022-0004.

## Литература

1. Production of Gradient Intermetallic Layers Based on Aluminum Alloy and Copper by Electron-beam Additive Technology / A. V. Chumaevskii, A. O. Panfilov, E. O. Knyazhev, A. P. Zykova, A. V. Gusarova, K. N. Kalashnikov, A. V. Vorontsov, N. L. Savchenko, S. Y. Nikonov, A. M. Cheremnov, V. E. Rubtsov, E. A. Kolubaev // Diagnostics, Resource and





Mechanics of materials and structures. – 2021. – P. 19–31. – DOI: 10.17804/2410-9908.2021.6.019-031. – URL: https://dream-journal.org/issues/2021-6/2021-6\_342.html

2. Study on the NiTi shape memory alloys in-situ synthesized by dual-wire-feed electron beam additive manufacturing / Ze Pu, Dong Du, Kaiming Wang, Guan Liu, Dongqi Zhang, Haoyu Zhang, Rui Xi, Xiebin Wang, Baohua Chang // Additive Manufacturing. – 2022. – Vol. 26. – P. 102886. – DOI: 10.1016/j.addma.2022.102886.

3. Mechanical properties of steel-copper polymetal manufactured by the wire-feed electronbeam additive technology / K. S. Osipovich, A. Chumaevskii, A. V. Gusarova, K. N. Kalashnikov, Evgeny A. Kolubaev // High Temperature Material Processes. – 2020. – Vol. 24. – P. 91–98. – DOI: 10.1615/HighTempMatProc.2020033790.

4. Evolution of microstructure and properties of Fe-Cu, manufactured by electron beam additive manufacturing with subsequent friction stir processing / A. Zykova, A. Chumaevskii, A. Vorontsov, K. Kalashnikov, D. Gurianov, A. Gusarova, E. Kolubaev // Materials Letters. – 2022. – Vol. 307. – P. 131023. – DOI: 10.1016/j.matlet. 2021.131023.

5. 3D printing of high-strength aluminium alloys / J. H. Martin, B. D. Yahata, J. M. Hundley, J. A. Mayer, T. A. Schaedler, T. M. Pollock // Nature. – 2017. – Vol. 549 (7672). – P. 365–369. – DOI: 10.1038/nature23894.

6. Ghanavati R., Naffakh-Moosavy H. Additive manufacturing of functionally graded metallic materials: A review of experimental and numerical studies // Journal of Materials Research and Technology. – 2021. – Vol. 13. – P. 1628–1664. – DOI: 10.1016/j.jmrt.2021.05.022.

7. Manufacturing of Cu-Ni and Fe-Cu-Ni polymetallic materials by the electron-beam additive technology / A. O. Panfilov, E. O. Knyazhev, T. A. Kalashnikova, K. N. Kalashnikov, A. V. Chumaevskii, and S. Yu. Nikonov // AIP Conference Proceedings. – 2020. – Vol. 2310. – P. 020242. – DOI: 10.1063/5.0034751.

8. Solidification behavior and microstructure of Ti-(37–52) at% Al alloys synthesized in situ via dual-wire electron beam freeform fabrication / Junqiang Xu, Qi Zhou, Jian Kong, Yong Peng, Guo Shun, Zhu Jun, and Jikang Fan // Additive Manufacturing. – 2020. – Vol. 46. – P. 102113. – DOI: 10.1016/J.ADDMA.2021.102113.

9. Structure Formation in Vanadium-Alloyed Chromium-Manganese Steel with a High Concentration of Interstitial Atoms C+N=1.9 wt % during Electron-Beam Additive Manufacturing / E. G. Astafurova, S. V. Astafurov, K. A. Reunova, E. V. Melnikov, V. A. Moskvina, M. Yu. Panchenko, G. G. Maier, V. E. Rubtsov, E. A. Kolubaev // *Phys Mesomech*, 2022, vol. 25, pp. 1–11. DOI: 10.1134/S1029959922010015.

10. Characterization of Gradient CuAl-B4C Composites Additively Manufactured Using a Combination of Wire-Feed and Powder-Bed Electron Beam Deposition Methods / A. V. Filippov, E. S. Khoroshko, N. N. Shamarin, N. L. Savchenko, E. N. Moskvichev, V. R. Utyaganova, E. A. Kolubaev, A. Y. Smolin and S. Y. Tarasov // J. Alloys Compd. – 2021. – 859. – P. 157824. – DOI: 10.1016/j.jallcom.2020.157824.



Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures Issue 6, 2022

ISSN 2410-9908

Received: 27.10.2022 Revised: 02.12.2022 Accepted: 23.12.2022 DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.086-094

http://dream-journal.org

# PHONON INSTABILITIES IN A METAL ON THE BAIN FCC–BCC TRANSFORMATION PATH

A. R. Kuznetsov<sup>a), \*</sup>, S. A. Starikov<sup>b)</sup>, and V. V. Sagaradze<sup>c)</sup>

M. N. Mikheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 18 S. Kovalevskoy St., Ekaterinburg, 620137, Russia

a) b https://orcid.org/0000-0002-4490-0727 a kuznetsov@imp.uran.ru; b) starikov@imp.uran.ru; c) b https://orcid.org/0000-0002-6426-3382 vsagaradze@imp.uran.ru

\*Corresponding author. E-mail: a\_kuznetsov@imp.uran.ru Address for correspondence: ul. S. Kovalevskoy, 18, Ekaterinburg, 620108, Russia Tel.: +7 (343) 374 4214; Fax: +7 (343) 374 5244

In this paper, the energy of the Bain path in Al and the instability of phonons during uniaxial compression deformation along <001> are studied ab initio. It is shown that, at a strain of about 15%, dynamic loss of structure stability is observed due to short-wavelength phonons, which thus determine the theoretical strength of Al. Deformation causes shifts along the {111} planes of the initial fcc cell, leading to the formation of stacking faults. A similar formation of stacking faults was observed in [1] in the framework of simulation of compression along the <001> Ni<sub>3</sub>Al nanoparticle (L1<sub>2</sub> superstructure based on the fcc structure). The results obtained can be applied to situations in the experiment, when small defect-free regions are deformed, for example, as in nanostructured materials and during nanoindentation.

Keywords: first-principle calculation, Bain deformation, phonon spectrum, structure stability.

# Acknowledgment

The work was performed under the state assignment from the Russian Ministry of Education and Science, theme Structure, No. 122021000033-2. The calculations were made with the use of the Uran supercomputer, IMM UB RAS.

## References

1. Kuznetsov A.R., Starikov S.A., Sagaradze V.V., Karkina L.E. Deformation-induced dissolution of Ni3Al particles in nickel: Atomistic simulation. *Physics of Metals and Metallography*, 2019, vol. 120, No. 12, pp. 1286–1291. DOI: 10.1134/S0031918X19120093.

2. Bain E.C. The Nature of Martensite. *Trans. AIME*, 1924, vol. 70, pp. 25–35.

3. Okatov S.V., Kuznetsov A.R., Gornostyrev Yu.N., Urtsev V.N., Katsnelson M.I. Effect of magnetic state on the  $\alpha$ - $\gamma$  transition in iron: First-principles calculations of the Bain transformation path. *Physical Review B*, 2009, vol. 79, No. 9, pp. 094111–094115. DOI: 10.1103/RevModPhys.84.945.

4. Grimvall G., Magyari-Kope B., Ozolins V., Persson K.A. Lattice instabilities in metallic elements. *Review Modern Physics*, 2012, vol. 84, No. 3, pp. 945–986. DOI: 10.1103/PhysRevB.79.094111.

5. Clatterbuck D.M., Krenn C.R., Marvin L. Cohen, Morris J.W., Jr. Phonon instabilities and the ideal strength of aluminum. *Physical Review Letters*, 2003, vol. 91, No. 13, pp. 135501–135504. DOI: 10.1103/PhyaRevLett.91.135501.



6. Pokluda J., Cern M., Sandera P., Sob M. Calculations of theoretical strength: State of the art and history. *Journal of Computer-Aided Materials Design*, 2004, vol. 11, pp. 1–28. DOI: 10.1007/s10820-004-4567-2.

7. Pokluda J., Cerny M., Sob M., Umeno Y. Ab initio calculations of mechanical properties: Methods and applications. *Progress in Materials Science*, 2015, vol. 73, pp. 127–158. DOI: 10.1016/j.pmatsci.2015.04001.

8. Li Ju., Yip S. Atomistic Measures of Materials Strength. *Comput. Model. Eng. Sci.*, 2002, vol. 3, pp. 219. DOI: 10.3970/cmes.2002.003.219.

9. Gouldstone A., Koh H.J., Zeng K.Y., Giannakopoulos A.E., Suresh S. Discrete and continuous deformation during nanoindentation of thin films. *Acta Materialia*, 2000, vol. 48, No. 9, pp. 2277–2295. DOI: 10.1016/S1359-6454(00)00009-4.

10. De la Fuente O.R., Zimmerman J.A., Gonzales M.A., De la Figuera J., Hamilton J.C., Pai W.W., Rojo J.M. Dislocation emission around nanoindentations on a (001) fcc metal surface studied by scanning tunneling microscopy and atomic simulation. *Physical Review Letters*, 2002, vol. 88, No. 3, pp. 036101–036104. DOI: 10.1103/PhysRevLett.88.036101.

11. L.L. Chang, K. Plog, eds. *Molecular Beam Epitaxy and Heterostructures*, Dordrecht, Boston, Lancaster, Martinus Nijhoff Publishers, 1985, 700 p. ISBN-13: 978-94-010-8744-5. DOI: 10.1007/978-94-009-5073-3.

12. Kimminau G., Erhart P., Bringa E.M., Remington B., Wark J.S. Phonon instabilities in uniaxially compressed fcc metals as seen in molecular dynamics simulations. *Physical Review B*, 2010, vol. 81, pp. 092102. DOI: 10.1103/PhysRevB.81.092102.

13. Stedman R., Nilsson G. Dispersion Relations for Phonons in Aluminum at 80 and 300 K. *Physical Review*, 1966, vol. 145, No. 2, pp. 492–500. DOI: 10.1103/PhysRev.145.492.

14. Alippi P., Marcus P.M., Scheffler M. Strained tetragonal states and Bain paths in metals. *Physical Review Letters*, 1997, vol. 78, No. 20, pp. 3892–3895. DOI: 10.1103/PhysRevLett.78.3892.

15. Marcus P.M., Qiu S.L. Equilibrium lines and crystal phases under pressure. *Journal of Physics: Condensed Matter.*, 2009, vol. 21, pp. 125404–125408. DOI: 10.1088/0953-8984/21/12/125404.



Подана в журнал: 27.10.2022 УДК 538.913:534-16 DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.086-094

http://dream-journal.org

# НЕСТАБИЛЬНОСТИ ФОНОНОВ В МЕТАЛЛЕ НА БЕЙНОВСКОМ ПУТИ ГЦК-ОЦК ПРЕВРАЩЕНИЯ

А. Р. Кузнецов<sup>а), \*</sup>, С. А. Стариков<sup>б),</sup>, В. В. Сагарадзе<sup>в)</sup>

Институт физики металлов имени М. Н. Михеева УрО РАН, ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620137, Россия

<sup>a)</sup> <sup>(i)</sup> https://orcid.org/0000-0002-4490-0727 <sup>(i)</sup> a\_kuznetsov@imp.uran.ru; <sup>b)</sup> <sup>(i)</sup> starikov@imp.uran.ru;

c) D https://orcid.org/0000-0002-6426-3382 🙆 vsagaradze@imp.uran.ru

\*Ответственный автор. Электронная почта: a\_kuznetsov@imp.uran.ru Адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620108, Россия Тел.: +7 (343) 374-42-14; факс: +7 (343) 374-52-44

В работе ab initio методом изучена энергетика бейновского пути в Al и нестабильности фононов в ходе одноосной деформации сжатия вдоль оси <001>. Показано, что при деформации около 15% наблюдается динамическая потеря устойчивости структуры за счет коротковолновых фононов, определяющих таким образом теоретическую прочность Al. При деформации происходят сдвиги по плоскости {111} исходной ГЦК-ячейки, приводя к образованию дефектов упаковки. Аналогичное образование дефектов упаковки наблюдалось в [1] в рамках моделирования сжатия вдоль <001> наночастицы Ni<sub>3</sub>Al (сверхструктура L1<sub>2</sub> на основе ГЦК-структуры). Полученные результаты могут относиться к ситуациям в эксперименте, когда деформируются малые, свободные от дефектов области, например, как в наноструктурированных материалах, при наноиндентировании.

Ключевые слова: первопринципный расчет, бейновская деформация, фононный спектр, стабильность структуры.

## 1. Введение

Схема Бейна, т. е. схема превращения гранецентрированного кубического кристалла в объемно-центрированный кубический (ГЦК–ОЦК) в ГЦК-металле (тетрагональная деформация сжатием вдоль оси <001>), позволяет найти энергетику превращения и определить стабильность кристаллической структуры [2–4]. Идеальная (теоретическая) прочность материала характеризуется напряжением, при котором совершенный кристалл становится механически нестабильным [5–7], и определяет верхнюю границу напряжения, которое материал может выдержать без разрушения. Стабильность требует, чтобы энергии фононов были положительными для всех волновых векторов в зоне Бриллюэна [8]. Амплитуда понижающего энергию кристалла фонона будет расти до тех пор, пока структура не перейдет в новое стабильное состояние.

Теоретическая прочность (ТП) относится к ситуациям в эксперименте, когда деформируются малые, свободные от дефектов области, например, как при наноиндентировании. Так, ТП играет решающую роль в фундаментальной теории разрушения. Она контролирует как начало разрушения, так и зарождение дислокаций в свободных от дефектов тонких пленках, а также в наноструктурированных материалах. Это подтверждено, в частности, в экспериментах и расчетах наноиндентирования [7, 9, 10], в которых показано, что начало текучести на наноуровне контролируется гомогенным зарождением дислокаций в малом, свободном от дислокаций объеме под наноиндентором, где напряжения достигают ТП. Возможна

Kuznetsov A. R., Starikov S. A., and Sagaradze V. V. Phonon instabilities in a metal on the bain FCC–BCC transformation path // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. – 2022. – Iss. 6. – P. 86-94. – DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.086-094



ISSN 2410-9908

Аb initio расчеты электронной структуры позволяют изучать фазы с любой кристаллической структурой, что существенно расширяет возможности исследования. Проблема нестабильности фононов при деформации рассмотрена в ряде обзоров [4, 6, 7]. В [5] показано, что нестабильности фононов возникают в ab initio расчетах Al при одноосном растяжении и сдвиге; также показано, что для данного простого металла и данного типа деформации TП ограничена нестабильностью коротковолновых фононов. В [8] обсуждаются мягкие фононные моды, приводящие к дефектам при гидростатическом напряжении. В [12] приведены результаты для Cu, полученные методом классической молекулярной динамики. Авторы этой работы показали, что генерация дефектов при низкой температуре и одноосном сжатии может быть описана в терминах мягких нестабильных фононных мод.

## 2. Постановка задачи и методы решения

В данной статье ab initio методом изучены энергетика бейновского пути превращения при одноосном сжатии ГЦК-металла (Al) и нестабильности фононов на этом пути.

Первопринципные расчеты упругих постоянных и фононных спектров Al проведены с использованием пакета программ для расчета электронной структуры псевдопотенциальным методом плоских волн и моделирования материалов Quantum ESPRESSO (https://www.quantum-espresso.org). Использованы два апробированных псевдопотенциала из данного пакета: с сохранением нормы (Al.pz-rrkj.UPF) и ультрамягкий (Al.pbe-nrrkjus\_psl.1.0.0.UPF). Фононные частоты рассчитаны с использованием теории возмущений функционала плотности. Фононные частоты как функция деформации рассчитаны (без интерполяции) с использованием  $20 \times 20 \times 20$  Monkhorst-Pack сетки *k*-точек для получения частот с высокой точностью (следуя работе [5]).

## 3. Результаты и их обсуждение

В таблице приведены результаты реперных расчетов, использованных для проверки качества псевдопотенциалов. Видно, что оба псевдопотенциала удовлетворительно описывают эксперимент приблизительно с одинаковой точностью, характерной для расчетов в рамках теории функционала плотности.

Таблица

|                  | Расчет<br>(Al.pz-rrkj.UPF) | Расчет<br>(Al.pbe-n-rrkjus_psl.1.0.0.UPF) | Эксперимент (4 К) [13] |
|------------------|----------------------------|---|------------------------|
| $a_0, A$         | 3,97                       | 4,04                                      | 4,02                   |
| <i>с</i> ', ГПа  | 29,0                       | 22,3                                      | 26,2                   |
| <i>c</i> 44, ГПа | 44,1                       | 35,9                                      | 31,6                   |
| <i>B</i> , ГПа   | 84,0                       | 83,7                                      | 79,4                   |

## Результаты реперных расчетов параметра решетки ао и модулей упругости с', с44, В

Рассчитанный фононный спектр равновесной ГЦК-структуры A1 хорошо согласуется с экспериментальными данными [13] (рис. 1). Псевдопотенциал A1.pbe-n-rrkjus\_psl.1.0.0.UPF приблизительно так же хорошо описывает эти экспериментальные данные.

На рис. 2 приведены зависимости энергии и параметра решетки от отношения параметров решетки c/a деформированного тетрагонального кристалла, где c – тетрагональный параметр. Видно, что совпадение результатов для обоих псевдопотенциалов удовлетворительное. Для каждой величины c/a проводилась полная релаксация объема для нахождения его равновесной величины. Наблюдаются стабильное состояние при c/a = 1,414 (ГЦК)



ISSN 2410-9908

и метастабильное – при c/a = 0,8 (ОЦК). При c/a приблизительно в диапазоне 0,9...1,1 энергия деформации сжатия исходного ГЦК-металла не является положительно определенной величиной, т. е. состояния в этом диапазоне внутренне нестабильны по отношению к тетрагональной деформации [14]. Части бейновского пути слева и справа от указанного диапазона значений c/a определяют деформированные состояния, которые могут быть получены путем псевдоморфной эпитаксии стабильной фазы на субстратах, сохраняющих тетрагональную структуру. Данные результаты удовлетворительно совпадают с результатами ab initio расчетов бейновского пути в Al [15], несмотря на то, что в указанной работе расчеты проводились при постоянном объеме.



Рис. 1. Фононный спектр Al, измеренный экспериментально [13] при 80 К (символы) и рассчитанный с использованием псевдопотенциала Al.pz-rrkj.UPF. Напрвления в ГЦК-ячейке: ГХ – <00q>; ГК – <0qq>; ГL – <qqq>

На рис. 3 приведена ветвь фононного спектра в зависимости от деформации вдоль направления волнового вектора  $q = \langle x 0 \rangle x$ , соответствующая поперечной поляризации, которая в первую очередь становится нестабильной (рассчитана с использованием псевдопотенциала Al.pz-rrkj.UPF). Результат анализа фононного спектра вдоль различных направлений показал, что фононы вдоль данного направления размягчаются при данной деформации в первую очередь. Видно, что при c/a = 1,21 (инженерная деформация e = 0,14) вся ветвь спектра идет существенно ниже исходной ветви при c/a = 1,414, соответствующей ГЦК-структуре. При c/a = 1,20 (e = 0,15) наблюдается динамическая потеря устойчивости структуры за счет коротковолновых фононов с q  $\approx <0,4$  0 0,4> в ОЦТ-решетке (удобной при рассмотрении бейновской деформации), частоты которых становятся мнимыми (на графике отображаются как отрицательные). Таким образом, фононные нестабильности возникают в точках, удаленных от центра зоны Бриллюэна, до того, как материал станет нестабильным в соответствии с критериями упругой устойчивости [4]. В результате идеальная прочность металла при данном характере деформации определяется нестабильностью коротковолновых акустических фононов. Далее, при  $c/a \le 1,18$  фононы становятся неустойчивыми при всех частотах. Стабилизация фононов наблюдается только при  $c/a \approx 0.80$ . Дальнейшее увеличение деформации снова приводит к динамической неустойчивости структуры за счет неустойчивости коротковолновых фононов (см. кривую для  $c/a \approx 0,66$ ).

Kuznetsov A. R., Starikov S. A., and Sagaradze V. V. Phonon instabilities in a metal on the bain FCC–BCC transformation path // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. – 2022. – Iss. 6. – P. 86-94. – DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.086-094



Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures Issue 6, 2022

ISSN 2410-9908



Рис. 2. Изменение энергии, приходящейся на атом, и параметра решетки в зависимости от величины бейновской тетрагональной деформации: *a* – энергия на атом в зависимости от *c/a*, за ноль принята энергия равновесной ГЦК-фазы (*c/a* = √2); *б* – параметр решетки *a* в зависимости от *c/a*. Псевдопотенциал Al.pz-rrkj.UPF – кривые *1*; Al.pbe-n-rrkjus\_psl.1.0.0.UPF – кривые 2

Кривая для деформации e = 0 на рис. 3a соответствует ветви поперечных колебаний Г-L в обычной недеформированной ГЦК-ячейке. На рис. 3a видно, что первоначально динамическая потеря устойчивости структуры наблюдается при c/a = 1,20 (e = 0,15) за счет коротковолновых фононов с  $q \approx <0,400,4>$ . Фононы с бо́льшими волновыми векторами становятся нестабильными при дальнейшем увеличении деформации. Аналогичные неустойчивости с близкими длинами волн наблюдались в [5] при первопринципных расчетах растяжения и сдвига Al; авторы отмечают электронную причину данных неустойчивостей. Неустойчивости

ISSN 2410-9908

вость фононов при деформации приводит к возрастанию соответствующих им смещений. Поведение материала при конечных деформациях можно проследить методом молекулярнодинамического моделирования, в частности, методом ab initio молекулярной динамики, что, однако, является отдельной задачей. Отметим, что в [12] при молекулярно-динамическом моделировании тетрагональной деформации сжатия кристаллита Си наблюдалось образование дефектов упаковки. Также в [1] в рамках молекулярно-динамического моделирования сжатия вдоль <001> наночастицы Ni<sub>3</sub>Al (сверхструктура L1<sub>2</sub> на основе ГЦК-структуры) при деформации, близкой к e = 0,15, наблюдалось образование дефектов упаковки (см. рис. 1 в данной работе).



Рис. 3. Фононные частоты с  $q = \langle x \ 0 \ x \rangle$  (соответствует ветви поперечных колебаний Г-L в ГЦК-ячейке) для различной деформации e (указана на рис.) при одноосном сжатии ГЦК-структуры вдоль направления  $\langle 001 \rangle$ : c/a = 1,414 (e = 0,0, исходная ГЦК-структура); 1,26 (0,11); 1,21 (0,14); 1,20 (0,15); 1,19 (0,16); 1,18 (0,17); 1,0 (0,293, ОЦК-структура); 0,9 (0,36); 0,8 (0,43); 0,66 (0,53)

Kuznetsov A. R., Starikov S. A., and Sagaradze V. V. Phonon instabilities in a metal on the bain FCC–BCC transformation path // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. – 2022. – Iss. 6. – P. 86-94. – DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.086-094



## 4. Заключение

Аb initio методом изучена энергетика бейновского пути превращения при одноосном сжатии ГЦК-металла (Al). Показано, что при c/a = 1,20 (e = 0,151) наблюдается динамическая потеря устойчивости структуры за счет коротковолновых фононов с  $q \approx <0,4$  0 0,4> в ОЦТ-ячейке (удобной при рассмотрении бейновской деформации), частоты которых становятся мнимыми (на графике отображаются как отрицательные). Таким образом, фононные нестабильности возникают в точках, удаленных от центра зоны Бриллюэна, до того, как материал станет нестабильным в соответствии с критериями упругой устойчивости [4]. Полученные результаты могут относиться к ситуациям в эксперименте, когда деформируются малые, свободные от дефектов области, например, как в наноструктурированных материалах, при наноиндентировании.

# Благодарность

Работа выполнена в рамках государственного задания Минобрнауки России по теме «Структура» № 122021000033-2. Расчеты проведены с использованием суперкомпьютера «Уран» ИММ УрО РАН.

# Литература

1. Deformation-induced dissolution of Ni3Al particles in nickel: Atomistic simulation / A. R. Kuznetsov, S. A. Starikov, V. V. Sagaradze, L. E. Karkina // Physics of Metals and Metallog-raphy. – 2019. – Vol. 120, No. 12. – P. 1187–1192. – DOI: 10.1134/S0031918X19120093.

2. Bain E. C. The Nature of Martensite // Trans. AIME. – 1924. – Vol. 70. – P. 25–35.

3. Effect of magnetic state on the  $\alpha$ - $\gamma$  transition in iron: First-principles calculations of the Bain transformation path / S. V. Okatov, A. R. Kuznetsov, Yu. N. Gornostyrev, V. N. Urtsev, M. I. Katsnelson // Physical Review B. – 2009. – Vol. 79, No. 9. – P. 094111–094115. – DOI: 10.1103/RevModPhys.84.945.

4. Lattice instabilities in metallic elements / G. Grimvall, B. Magyari-Kope, V. Ozolins, K. A. Persson // Review Modern Physics. – 2012. – Vol. 84, No. 3. – P. 945–986. – DOI: 10.1103/PhysRevB.79.094111.

5. Phonon Instabilities and the Ideal Strength of Aluminum / D. M. Clatterbuck, C. R. Krenn, Marvin L. Cohen, J. W. Morris, Jr. // Physical Review Letters. – 2003. – Vol. 91, No. 13. – P. 135501–135504. – DOI: 10.1103/PhyaRevLett.91.135501.

6. Calculations of theoretical strength: State of the art and history / J. Pokluda, M. Cern, P. Sandera, M. Sob // Journal of Computer-Aided Materials Design. – 2004. – Vol. 11. – P. 1–28. – DOI: 10.1007/s10820-004-4567-2.

7. Ab initio calculations of mechanical properties: Methods and applications / J. Pokluda, M. Cerny, M. Sob, Y. Umeno // Progress in Materials Science. – 2015. – Vol. 73. – P. 127–158. – DOI: 10.1016/j.pmatsci.2015.04001.

8. Li Ju, Yip S. Atomistic Measures of Materials Strength // Comput. Model. Eng. Sci. – 2002. – Vol. 3. – P. 219. – DOI: 10.3970/cmes.2002.003.219.

9. Discrete and continuous deformation during nanoindentation of thin films / A. Gouldstone, H. J. Koh, K. Y. Zeng, A. E. Giannakopoulos, S. Suresh // Acta Materialia. – 2000. – Vol. 48, No. 9. – P. 2277–2295. – DOI: 10.1016/S1359-6454(00)00009-4.

10. Dislocation emission around nanoindentations on a (001) fcc metal surface studied by scanning tunneling microscopy and atomic simulation / O. R. de la Fuente, J. A. Zimmerman, M. A. Gonzales, J. de la Figuera, J. C. Hamilton, W. W. Pai, J. M. Rojo // Physical Review Letters. – 2002. – Vol. 88, No. 3. – P. 036101–036104. – DOI: 10.1103/PhysRevLett.88.036101.



11. Молекулярно-лучевая эпитаксия и гетероструктуры / под ред. Л. Ченга, К. Плога; пер. с англ. под ред. Ж. И. Алферова, Ю. В. Шмарцева. – Москва : Мир, 1989. – 582 с. – ISBN 5-03-000737-7.

12. Phonon instabilities in uniaxially compressed fcc metals as seen in molecular dynamics simulations / G. Kimminau, P. Erhart, E. M. Bringa, B. Remington, J. S. Wark // Physical Review B. – 2010. – Vol. 81. – P. 092102. – DOI: 10.1103/PhysRevB.81.092102.

13. Stedman R., Nilsson G. Dispersion Relations for Phonons in Aluminum at 80 and 300K // Physical Review. – 1966. – Vol. 145, No. 2. – P. 492–500. – DOI: 10.1103/PhysRev.145.492.

14. Alippi P., Marcus P. M., Scheffler M. Strained tetragonal states and Bain paths in metals // Physical Review Letters. – 1997. – Vol. 78, No. 20. – P. 3892–3895. – DOI: 10.1103/PhysRevLett.78.3892.

15. Marcus P. M., Qiu S. L. Equilibrium lines and crystal phases under pressure // Journal of Physics: Condensed Matter. – 2009. – Vol. 21. – P. 125404–125408. – DOI: 10.1088/0953-8984/21/12/125404.



ISSN 2410-9908

Received: 15.10.2022 Revised: 25.11.2022 Accepted: 23.12.2022 DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.095-106

## EFFECT OF PLASTIC DEFORMATION ON THE PHASE COMPOSITION AND ELECTROMAGNETIC CHARACTERISTICS OF THE 321N AUSTENITIC STEEL (08Kh18N10T)

Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures Issue 6, 2022

L. S. Goruleva<sup>a), \*</sup>, S. M. Zadvorkin<sup>b)</sup>, and A. N. Mushnikov<sup>c)</sup>

Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 34 Komsomolskaya St., Ekaterinburg, 620049, Russia

a) b https://orcid.org/0000-0001-8635-5213 sherlarisa@yandex.ru;
 b) b https://orcid.org/0000-0002-7918-8207 status zadvorkin@imach.uran.ru;
 c) b https://orcid.org/0000-0001-7073-6476 status mushnikov@imach.uran.ru

\*Corresponding author. E-mail: sherlarisa@yandex.ru Address for correspondence: ul. Komsomolskaya, 34, Ekaterinburg, 620049, Russia Tel.: +7 (343) 362 3029

The changes in the phase composition and electromagnetic properties of the 321N chromium-nickel austenitic steel under plastic deformation by uniaxial tension are studied. As strain increases from 0 to 0.37, the content of ferromagnetic  $\alpha'$ -martensite in the steel increases monotonically to 60%. The electrical resistivity and the initial magnetic permeability increase monotonically by factors of 1,25 and 18, respectively. To monitor the strain state and the content of  $\alpha'$ -martensite in products made of the 321N steel, it is preferable to use initial magnetic permeability rather than electrical resistance. The skin layer thickness of the deformed 321N steel for frequencies from 5 to 1000 kHz is calculated from the experimental values of initial magnetic permeability and electrical resistivity. Eddy current diagnostics of the state of the surface of products made of this steel, hardened by surface plastic deformation, is proposed to be performed at frequencies ranging between 100 and 200 kHz.

**Keywords:** metastable austenitic steels, uniaxial tension, phase composition, skin layer thickness, eddy current method.

#### Acknowledgment

*The work was performed under state assignment No. AAAA-A18-118020790148-1. The study used the equipment of the Plastometriya shared research facilities.* 

We appreciate the assistance of R. A. Savrai, P. A. Skorynina, and I. A. Zabolotskikh, members of the laboratory of construction materials science, IES UB RAS, for providing us with test specimens.

#### References

1. Filippov M.A., Litvinov V.S., Nemirovskiy Yu.R. *Stali s metastabilnym austenitom* [Steels with metastable austenite]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1988, 255 p. (In Russian).

2. Borgioli F. From austenitic stainless steel to expanded austenite-S phase: formation, characteristics and properties of an elusive metastable phase. *Metals*, 2020, vol. 10, iss. 2, No. 187, pp. 1–46. DOI: 10.3390/met10020187.



3. Basak S., Sharma S.K., Mondal M., Sahu K.K., Gollapudi S., Majumdar J.D., Hong S.T. Electron beam surface treatment of 316L austenitic stainless steel: improvements in hardness, wear, and corrosion resistance. *Metals and Materials International*, 2020, vol. 27, iss. 5, pp. 953–961. DOI: 10.1007/s12540-020-00773-y.

4. Lo K.H., Shek C.H., Lai J.K.L. Recent developments in stainless steels. *Materials Science and Engineering R-Reports*, 2009, vol. 65, iss. 4–6, pp. 39–104. DOI: 10.1016/j.mser.2009.03.001.

5. Savrai R.A., Makarov A.V., Malygina I.Yu., Rogovaya S.A., Osintseva A.L. Improving the Strength of the Aisi 321 Austenitic Stainless Steel by Frictional Treatment. *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*, 2017, iss. 5, pp. 43–62. DOI: 10.17804/2410-9908.2017.5.043-062.

6. Makarov A.V., Skorynina P.A., Osintseva A. L., Yurovskikh A.S., Savrai R. A. Improving the tribological properties of austenitic 12KH18N10T steel by nanostructuring frictional treatment. *Obrabotka metallov (tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty)*, 2015, No. 4 (69), pp. 80–92. DOI: 10.17212/1994-6309-2015-4-80-92. (In Russian).

7. Khaksaran A., Taghiabadi R., Jafarzadegan M. Tribological properties of surface friction hardened AISI 316L steel. *Transactions of the Indian Institute of Metals*, 2021, 74 (8), pp. 1979–1989. DOI: 10.1007/s12666-021-02306-6.

8. Makarov A.V., Skorynina P.A., Yurovskikh A.S., Osintseva A.L. Effect of the conditions of the nanostructuring frictional treatment process on the structural and phase states and the strengthening of metastable austenitic steel. *The Physics of Metals and Metallography*, 2017, vol. 118, No. 12, pp. 1225–1235. DOI: 10.1134/S0031918X17120092.

9. Takaki S., Fukunaga K., Syarif J., Tsuchiyama T. Effect of Grain Refinement on Thermal Stability of Metastable Austenitic Steel. *Mater. Trans.*, 2004, 45 (7), pp. 2245–2251. DOI: 10.2320/matertrans.45.2245.

10. Wu Y., Guelorget B., Sun Z., Déturche R., Retraint D. Characterization of gradient properties generated by SMAT for a biomedical grade 316L stainless steel. *Materials Characterization*, 2019, vol. 155, pp. 109788. DOI: 10.1016/j.matchar.2019.109788.

11. Makarov A.V., Savray R.A., Skorynina P.A., Volkova E.G. Development of Methods for Steel Surface Deformation Nanostructuring. *Metal Science and Heat Treatment*, 2020, vol. 62, pp. 61–69. DOI: 10.1007/s11041-020-00529-w.

12. Savrai R.A., Kolobylin Y.M., Volkova E.G. Micromechanical characteristics of the surface layer of metastable austenitic steel after frictional treatment. *The Physics of Metals and Metallog-raphy*, 2021, vol. 122, No. 8, pp. 800–806. DOI: 10.1134/S0031918X21080123.

13. Savrai R.A., Kogan L.K. Effect of Hardening Frictional Treatment on Features of Eddy Current Testing of Fatigue Degradation of Metastable Austenitic Steel under Gigacycle Contact Fatigue Loading. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2022, vol. 58, pp. 722–731. DOI: 10.1134/S1061830922080095.

14. Silva V.M.A., Camerini C.G., Pardal J.M., De Blas J.G., Pereira G.R. Eddy current characterization of cold-worked AISI 321 stainless steel. *Journal of Materials Research and Technology*, 2018, vol. 7, iss. 3, pp. 395–401. DOI: 10.1016/j.jmrt.2018.07.002.

15. Liu K., Zhao Z., Zhang Z. Eddy current assessment of the cold rolled deformation behavior of AISI stainless steel. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2012, vol. 21, iss. 8, pp. 1772–1776. DOI: 10.1007/s11665-011-0080-4.

16. Gorkunov E.S., Zadvorkin S.M., Mitropolskaya S.Yu., Vichuzhanin D.I., Solov'ev K.E. Change in magnetic properties of metastable austenitic steel due to elastoplastic deformation. *Metal Science and Heat Treatment*, 2009, vol. 51, pp. 423–428. DOI: 10.1007/S11041-010-9185-X.

17. Mirkin L.I. *Rentgenostrukturnyj kontrol mashinostroitelnykh materialov:* spravochnik [X-ray structural control of machine-building materials]. Moscow, MGU Publ., 1976, 134 p. (In Russian).



18. Dorofeev A.L., Kazamanov Yu.G., Cherenkova Z.V. *Metod vikhrevykh tokov (induktsionnaya strukturoskopiya, defektoskopiya i tolshchinometriya)* [Eddy current method (induction structroscopy, non-destructive testing and thickness measurement)]. Moscow, Mashinostroenie Publ., 1969, 89 p. (In Russian).

19. Bobrov A.L., Vlasov K.V., Bekher S.A. *Osnovy vikhretokovogo nerazrushaiushchego kontrolia: uchebnoe posobie* [Principles of eddy current non-destructive testing: textbook]. Novosibirsk, Izd-vo SGUPS Publ., 2019. 98 p. (In Russian).

20. Vychuzhanin D.I., Makarov A.V., Smirnov S.V., Pozdeeva N.A., Malygina I.Y. Stress and strain and damage during frictional strengthening treatment of flat steel surface with a sliding cylindrical indenter. *Journal of Machinery Manufacture and Reliability*, 2011, vol. 40, No. 6, p. 554–560. DOI: 10.3103/S1052618811050190.

21. Savrai R.A., Osintseva A.L. Effect of hardened surface layer obtained by frictional treatment on the contact endurance of the AISI 321 stainless steel under contact gigacycle fatigue tests. *Materials Science and Engineering: A*, 2021, vol. 802, pp. 140679. DOI: 10.1016/j.msea.2020.140679.



Подана в журнал: 15.10.2022 УДК 669.14:621.787.4 DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.095-106

http://dream-journal.org

# ВЛИЯНИЕ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ НА ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И ЭЛЕКТРОМАГНИТНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ МАРКИ 321Н (08Х18Н10Т)

Л. С. Горулева<sup>а), \*</sup>, С. М. Задворкин<sup>6)</sup>, А. Н. Мушников<sup>в)</sup>

Институт машиноведения УрО РАН, ул. Комсомольская, 34, Екатеринбург, 620049, Российская Федерация

a) https://orcid.org/0000-0001-8635-5213 🔯 sherlarisa@yandex.ru;

<sup>6)</sup> ttps://orcid.org/0000-0002-7918-8207 Zadvorkin@imach.uran.ru;

<sup>B)</sup> https://orcid.org/0000-0001-7073-6476 mushnikov@imach.uran.ru

\*Ответственный автор. Электронная почта: sherlarisa@yandex.ru Адрес для переписки: ул. Комсомольская, 34, Екатеринбург, 620049, Российская Федерация Тел.: +7 (343) 362–30–29

Изучены закономерности изменения фазового состава и электромагнитных свойств хромоникелевой аустенитной стали марки 321Н при пластической деформации одноосным растяжением. Установлено, что с ростом степени деформации от 0 до 0,37 содержание ферромагнитного  $\alpha'$ -мартенсита в исследованной стали монотонно возрастает до 60 %, при этом удельное электросопротивление и начальная магнитная проницаемость монотонно увеличиваются в 1,25 и 18 раз, соответственно. Сделан вывод о предпочтительном использовании начальной магнитной проницаемости, нежели электросопротивления, для контроля деформированного состояния изделий из стали 321Н и содержания в них  $\alpha'$ -мартенсита. По экспериментальным значениям начальной магнитной проницаемости и удельного электрического сопротивления рассчитана толщина скин-слоя деформированной стали 321Н для частот от 5 до 1000 кГц. Предложено вихретоковую диагностику состояния поверхности изделий из этих сталей, упрочненных с помощью поверхностной пластической деформации, проводить на частотах 100...200 кГц.

Ключевые слова: аустенитные метастабильные стали, одноосное растяжение, фазовый состав, толщина скин-слоя, вихретоковый метод.

# 1. Введение

Аустенитные хромоникелевые стали находят широкое применение в промышленности вследствие высокой коррозионной стойкости, однако для этих сталей характерен низкий уровень прочностных свойств [1–4]. Известно, что эффективным методом упрочнения и повышения износостойкости аустенитных сталей является поверхностная пластическая деформация (ППД) [5–9]. ППД хромоникелевых сталей с метастабильной аустенитной структурой сопровождается образованием упрочняющей ферромагнитной фазы –  $\alpha'$ -мартенсита деформации, что с одной стороны приводит к повышению уровня прочностных свойств изделия, а с другой стороны снижает коррозионную стойкость стали вследствие межкристаллитной коррозии [1, 10–12].

Для диагностики состояния поверхности упрочненных с помощью ППД стальных изделий широкое применение находит вихретоковый метод [13–15]. Зачастую при этом не учитывается изменение степени деформации с глубиной и, в случае изделий из метастабильных аустенитных сталей, неравномерное распределение  $\alpha'$ -мартенсита в металле. Данное обстоятельство может негативно сказаться на точности вихретоковой оценки толщины деформиро-



ISSN 2410-9908

ванного слоя, а также содержания в нем α'-мартенсита. Для повышения достоверности такой оценки необходимо определить зависимости параметров, определяющих показания вихретоковых приборов, а именно начальной магнитной проницаемости и удельного электросопротивления, а также содержания α'-мартенсита от степени пластической деформации метастабильных аустенитных сталей. Причем исследования необходимо проводить на образцах с однородным распределением деформации по объему. Такое деформированное состояние может обеспечиваться только одноосным растяжением (или сжатием) образцов и только до стадии локализации деформации.

В [16] подробно исследовалось влияние упругопластической деформации одноосным растяжением на фазовый состав и некоторые магнитные характеристики широко распространенной метастабильной аустенитной стали 12Х18Н10Т. Однако основной задачей авторы [16] ставили обоснование магнитной диагностики напряженно-деформированного состояния изделий из аустенитной стали, но они не изучали эволюцию электромагнитных свойств, влияющих на эффективность вихретокового контроля.

Целью настоящей работы является выявление закономерностей изменения фазового состава и электромагнитных свойств хромоникелевой аустенитной стали марки 321H по американскому стандарту ASTM A240/A240M (российский аналог этой стали – сталь 08X18H10T) при пластической деформации одноосным растяжением.

#### 2. Образцы и методика исследований

Химический состав исследованной стали, определенный с помощью спектрометра Spectromaxx, приведен в таблице.

| Элемент    | С    | Cr    | Ni   | Mn   | Si   | Ti   | Cu   | Mo   | Р    | S     | Fe     |
|------------|------|-------|------|------|------|------|------|------|------|-------|--------|
| Содержание | 0,04 | 16,77 | 8,44 | 1,15 | 0,67 | 0,32 | 0,31 | 0,26 | 0,04 | 0,005 | Основа |

Химический состав исследованной стали марки 321Н, масс. %

Эксперименты проводили на плоских разрывных образцах с головками. Длина рабочей части образцов составила 45 мм, а сечение рабочей части – 16×4 мм. Механические испытания на растяжение были проведены на универсальной испытательной машине Tinius Olsen SuperL60 в соответствии с ГОСТ 1497-84. По результатам предварительных испытаний одного из образцов определены основные механические характеристики материала: условный предел текучести – 195 МПа, временное сопротивление разрыву – 615 МПа, относительное удлинение после разрыва – 60 %.

На рис. 1 приведена диаграмма «напряжение – степень деформации» исследованной стали 321Н. Степень деформации є рассчитывали по формуле

$$\varepsilon = \ln \frac{l}{l_0},\tag{1}$$

где l и  $l_0$  – текущая и начальная длины рабочей части образца, соответственно. Точки на рис. 1 соответствуют деформациям, при достижении которых растяжение образцов останавливали и определяли их фазовый состав и электромагнитные характеристики. После этих измерений процесс деформирования возобновляли до достижения следующей величины степени деформации. Таким образом, для одного и того же образца получили набор напряженно-деформированных состояний со степенями пластической деформации  $\varepsilon = 0$ ; 0,006; 0,05; 0,09; 0,14; 0,18; 0,22; 0,26; 0,30; 0,33; 0,37. При этом максимальная степень деформации заведомо меньше, чем деформации, соответствующие нисходящей ветви диаграммы «напряжение – деформация», то есть стадии локализации деформации.





Рис. 1. Диаграмма «напряжение – степень деформации» стали 321Н

Рентгеноструктурные исследования проводили с помощью рентгеновского дифрактометра Shimadzu XRD-7000 с использованием монохроматизированного К<sub>α</sub>-излучения хромового анода. Фазовый состав определяли методом гомологических пар [17].

Начальную магнитную проницаемость определяли по начальной кривой намагничивания, полученной на магнитоизмерительном комплексе Remagraph C-500, который реализует измерения в замкнутой магнитной цепи по схеме пермеаметра. Магнитное поле прикладывалось вдоль длинной оси образца.

Электросопротивление определяли по четырехпроводной схеме с помощью микроомметра БСЗ-010-2, а затем рассчитывали удельное электросопротивление р образца, учитывая, что в процессе растяжения площадь поперечного сечения образца уменьшалась с 64 до 46 мм<sup>2</sup>. Расстояние между потенциальными электродами составляло 22 мм.

Амплитуду *А* и фазовый угол *ф* вихретокового сигнала определяли с помощью серийно выпускаемого универсального вихретокового дефектоскопа «Вектор», оснащенного дифференциальным преобразователем ВТ-4.03. Параметры вихретокового сигнала определяли как среднее арифметическое по пяти измерениям на частотах 5, 10, 50, 100, 500 и 1000 кГц. Используя варьирование частоты, изменяли толщину анализируемого слоя (то есть толщину скин-слоя), которую рассчитывали по формуле [18, 19]

$$\delta \cong 0,503 \sqrt{\frac{\rho}{\mu_{i\hat{a}\hat{+}}f}},$$
(2)

где  $\delta$  – толщина скин-слоя, мм;  $\rho$  – удельное электросопротивление, мкОм×мм;  $\mu_{\text{нач}}$  – относительная начальная магнитная проницаемость; f – частота, кГц.

#### 3. Результаты и их обсуждение

На рис. 2 представлена зависимость содержания мартенсита деформации, определенного методами рентгеноструктурного анализа, от степени деформации при одноосном растяжении образца аустенитной стали 321Н. С ростом степени деформации до 0,37 содержание мартенсита деформации в структуре стали монотонно увеличивается до 60 %. Эти результаты согласуются с приведенными в [16] данными для близкой по составу стали марки 12Х18Н10Т.



#### ISSN 2410-9908



Рис. 2. Зависимость содержания  $\alpha'$ -мартенсита (*C*) в стали 321H от степени пластической деформации одноосным растяжением. *Точки* – эксперимент; *линия* – расчет по формуле (3)

Зависимость содержания α'-фазы (*C*) от степени пластической деформации описывается полиномом 2-й степени с коэффициентом корреляции более 0,99:

$$\tilde{N} = 0,63 + 51,64\varepsilon + 285,61\varepsilon^2.$$
(3)

На рис. 3 представлены зависимости  $\mu_{\text{нач}}$  и  $\rho$  от степени пластической деформации и содержания  $\alpha'$ -фазы. Как видно, с ростом степени деформации от 0 до 0,37 начальная магнитная проницаемость монотонно увеличивается более чем в 18 раз по отношению к исходному уровню (до деформации), в то время как удельное электросопротивление увеличивается меньше, чем в 1,25 раза. Зависимости  $\mu_{\text{нач}}(\varepsilon)$ ,  $\rho(\varepsilon)$ ,  $\mu_{\text{нач}}(C)$  и  $\rho(C)$  описываются полиномиальными уравнениями регрессии

$$\begin{aligned} \mu_{i\dot{a}\div}(\varepsilon) &= 1,08 + 4,833\varepsilon - 77,49\varepsilon^2 + 526,69\varepsilon^3; \\ \rho(\varepsilon) &= 733 - 106,69\varepsilon + 1524,80\varepsilon^2; \\ \mu_{i\dot{a}\pm}(\tilde{N}) &= 1,08 - 0,05\tilde{N} + 0,006\tilde{N}^2; \\ \rho(\tilde{N}) &= 733 + 0,41\tilde{N} + 0,07\tilde{N}^2 - 0,0005\tilde{N}^3 \end{aligned}$$

$$(4)$$

с коэффициентами корреляции более 0,99. Однозначность этих зависимостей свидетельствует о возможности использования данных параметров для контроля степени пластической деформации стали 321H и, соответственно, количества образовавшейся при этом  $\alpha'$ -фазы. Причем предпочтительным является контроль по начальной магнитной проницаемости, которая значительно интенсивнее реагирует на изменение  $\varepsilon$  и *C*, нежели электросопротивление. Очевидно, что изменение начальной магнитной проницаемости оказывает большее влияние также на величину толщины скин-слоя и такие параметры вихретокового сигнала, как амплитуда и фазовый угол.

Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures Issue 6, 2022



http://dream-journal.org



Рис. 3. Зависимости относительной начальной магнитной проницаемости и удельного электросопротивления стали 321Н от степени пластической деформации (*a*) и содержания α'-мартенсита (б). *Точки* – эксперимент; *линии* – аппроксимация по формулам (4)

Используя полученные значения начальной магнитной проницаемости и удельного электросопротивления стали 321H, по формуле (2) рассчитали толщину скин-слоя в этой стали при разной степени ее пластической деформации растяжением и при варьировании частоты электромагнитного поля. Полученные результаты представлены на рис. 4. Как видно, при увеличении степени деформации от 0 до 0,37 толщина скин-слоя уменьшается примерно в 4 раза при любой фиксированной частоте электромагнитного поля. При этом увеличение частоты в 200 раз, от 5 до 1000 кГц, вызывает уменьшение толщины скин-слоя примерно в 14 раз.



Рис. 4. Изменение толщины скин-слоя δ в стали 321H с ростом степени пластической деформации (*a*) и содержания α'-мартенсита (*б*) при различных частотах электромагнитного поля. *Точки* – расчет δ по экспериментальным значениям μ<sub>нач</sub> и ρ по формуле (2); *линии* – аппроксимация по формулам (5)

Зависимости толщины скин-слоя в стали 321Н от степени пластической деформации и содержания α'-мартенсита можно аппроксимировать полиномами 3-й и 4-й степеней с коэффициентами корреляции более 0,99:

Goruleva L. S., Zadvorkin S. M., and Mushnikov A. N. Effect of plastic deformation on the phase composition and electromagnetic characteristics of the 321N austenitic steel (08Kh18N10T) // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. – 2022. – Iss. 6. – P. 95–106. – DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.095-106.

ISSN 2410-9908



ISSN 2410-9908

для f = 5 к $\Gamma$ ц

$$\begin{aligned} \delta(\varepsilon) &= 6, 1 - 1, 74\varepsilon - 83, 14\varepsilon^2 + 148, 0\varepsilon^3, \\ \delta(\tilde{N}) &= 6, 1 - 0, 04\tilde{N} - 0, 007\tilde{N}^2 + 1, 91 \times 10^{-4}\tilde{N}^3 - 1, 52 \times 10^{-6}\tilde{N}^4; \end{aligned}$$

Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures Issue 6, 2022

для  $f = 10 \ \kappa \Gamma \mu$ 

$$\delta(\varepsilon) = 4,3 - 1,23\varepsilon - 58,79\varepsilon^2 + 104,65\varepsilon^3,$$
  
$$\delta(\tilde{N}) = 4,3 - 0,03\tilde{N} - 0,005\tilde{N}^2 + 1,35 \times 10^{-4}\tilde{N}^3 - 1,07 \times 10^{-6}\tilde{N}^4;$$

для  $f = 50 \ \kappa \Gamma \mu$ 

$$\delta(\varepsilon) = 1,9 - 0,55\varepsilon - 26,29\varepsilon^2 + 46,80\varepsilon^3,$$
  
$$\delta(\tilde{N}) = 1,9 - 0,01\tilde{N} - 0,002\tilde{N}^2 + 6,05 \times 10^{-5}\tilde{N}^3 - 4,80 \times 10^{-7}\tilde{N}^4;$$

для  $f = 100 \ \kappa \Gamma \mu$ 

$$\delta(\varepsilon) = 1,4 - 0,39\varepsilon - 18,59\varepsilon^2 + 33,09\varepsilon^3,$$
  
$$\delta(\tilde{N}) = 1,4 - 0,009\tilde{N} - 0,0015\tilde{N}^2 + 4,28 \times 10^{-5}\tilde{N}^3 - 3,39 \times 10^{-7}\tilde{N}^4;$$

для  $f = 500 \ \kappa \Gamma \mu$ 

$$\delta(\varepsilon) = 0,6 - 0,17\varepsilon - 8,31\varepsilon^{2} + 14,80\varepsilon^{3},$$
  
$$\delta(\tilde{N}) = 0,6 - 0,004\tilde{N} - 6,61 \times 10^{-4}\tilde{N}^{2} + 1,91 \times 10^{-5}\tilde{N}^{3} - 1,52 \times 10^{-7}\tilde{N}^{4};$$

для *f* = 1000 кГц

$$\delta(\varepsilon) = 0,4 - 0,12\varepsilon - 5,88\varepsilon^2 + 10,46\varepsilon^3,$$
  
$$\delta(\tilde{N}) = 0,4 - 0,003\tilde{N} - 4,67 \times 10^{-4}\tilde{N}^2 + 1,35 \times 10^{-5}\tilde{N}^3 - 1,07 \times 10^{-7}\tilde{N}^4.$$

Из рис. 4 следует, что вихретоковую диагностику состояния поверхности упрочненных с помощью ППД изделий из стали 321Н целесообразно проводить на частотах выше 100 кГц, поскольку ППД приводит к изменению структуры и свойств поверхностного слоя толщиной примерно до 1 мм [5–6; 20–21]. При этом необходимо учесть, что с ростом частоты уменьшается амплитуда вихретокового сигнала, как это показано на рис. 5, где представлены зависимости амплитуды A фазового угла  $\varphi$  вихретокового сигнала от степени деформации стали 321Н при различных частотах возбуждения вихревых токов. Кроме того, на показания вихретокового прибора с повышением частоты все сильнее начинает влиять шероховатость поверхности объекта контроля.

Однозначность зависимостей амплитуды и фазового угла вихретокового сигнала от степени деформации стали 321H, соответственно и от содержания в ней  $\alpha'$ -фазы, обуславливает применимость вихретокового контроля для диагностики деформированного состояния и фазового состава этой стали. При этом фазовый угол демонстрирует достаточно высокую чувствительность к изменению степени пластической деформации в диапазоне  $\varepsilon$  от 0 до  $\approx 0,1$ , а при дальнейшем увеличении  $\varepsilon$  практически не изменяется. В то же время амплитуда вихретокового сигнала наиболее интенсивно возрастает при увеличении степени деформации  $\varepsilon$  в интервале от 0,1 до 0,37, а при  $\varepsilon \le 0,1$  изменяется очень мало, особенно на частотах 500 и 1000 кГц. Таким образом, при оценке степени пластической деформации стали 321H в диапазоне до  $\approx 0,1$  предпочтительней использовать фазовый угол, а при степени деформации выше 0,1 – амплитуду вихретокового сигнала.

Goruleva L. S., Zadvorkin S. M., and Mushnikov A. N. Effect of plastic deformation on the phase composition and electromagnetic characteristics of the 321N austenitic steel (08Kh18N10T) // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. – 2022. – Iss. 6. – P. 95–106. – DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.095-106.

(5)



ISSN 2410-9908



Рис. 5. Зависимости амплитуды *A* (*a*, *б*) и фазового угла φ (*в*, *г*) вихретокового сигнала стали 321Н от степени деформации (*a*, *в*) и содержания α'-мартенсита (*б*, *г*) при различных частотах возбуждения электромагнитного поля

Из приведенных на рис. 5 данных следует также нецелесообразность использования вихретокового контроля на частотах возбуждения выше примерно 200 кГц ввиду сравнительно малой амплитуды сигнала и незначительного влияния степени пластической деформации (и, соответственно, содержания α'-мартенсита) на величину фазового угла.

#### 4. Заключение

Изучено влияние пластической деформации одноосным растяжением є на фазовый состав, начальную магнитную проницаемость  $\mu_{\text{нач}}$  и удельное электросопротивление  $\rho$  хромоникелевой коррозионностойкой стали 321H с метастабильной структурой.

Показано, что с увеличением  $\varepsilon$  от 0 до 0,37 содержание ферромагнитного  $\alpha'$ -мартенсита (*C*) в исследованной стали монотонно возрастает до 60%, зависимость *C*( $\varepsilon$ ) аппроксимируется полиномом 2-й степени с коэффициентом корреляции больше 0,99.

Установлено, что с ростом степени деформации удельное электросопротивление и начальная магнитная проницаемость стали 321Н монотонно увеличиваются. Причем с ростом є от 0 до 0,37 (и соответствующим увеличением *C*)  $\mu_{\text{нач}}$  увеличивается в 18 раз, а  $\rho$  – в 1,25 раза. На основании этого сделан вывод о предпочтительном использовании начальной магнитной проницаемости, нежели электросопротивления, для контроля деформированного состояния изделий из стали 321Н и содержания в них  $\alpha'$ -мартенсита.

При вихретоковом контроле пластической деформации в качестве параметра контроля предпочтительней использовать амплитуду вихретокового сигнала при степени деформации выше 0,1, а при меньших значениях  $\varepsilon$  – фазовый угол вихретокового сигнала.

По экспериментальным значениям  $\mu_{\text{нач}}$  и  $\rho$  рассчитана толщина скин-слоя деформированной стали 321H для частот от 5 до 1000 кГц. На частоте 5 кГц с увеличением степени деформации от 0 до 0,37 толщина скин-слоя уменьшается с 6 до 1,5 мм, на частоте 1000 кГц – с 1,4 до 0,4 мм, а на частоте 1000 кГц – с 0,4 до 0,1 мм. На основании этого предложено вихретоковую диагностику состояния поверхности изделий из стали 321H, упрочненных с помощью поверхностной пластической деформации, проводить на частотах 100...200 кГц. На меньших частотах на результатах контроля будет сказываться влияние более глубоких, недеформированных слоев металла, а на бо́льших – значительное уменьшение амплитуды вихретокового сигнала с увеличением частоты.

# Благодарность

Работа выполнена в рамках государственного задания, № государственной регистрации АААА-А18-118020790148-1. При проведении исследований использовано оборудование ЦКП «Пластометрия».

Авторы выражают благодарность сотрудникам лаборатории конструкционного материаловедения Савраю Р.А., Скорыниной П.А. и Заболотских И.А. за предоставление образцов для исследований.

# Литература

1. Филиппов М. А., Литвинов В. С., Немировский Ю. Р. Стали с метастабильным аустенитом. – М. : Металлургия, 1988. – 255 с.

2. Borgioli F. From austenitic stainless steel to expanded austenite-S phase: formation, characteristics and properties of an elusive metastable phase // Metals. – 2020. – Vol. 10, iss. 2, No. 187. – P. 1–46. – DOI: 10.3390/met10020187.

3. Electron beam surface treatment of 316L austenitic stainless steel: improvements in hardness, wear, and corrosion resistance / S. Basak, S. K. Sharma, M. Mondal,  $\cdot$ K. K. Sahu, S. Gollapudi, J. D. Majumdar, S. T. Hong // Metals and Materials International. – 2020. – Vol. 27, iss. 5. – P. 953–961. – DOI: 10.1007/s12540-020-00773-y.

4. Lo K.H., Shek C.H., Lai J.K.L. Recent developments in stainless steels // Materials Science and Engineering R-Reports. – 2009. – Vol. 65, iss. 4–6. – P. 39–104. – DOI: 10.1016/j.mser.2009.03.001.

5. Improving the Strength of the Aisi 321 Austenitic Stainless Steel by Frictional Treatment / R. A. Savrai, A. V. Makarov, I. Yu. Malygina, S. A. Rogovaya, A. L. Osintseva // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. – 2017. – Iss. 5. – P. 43–62. – DOI: 10.17804/2410-9908.2017.5.043-062.

6. Повышение трибологических свойств аустенитной стали 12Х18Н10Т наноструктурирующей фрикционной обработкой / А. В. Макаров, П. А. Скорынина, А. Л. Осинцева, А. С. Юровских, Р. А. Саврай // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2015. – № 4 (69). – С. 80–92. – DOI: 10.17212/1994-6309-2015-4-80-92.

7. Khaksaran A., Taghiabadi R., Jafarzadegan M. Tribological properties of surface friction hardened AISI 316L steel // Transactions of the Indian Institute of Metals. – 2021. – 74 (8). – P. 1979–1989. – DOI: 10.1007/s12666-021-02306-6.

8. Effect of the conditions of the nanostructuring frictional treatment process on the structural and phase states and the strengthening of metastable austenitic steel / A.V. Makarov, P. A. Skorynina, A. S. Yurovskikh, A. L. Osintseva // The Physics of Metals and Metallography. – 2017. – Vol. 118, No. 12. – P. 1225–1235. – DOI: 10.1134/S0031918X17120092.





9. Effect of Grain Refinement on Thermal Stability of Metastable Austenitic Steel / S. Takaki, K. Fukunaga, J. Syarif, T. Tsuchiyama // Mater. Trans. – 2004. – 45 (7). – P. 2245–2251. – DOI: 10.2320/matertrans.45.2245.

10. Characterization of gradient properties generated by SMAT for a biomedical grade 316L stainless steel / Y. Wu, B. Guelorget, Z. Sun, R. Déturche, D. Retraint // Materials Characterization. – 2019. – Vol. 155. – P. 109788. – DOI: 10.1016/j.matchar.2019.109788.

11. Development of Methods for Steel Surface Deformation Nanostructuring / A. V. Makarov, R. A. Savray, P. A. Skorynina, E. G. Volkov // Metal Science and Heat Treatment. – 2020. – Vol. 62. – P. 61–69. – DOI: 10.1007/s11041-020-00529-w.

12. Savrai R. A., Kolobylin Y. M., Volkova E. G. Micromechanical characteristics of the surface layer of metastable austenitic steel after frictional treatment // The Physics of Metals and Metallography. – 2021. – Vol. 122, No. 8. – P. 800–806. – DOI: 10.1134/S0031918X21080123.

13. Savrai R. A., Kogan L. K. Effect of Hardening Frictional Treatment on Features of Eddy Current Testing of Fatigue Degradation of Metastable Austenitic Steel under Gigacycle Contact Fatigue Loading // Russian Journal of Nondestructive Testing. – 2022. – Vol. 58. – P. 722–731. – DOI: 10.1134/S1061830922080095.

14. Eddy current characterization of cold-worked AISI 321 stainless steel / V. M. A. Silva, C. G. Camerini, J. M. Pardal, J. G. de Blas, G. R. Pereira // Journal of Materials Research and Technology. – 2018. – Vol. 7, iss. 3. – P. 395–401. – DOI: 10.1016/j.jmrt.2018.07.002.

15. Liu K., Zhao Z., Zhang Z. Eddy current assessment of the cold rolled deformation behavior of AISI stainless steel // Journal of Materials Engineering and Performance. – 2012. – Vol. 21, iss. 8. – P. 1772–1776. – DOI: 10.1007/s11665-011-0080-4.

16. Change in magnetic properties of metastable austenitic steel due to elastoplastic deformation / E. S. Gorkunov, S. M. Zadvorkin, S. Yu. Mitropolskaya, D. I. Vichuzhanin, K.E. Solov'ev // Metal Science and Heat Treatment. – 2009. – Vol. 51. – P. 423–428. – DOI: 10.1007/S11041-010-9185-X.

17. Миркин Л. И. Рентгеноструктурный контроль машиностроительных материалов : справочник. – М. : Изд-во МГУ, 1976. – 140 с.

18. Дорофеев А. Л., Казаманов Ю. Г., Черенкова З. В. Метод вихревых токов (индукционная структуроскопия, дефектоскопия и толщинометрия). – М. : Машиностроение, 1969. – 89 с.

19. Бобров А. Л., Власов К. В., Бехер С. А. Основы вихретокового неразрушающего контроля: учебное пособие. – Новосибирск : Изд-во СГУПС, 2019. – 98 с.

20. Stress and strain and damage during frictional strengthening treatment of flat steel surface with a sliding cylindrical indenter / D. I. Vychuzhanin, A. V. Makarov, S. V. Smirnov, N. A. Pozdeeva, I. Y. Malygina // Journal of Machinery Manufacture and Reliability. – 2011. – Vol. 40, No. 6. – P. 554–560. – DOI: 10.3103/S1052618811050190.

21. Savrai R. A., Osintseva A. L. Effect of hardened surface layer obtained by frictional treatment on the contact endurance of the AISI 321 stainless steel under contact gigacycle fatigue tests // Materials Science and Engineering: A. – 2021. – Vol. 802. – 140679. – DOI: 10.1016/j.msea.2020.140679.



Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures Issue 6, 2022

Received: 16.10.2022 Revised: 29.11.2022 Accepted: 23.12.2022 DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.107-116

# FORMATION OF INTERMETALLIC PARTICLES IN AN Fe-Ni-AI ALLOY DURING ANNEALING AND ELECTRON IRRADIATION

S. E. Danilov

M. N. Mikheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences 18 S. Kovalevskoy St., Ekaterinburg, 620137, Russia

(D) https://orcid.org/0000-0001-9815-8196 🖾 danilov@imp.uran.ru

Corresponding author. E-mail: danilov@imp.uran.ru Address for correspondence: ul. S. Kovalevskoy, 18, Ekaterinburg, 620108, Russia Tel.: +7 343 378 3850

The behavior of intermetallic nanoparticles, such as Ni<sub>3</sub>Al, and vacancy defects in an fcc Fe-Ni-Al alloy during annealing and electron irradiation is studied by measuring residual resistivity. It is shown that, during annealing at early stages, Ni<sub>3</sub>Al zones are formed in the quenched Fe-Ni-Al alloy, which increase residual electrical resistance, and during annealing above 700 K, nanosized (~4.5 nm) intermetallic precipitates are formed from them, uniformly distributed in the alloy matrix, whose growth leads to a decrease in residual resistivity. Under irradiation at room temperature, vacancy defects accumulate in the alloy in the form of vacancy complexes. The dissociation of these complexes at about 400 K causes the appearance of freely migrating vacancies and enhances selfdiffusion forming Ni<sub>3</sub>Al bands. At about 600 to 700 K, the solid solution is decomposed thermally. At higher temperatures, the formation of intermetallic particles occurs, which is characterized by a decrease in electrical resistance.

**Keywords:** irradiation, electrons, electrical resistivity, Fe-Ni-Al alloy, intermetallic compounds, point defect sinks, solid solution decomposition.

## Acknowledgment

The research was performed under the state assignment, theme Function, No. 122021000035-6.

## References

1. Williams K.R., Fisher S.B. The void swelling of a  $\gamma'$ -hardened alloy. *Radiation Effects*, 1972, 15, pp. 243–250.

2. Johnston W.G., Rosolowsky J.H., Turkalo A.M., Lauritzen T. An experimental survey of swelling in commercial Fe-Cr-Ni alloys bombarded with 5 MeV Ni Ions. *J. Nucl. Mater.*, 1974, 54 (1), pp. 24–40. DOI: 10.1016/0022-3115(74)90073-7.

3. Parshin A.M. *Struktura, prochnost i radiatsionnaya povrezhdaemost korrozionno-stoykikh staley i splavov* [Structure, strength and radiation damageability of corrosion-resistant steels and alloys]. Chelyabinsk, Metallurgiya Publ., 1988, 665 p. (In Russian).

4. Druzhkov A.P., Perminov D.A., Pecherkina N.L. Positron annihilation spectroscopy characterization of effect of intermetallic nanoparticles on accumulation and annealing of vacancy defects in electron-irradiated Fe-Ni-Al alloy. *Philosophical Magazine*, 2008, vol. 88, pp. 959–976. DOI: 10.1080/14786430802014670.

5. Wilson G., Pickering F.B. A study of zone formation in an austenitic steel containing 4% titanium. *Acta Metallurgica*, 1968, 16 (1), pp. 115–131. DOI: 10.1016/0001-6160(68)90080-1.



6. White R.J., Fisher S.B., Miller K.M., Swallow G.A. A resistometric study of ageing in nimonic alloys (I). PE16. *J. Nucl. Mater.*, 1974, vol. 52 (1), pp. 51–58. DOI: 10.1016/0022-3115(74)90024-5.

7. Whelchel R.L., Kelekanjeri V.S.K.G., Gerhardt R.A. Mechanical and electrical characterisation in age hardened Waspaloy microstructures. *International Heat Treatment & Surface Engineering*, 2009, 3 (1), pp. 35–39. DOI: 10.1179/174951409X12450558152589.

8. Druzhkov A.P., Danilov S.E., Perminov D.A., & Arbuzov V.L. Formation and evolution of intermetallic nanoparticles and vacancy defects under irradiation in Fe–Ni–Al ageing alloy characterized by resistivity measurements and positron annihilation. *Journal of Nuclear Materials*, 2016, 476, pp. 168–178. DOI: 101016/jjnucmat201604045.

9. Lifschitz I.M., Slyozov V.V. The Kinetics of Precipitation from Supersaturated Solid Solutions. *J. Phys, Chem. Solids*, 1961, vol. 19 (1–2), pp. 35–50. DOI: 10.1016/0022-3697(61)90054-3.

10. Kelekanjeri V.S.K.G., Moss L., Gerhardt R.A., Ilavsky J. Quantification of the coarsening kinetics of  $\gamma'$  precipitates in Waspaloy microstructures with different prior homogenizing treatments. *Acta Materialia*, 2009, 57 (16), pp. 4658–4670. DOI: 10.1016/j.actamat.2009.06.019.

11. Arbuzov V.L., Druzhkov A.P., Danilov S.E. Effects of phosphorus on defects accumulation and annealing in electron-irradiated Fe–Ni austenitic alloys. *Journal of Nuclear Materials*, 2001, vol. 295 (1–2), pp. 273–280. DOI: 10.1016/S0022-3115(01)00505-0.

12. Dimitrov C., Dimitrov O., Dworschak F. The interaction of self interstitials with undersized solute atoms in electron-irradiated aluminium. *Journal of Physics F: Metal Physics*, 1978, 8, pp. 1031–1052. DOI: 10.1088/0305-4608/8/6/009.

13. Ardell A.J., Nicholson R.B., Eshelby J.D. On the modulated structure of aged Ni–Al alloys. *Acta Metall.*, 1966, 14, pp. 1295–1309.

14. Hofer C., Stergar E., Maley S.A., Wang Y.Q., Hosemann P. An intermetallic forming steel under radiation for nuclear applications. *J. Nucl. Mater.*, 2015, 458, pp. 361–368. DOI: 10.1016/S0022-3115(01)00505-0.


Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures Issue 6, 2022

ISSN 2410-9908

Подана в журнал: 16.10.2022 УДК 539.12.04:621.78: 669.15.24 DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.107-116

http://dream-journal.org

# ОБРАЗОВАНИЕ ИНТЕРМЕТАЛЛИДНЫХ ЧАСТИЦ В СПЛАВЕ Fe-Ni-Al ПРИ ОТЖИГЕ И ОБЛУЧЕНИИ ЭЛЕКТРОНАМИ

С. Е. Данилов

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики металлов им. М. Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620137, Россия

b https://orcid.org/0000-0001-9815-8196 anilov@imp.uran.ru

Ответственный автор. Электронная почта: danilov@imp.uran.ru Адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620108, Россия Тел.: +7 (343) 378–38–46

Методом измерения остаточного электрического сопротивления исследовано поведение интерметаллидных наночастиц типа Ni<sub>3</sub>Al и вакансионных дефектов в ГЦК-сплаве Fe-Ni-Al при отжигах и при электронном облучении. Было показано, что в закаленном сплаве Fe-Ni-Al при отжиге на ранних этапах происходит образование зон состава Ni<sub>3</sub>Al, повышающих остаточное электросопротивление, а при отжигах выше 700 K из них образуются наноразмерные (~4,5 нм) интерметаллидные выделения, равномерно распределенные в матрице сплава, рост которых приводит к уменьшению остаточного сопротивления. При облучении в районе комнатных температур происходит накопление вакансионных дефектов в виде вакансионных комплексов. Диссоциация этих комплексов в районе 400 K приводит к появлению свободно мигрирующих вакансий и усилению самодиффузии, приводящей к образованию зон состава Ni<sub>3</sub>Al. В районе 600–700 K процесс распада твердого раствора происходит термически. При более высоких температурах происходит формирование интерметаллидных частиц, характеризующееся спадом электросопротивления.

Ключевые слова: облучение, электроны, электросопротивление, сплав Fe-Ni-Al, интерметаллиды, стоки точечных дефектов, распад твердого раствора.

## 1. Введение

Аустенитные нержавеющие стали широко используются в качестве конструкционных материалов для компонентов атомных реакторов. Много усилий было сделано, чтобы продлить срок их службы за счет повышения сопротивления распуханию. Было замечено, что инкубационный период распухания в этих сталях коррелирует со временем перераспределения легирующих элементов и формированием выделений. Стойкость к распуханию сплавов на основе железа и никеля [1, 2] часто связывают с наличием однородно распределенных в матрице дисперсных выделений типа Ni<sub>3</sub>Al(Ti). Кроме того, прочность этих материалов зависит от состава, размера, плотности и пространственного распределения выделений [3]. Наличие мелкодисперсных выделений увеличивает концентрацию стоков и снижает среднюю концентрацию точечных дефектов, тем самым подавляя процесс распухания. Исследование [4] показало, что нанокристаллические частицы (наночастицы), такие как Ni<sub>3</sub>Al, образующиеся при термическом старении сплава Fe-Ni-Al, уменьшают накопление дефектов вакансионного типа под облучением.

Сплав Fe-Ni-Al служил модельным сплавом нержавеющих сталей для реакторов на быстрых нейтронах.

Метод измерения остаточного электросопротивления основан на том, что на него влияют точечные дефекты, растворенные примеси или вторичная фаза, присутствующая в виде дисперсии, поскольку все они могут влиять на рассеяние электронов проводимости. В работе [5] для аустенитной нержавеющей стали начальное увеличение удельного сопротивления приписывали рассеянию из небольших зон. Эти зоны вызывали максимальное рассеяние электронов проводимости при достижении ими диаметра примерно 1 нм. В работе [6] описано поведение удельного сопротивления в сплаве Nimonic PE16. Сделан вывод, что небольшие выделения размером от 1 до 2 нм были доминирующими рассеивателями электронов проводимости, тогда как в случае более крупных выделений демонстрируется незначительная способность рассеяния электронов. Измерения остаточного электросопротивления обеспечивают удобный и экспрессный метод неразрушающей оценки и используются в никелевых сплавах, суперсплавах и других дисперсионно-твердеющих системах [5–7].

Цель работы – изучение эволюции наноразмерных частиц интерметаллидов при различных температурах, накопления вакансионных дефектов в сплаве Fe-Ni-Al в условиях электронного облучения при комнатной и повышенных температурах и их отжига, а также исследование роли облучения в формировании и стабильности зон ультрадисперсных выделений фазы Ni<sub>3</sub>Al.

### 2. Материалы и методики

В работе использовался сплав Fe-Ni-Al, содержащий 31.2 ат.% Ni и 10.8 ат.% Al. Этот сплав является стареющим сплавом. При температурах выше 700 К в нем происходит выделение когерентных частиц  $\gamma'$ -фазы типа Ni<sub>3</sub>Al [8]. Содержание углерода было около 0,01 вес.%.

Пластины сплава толщиной 100 мкм после вакуумного переплава компонентов были получены холодной прокаткой. Из них электроискровым способом были вырезаны образцы для измерения электросопротивления длиной 8 мм с шириной рабочей части 0,6 мм. После этого образцы отжигали при 1373 К в атмосфере очищенного гелия в течение 1 ч, а затем закаливали в воду со скоростью  $\approx$ 500 К/с. После закалки образцы полировали электролитически с целью устранения поверхностных загрязнений. Рентгеноструктурный анализ закаленных образцов показал наличие в них100 % аустенитной фазы. Согласно оценкам по данным ПЭМ, средний размер зерна в образцах составлял  $\approx$ 50 мкм, а плотность дислокаций –  $\approx$ 10<sup>11</sup> м<sup>-2</sup>.

Режимы отжига и закалки выбирались с тем расчетом, чтобы исключить образование в сплаве интерметаллидных выделений при охлаждении. Часть закаленных образцов сплава отжигались при температурах 823, 923 и 1023 К в течение 3–35 ч с последующей закалкой в воду.

ПЭМ-исследования показали, что после старения при температурах 823–923 К в образцах сплава образуются частицы интерметаллидной у'-фазы Ni<sub>3</sub>Al.

Образцы сплава в закаленном состоянии облучали на линейном ускорителе электронами с энергией 5 МэВ при 300–600 К. Для обеспечения гомогенности облучения проводилось сканирование пучка электронов по облучаемому сечению. Температура в процессе облучения поддерживалась с точностью ±10 К. Максимальный флюенс составлял  $5 \cdot 10^{18}$  см<sup>-2</sup>, что соответствует в этом материале, согласно оценкам, повреждающей дозе ~ $5 \cdot 10^{-4}$  сна.

Изохронный отжиг – это серия коротких отжигов в течение одинакового времени на каждой ступени при ступенчато повышающейся температуре отжига с измерениями остаточного электросопротивления после каждой из ступеней. Облученные (и необлученный) образцы отжигали изохронно с шагами по 10 или 20 К и одинаковой средней скоростью 1 К/мин в атмосфере гелия, очищенного титановым геттером, в интервале от 300 до 900 К.

Остаточное электросопротивление при 4,2 К измеряли автоматической системой стандартным четырехконтактным способом с точностью 0,05 % и чувствительностью 10 нОм см.

/dream-iournal.orn



## 3. Результаты

Средний размер частиц, их плотность распределения и тип зависят от температуры и продолжительности отжига. Сплав, отожженный в вакууме при 923 К 3 часа, был исследован с помощью ПЭМ. Получено, что частицы образующегося интерметаллида состава Ni<sub>3</sub>Al изоморфны матрице и имеют размеры около 4,5 нм и концентрацию на уровне 10<sup>23</sup> м<sup>-3</sup> [4]. В случае отжига при более низких температурах размер и плотность частиц оценивалась с помощью теории Слезова [9].

## 3.1. Изменения электросопротивления при изотермическом отжиге

Электросопротивление зависит от присутствующих в твердом растворе точечных дефектов (вакансий, межузельных атомов, примесей) и от частиц другой фазы в мелкодисперсном состоянии.

Относительные изменения электросопротивления  $\Delta \rho / \rho_0$  сплавов, изотермически отжигаемых при различных температурах, в зависимости от времени показаны на рис. 1. При этом  $\rho_0$  – это значение сопротивления, полученное после закалки от температуры отжига 1373 К, а  $\Delta \rho$  – это его изменение от этого уровня.

Как видно из рисунка первоначально, для всех температур отжига наблюдается быстрый рост в пределах 4 %. Скорость роста увеличивается с ростом температуры отжига. При более низких температурах отжига, 573–623 К, дальнейший отжиг приводит к приближению прироста к постоянному значению. При более высоких температурах отжига, 773–823 К, рост сопротивления сменяется спадом электросопротивления ниже исходного значения на 6 % и более. Эти изменения происходят из-за совместного действия различных механизмов рассеяния электронов, которые становятся доминирующими на разных стадиях процесса старения [10].



Рис. 1. Изменения остаточного электросопротивления сплава Fe-Ni-Al при изотермическом отжиге при различных температурах: кривая *1* – 573 K; кривая *2* – 623 K; кривая *3* – 773 K; кривая *4* – 823 K

## 3.2. Электронное облучение

Электронному облучению подвергали стареющий сплав Fe-Ni-Al. Ранее было показано [11], что вакансии, генерируемые при облучении, подвижны при комнатной температуре в сплавах Fe-Ni инварного состава. Можно считать, что в нашем случае вакансии при об-

Danilov S. E. Formation of intermetallic particles in an Fe-Ni-Al alloy during annealing and electron irradiation // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. – 2022. – Iss. 6. – P. 107-116. – DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.107-116.



Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures Issue 6, 2022

http://dream-journal.org

ISSN 2410-9908

лучении также подвижны при комнатной температуре и образуют вакансионные комплексы (ВК). Основной эффект электронного облучения кроме накопления точечных дефектов заключается в повышении самодиффузии и диффузии элементов, образующих выделения, за счет образования и миграции точечных дефектов. В результате может происходить радиационноиндуцированное старение сплава с образованием наночастиц Ni<sub>3</sub>Al. С другой стороны, в сплаве к началу облучения могут существовать интерметаллидные частицы, образовавшиеся в сплаве после термического старения, и они могут уменьшить накопление дефектов. С изменением температуры облучения меняется и конфигурация ВК. При температуре облучения 573 К преобладающими кластерами являются двумерные ВК [11].



Рис. 2. Изменения электросопротивления закаленного сплава от дозы электронного облучения при различных температурах облучения: кривая *1* – 323 K; кривая *2* – 423 K; кривая *3* – 573 K

Относительные изменения сопротивления сплава Fe-Ni-Al в закаленном состоянии в зависимости от флюенса облучения при 323, 423 и 573 К показаны на рис. 2. Поведение сопротивления с увеличением флюенса сильно зависит от температуры облучения. Наблюдается небольшой прирост сопротивления (не более 0,5 %) при 323 К, что связано с накоплением точечных дефектов в виде ВК. Более высокий рост удельного сопротивления (4–5 %) происходит при температурах облучения 423 и 573 К. Сильный рост сопротивления при 573 К и облучении до  $1 \cdot 10^{18}$  см<sup>-2</sup> сменяется при дальнейшем увеличении дозы снижением с 5 % до 3,5 %. Известно [12], что в аустенитных сплавах увеличение удельного сопротивления пар Френкеля составляет около 10 мкОм·см (ат.%)<sup>-1</sup>. По нашим оценкам [11], при набираемой дозе  $5 \cdot 10^{18}$  см<sup>-2</sup> происходит повреждение на уровне  $5 \cdot 10^{-4}$  сна. Следовательно, максимальное увеличение удельного сопротивления увеличение удельного сопротивления на фоле.

#### 3.3. Изохронные отжиги после облучения

Изменение относительного сопротивления в зависимости от температуры изохронного отжига для сплава Fe-Ni-Al, облученного при различных температурах, представлено на рис. 3. Результаты изохронного отжига необлученного сплава в закаленном состоянии представлены там же. Нагрев при изохронных отжигах проводился со средней скоростью 1 К/мин.



ISSN 2410-9908



Рис. 3. Зависимости остаточного сопротивления сплава Fe-Ni-Al от температуры изохронного отжига для различных температур облучения: кривая *1* – 323 K; кривая *2* – 423 K; кривая *3* – 573 K; кривая *4* – необлученный образец

Как видно из рис. 3, поведение кривых отжига для сплава Fe-Ni-Al зависит от микроструктуры, образующейся при облучении. Рост электросопротивления в образце, облученном при 323 К, происходит при отжиге выше 420 К (см. рис. 3). В случае облучения при более высоких температурах 423 и 573 К этого роста нет. Рост электросопротивления в необлученном образце и в образце, облученном при 323 К, начинается при ~600 К. Выше 600 К кривые для необлученного образца и образца, облученного при 323 К, аналогичны. Обе кривые имеют максимум при ~700 К и спадают практически до исходного уровня при последующем повышении температуры. Кривые отжига образцов, облученных при повышенных температурах 423 и 573 К, не имеют такого роста в районе 600–700 К и почти постоянны до 700 К. Выше 700 К поведение кривых отжига всех образцов сходно. Таким образом, микроструктура сплава, сформировавшаяся при облучении, стабильна до 700 К. Выше 700 К для необлученного сплава и сплавов, облученных при различных температурах, значения электросопротивления падают.

## 4. Обсуждение

Увеличение остаточного электросопротивления, отмеченное вначале при изотермических отжигах (см. рис 1), может объясняться наличием очень мелких зон Ni<sub>3</sub>Al (субнано кластеры). Зоны Ni3Al действуют как дополнительные центры рассеяния электронов проводимости, тем самым увеличивая значения удельного сопротивления. Это напрямую связано с дисперсией зон, количественно определяемых средним межчастичным интервалом. Когда это значение близко к длине свободного пробега электрона, рассеяние, связанное с распределением частиц Ni3Al, приводит к росту удельного сопротивления для всех образцов на рис. 1. Это свидетельствует о наличии режима зарождения/роста во всех случаях. При температурах старения (573–623 K) стадия зародышеобразования «заморожена», а удельное сопротивление приближается к насыщению. При более высоких температурах старения (773–823 K) вслед за этапом роста сопротивления наблюдается спад удельного сопротивления. Это объясняется трансформацией зоны, занимаемой частицами Ni<sub>3</sub>Al, и их укрупнением, вероятно, в результате коалесценции. Это приводит к увеличению расстояния между частицами, что вызывает постепенное снижение электросопротивления. Действительно, образование Ni<sub>3</sub>Al выделений размером 1–2 нм для старения в течение 10–15 ч при 823 K подтверждено данными PAS и



ТЕМ [4]. Оценка диффузионной подвижности Al в Ni дает значение диффузионной длины  $L_{diff} \sim 10^{-3}$  нм при 623 К в течение 10 ч [13]. Таким образом, остаточное электросопротивление позволяет изучать распад твердого раствора на начальных стадиях, начиная с образования зон, приближающихся по составу к выделяющимся частицам интерметаллида. Эта интерпретация находится в соответствии с кривой для изохронного отжига необлученного образца на рис. 3.

В случае облучения генерируется большое количество вакансий и междоузлий, а удельное сопротивление зависит не только от накопления дефектов, но и от структурнофазовых превращений, особенно на этапах зарождения и роста  $\gamma'$ -выделений в сплавах на основе никеля. Из поведения сопротивления в сплаве Fe-Ni-Al можно сделать вывод, что миграция точечных дефектов, генерированных облучением, вызывает образование зон состава Ni<sub>3</sub>Al и их трансформацию в  $\gamma'$ -выделения под облучением уже при 573 К. Этот процесс обусловлен усилением диффузии. Оценки коэффициента радиационно-стимулированной диффузии с использованием приближений из работы [14] дают значение  $D_{\rm irr} = 1,2 \cdot 10^{-21}$  м<sup>2</sup>/с при 573 K, что на 6 порядков выше, чем коэффициент термодиффузии  $D_{\rm therm} = 1,4 \cdot 10^{-27}$  м<sup>2</sup>/с.

При температуре облучения 423 К удельное сопротивление растет, но скорость роста здесь ниже, чем при 573 К. Здесь отсутствует снижение электросопротивления при высоких флюенсах (см. рис. 2). В этом случае из-за меньшей диффузионной подвижности атомов растворенного вещества только зоны высокой плотности состава Ni<sub>3</sub>Al, повышающие электросопротивление, образовались при облучении. Можно предположить, что диффузия, вызванная облучением, достаточно высока, чтобы позволить идти процессу образования зон, но все же слишком низкая для полного процесса образования выделений во время облучения.

Поведение кривых изохронного отжига для сплава Fe-Ni-Al в облученном состоянии (см. рис. 3) зависит от микроструктуры, образующейся при облучении. При облучении при 323 К, как было показано в работе [8], образуются вакансионные кластеры трехмерной конфигурации, которые впоследствии при достижении 420 К в процессе изохронного отжига диссоциируют (см. рис. 3). Образующиеся при диссоциации свободно мигрирующие вакансии ускоряют диффузию легирующих элементов и формирование зон Ni<sub>3</sub>Al, приводящих к росту сопротивления.

Следует обратить внимание на кривую отжига для необлученного образца. Интенсивный рост электросопротивления в этом образце начинается при ~600 К, т. е. зоны Ni<sub>3</sub>Al при термическом старении имеют место при температуре на 200 К выше, чем в образце, облученном при комнатной температуре. Выше 600 К кривые для необлученных и облученных при 323 К образцов аналогичны. Обе кривые достигают максимума при ~700 К и падают практически до начального уровня при последующем повышении температуры. Уменьшение удельного сопротивления при более высоких температурах чем 700 К (за наблюдаемым максимумом) в этих образцах связано с трансформацией зон в частицах Ni<sub>3</sub>Al и их постепенным превращением в интерметаллидные выделения. Поведение кривых отжига образцов, облученных при повышенных температурах, показывает, что значения электросопротивления почти постоянны до 700 К, т. е. образование зон Ni<sub>3</sub>Al происходит уже во время облучения. Концентрация термических вакансий и, соответственно, диффузия атомов мала до 700 К и недостаточна для эволюции. Выше 700 К поведение кривых отжига для образцов, облученных при повышенных температурах, аналогично поведению кривых для других образцов, облученных при повышенных температурах, аналогично поведению кривых для других образцов.

### 5. Заключение

Путем измерения удельного сопротивления исследовались зарождение, рост и эволюция интерметаллидных выделений при отжигах и облучении в сплаве Fe–31,2 ат. % Ni–10,8 ат .% Al (Fe–Ni–Al).

Термический отжиг при 600–700 К приводит к образованию зон состава Ni<sub>3</sub>Al и росту электросопротивления. При более высоких температурах отжига (770–820 К) происходит

преобразование этих зон в интерметаллидные выделения и их укрупнение, сопровождающееся спадом электросопротивления.

Облучение в области комнатных температур приводит к накоплению вакансионных кластеров, которые диссоциируют при температуре около 420 К. Эта диссоциация вызывает аналогичный изотермическому отжигу процесс образования зон предвыделения состава Ni<sub>3</sub>Al, выраженный в росте электросопротивления.

Облучение при повышенных температурах 423 К и 573 К за счет радиационной диффузии приводит также к образованию зон предвыделений, и росту электросопротивления. При более высоких температурах (выше 700 К) при изохронном отжиге после всех облучений происходит формирование выделений и их укрупнение.

Необходимы дополнительные исследования, чтобы лучше понять, как когерентные интерметаллические выделения влияют на эволюцию точечных дефектов, и измерение остаточного электросопротивления в сочетании с методом аннигиляции позитронов представляется многообещающим подходом к исследованиям этого явления.

### Благодарность

Исследование выполнено в рамках государственного задания Минобрнауки России (тема «Функция» Г.р. № 122021000035-6).

### Литература

1. Williams K. R., Fisher S. B. The void swelling of a  $\gamma'$ -hardened alloy // Radiation Effects. – 1972. – 15. – P. 243–250.

2. An experimental survey of swelling in commercial Fe–Cr–Ni alloys bombarded with 5 MeV Ni Ions / W. G. Johnston, J. H. Rosolowsky, A. M. Turkalo, T. Lauritze // J. Nucl. Mater. – 1974. – 54 (1). – P. 24–40. – DOI: 10.1016/0022-3115(74)90073-7.

3. Паршин А. М. Структура, прочность и радиационная повреждаемость коррозионностойких сталей и сплавов. – Челябинск : Металлургия, 1988. – 665 с.

4. Druzhkov A. P., Perminov D. A., Pecherkina N. L. Positron annihilation spectroscopy characterization of effect of intermetallic nanoparticles on accumulation and annealing of vacancy defects in electron-irradiated Fe-Ni-Al alloy // Philosophical Magazine. – 2008. – Vol. 88. – P. 959–976. – DOI: 10.1080/14786430802014670.

5. Wilson G., Pickering F. B. A study of zone formation in an austenitic steel containing 4% titanium // Acta Metallurgica. – 1968. – 16 (1). – P. 115–131. – DOI: 10.1016/0001-6160(68)90080-1.

6. A resistometric study of ageing in nimonic alloys (I). PE16 / R. J. White, S. B. Fisher, K. M. Miller, G. A. A. Swallow // J. Nucl. Mater. -1974. - Vol. 52 (1). - P. 51–58. - DOI: 10.1016/0022-3115(74)90024-5.

7. Whelchel R. L., Kelekanjeri V. S. K. G., Gerhardt R. A. Mechanical and electrical characterisation in age hardened Waspaloy microstructures // International Heat Treatment & Surface Engineering. – 2009. – 3 (1). – P. 35–39. – DOI: 10.1179/174951409X12450558152589.

8. Formation and evolution of intermetallic nanoparticles and vacancy defects under irradiation in Fe–Ni–Al ageing alloy characterized by resistivity measurements and positron annihilation / A. P. Druzhkov, S. E. Danilov, D. A. Perminov, & V. L. Arbuzov // Journal of Nuclear Materials. – 2016. – 476. – P. 168–178. – DOI: 101016/jjnucmat201604045.

9. Lifschitz I. M., Slyozov V. V. The Kinetics of Precipitation from Supersaturated Solid Solutions // J. Phys, Chem. Solids. – 1961. – Vol. 19 (1–2). – P. 35–50. – DOI: 10.1016/0022-3697(61)90054-3.





10. Quantification of the coarsening kinetics of  $\gamma'$  precipitates in Waspaloy microstructures with different prior homogenizing treatments / V. S. K. G. Kelekanjeri, L. Moss, R. A. Gerhardt, J. Ilavsky // Acta Mater. – 2009. – 57 (16). – P. 4658–4670. – DOI: 10.1016/j.actamat.2009.06.019. 11. Arbuzov V. L., Druzhkov A. P., Danilov S. E. Effects of phosphorus on defects accumulation and annealing in electron-irradiated Fe–Ni austenitic alloys // J. Nucl. Mater. – 2001. – 295. – P. 273–280. – DOI: 10.1016/S0022-3115(01)00505-0.

12. Dimitrov C., Dimitrov O., Dworschak F. The interaction of self interstitials with undersized solute atoms in electron-irradiated aluminium // Journal of Physics F: Metal Physics. – 1978. – 8. – P. 1031–1052. – DOI: 10.1088/0305-4608/8/6/009.

13. Ardell A. J. & Nicholson R. B. On the modulated structure of aged Ni-Al alloys // Acta Metall. – 1966. – 14 (10). – P. 1295–309.

14. An intermetallic forming steel under radiation for nuclear applications / C. Hofer, E. Stergar, S. A. Maley, Y. Q. Wang, P. Hosemann // J. Nucl. Mater. – 2015. – 458. – P. 361–368. – DOI: 10.1016/j.jnucmat.2014.12.099.