

DREAM

<http://dream-journal.org>

ISSN 2410-9908

DOI: 10.17804/2410-9908.2020.6

Diagnostics, Resource and Mechanics
of materials and structures

<http://dream-journal.org>

6,2020
November-December

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)
Mitko M. Mihovski (Bulgaria)
Nikita F. Morozov (Russia)
Vladimir V. Moskvichev (Russia)
Sergey V. Panin (Russia)
Vasily M. Fomin (Russia)
Shao Wen-zhu (China)

Editorial Board

Boris V. Artemyev (Moscow)
Vladimir A. Bataev (Novosibirsk)
Aleksandr K. Belyaev (St.-Peterburg)
Vera V. Berezovskaya (Ekaterinburg)
Sergey V. Burov (Ekaterinburg)
Vladimir O. Vaskovsky (Ekaterinburg)
Dmitry I. Vichuzhanin (Ekaterinburg)
Mladen N. Georgiev (Sofia, Bulgaria)
Vladimir G. Degtyar (Miass)
Igor G. Emelyanov (Ekaterinburg)
Sergey M. Zadvorkin (Ekaterinburg)
Alexander G. Zalazinsky (Ekaterinburg)
Anatoly V. Kononov (Ekaterinburg)
Vladimir N. Kostin (Ekaterinburg)
Aleksey V. Makarov (Ekaterinburg)
Vladimir A. Mironov (Ekaterinburg)
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)
Yury V. Subachev (Ekaterinburg)
Alexander I. Ulyanov (Izhevsk)
Yulia V. Khudorozhkova (Ekaterinburg)

Elena 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>

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.**

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, Ph.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)
Матвеев Валерий Павлович, академик РАН, д.т.н. (Россия)
Махутов Николай Андреевич, член-корр. РАН, д.т.н. (Россия)
Миховски Митко Минков, д.т.н. (Республика Болгария)
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)

Редакционная коллегия:

Артемьев Борис Викторович, д.т.н., (Москва)
Батаев Владимир Андреевич, д.т.н. (Новосибирск)
Беляев Александр Константинович, член-корр. РАН, д.ф.-м.н., (Санкт-Петербург)
Березовская Вера Владимировна, д.т.н., (Екатеринбург)
Буров Сергей Владимирович, к.т.н. (Екатеринбург)
Васьковский Владимир Олегович, д.ф.-м.н. (Екатеринбург)
Вичужанин Дмитрий Иванович, к.т.н. (Екатеринбург)
Георгиев Младен Николов, д.т.н. (София, Республика Болгария)
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)
Макаров Алексей Викторович, член-корр. РАН, д.т.н. (Екатеринбург)
Мионов Владимир Александрович, д.м.н. (Екатеринбург)
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, 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)
Субачев Юрий Владимирович, 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

CONTENTS

IN MEMORY OF EDUARD STEPANOVICH GORKUNOV	6
Smirnov A. S., Konovalov A. V. and Kanakin V. S. Neural network modeling of the rheology of the ALMg6 alloy under the dispersoid barrier effect and the inhibition of dynamic relaxation processes	10
Perminov D. A. A positron annihilation study of defect accumulation in phosphorus- and titanium-alloyed austenitic stainless steels under electron irradiation at room temperature	27
Reutov Yu. Ya. A peculiarity of the magnetization of a ferromagnet by an alternating field	35
Danilov S. E. and Arbuzov V. L. Production of pure nickel alloys doped with sulfur and phosphorus	48
Koroleva L. F., Larionov L. P. and Dobrinskaya M. N. Implants and bone technology with the use of doped calcium carbonate phosphates	54

СОДЕРЖАНИЕ

ПАМЯТИ ЭДУАРДА СТЕПАНОВИЧА ГОРКУНОВА	6
Смирнов А. С., Коновалов А. В., Канакин В. С. Нейросетевое моделирование реологии сплава АМГ6 в условиях проявления барьерного эффекта дисперсоидами и замедления динамических релаксационных процессов	10
Перминов Д. А. Позитронные аннигиляционные исследования накопления дефектов в легированных фосфором и титаном аустенитных нержавеющей сталей в процессе облучения электронами при комнатной температуре	27
Реутов Ю. Я. Особенность намагничивания ферромагнетика переменным полем	35
Данилов С. Е., Арбузов В. Л. Получение чистых сплавов никеля, легированных серой и фосфором	48

ПАМЯТИ ЭДУАРДА СТЕПАНОВИЧА ГОРКУНОВА

25 октября на 76-м году скончался инициатор создания и главный редактор журнала «DIAGNOSTICS, RESOURCE AND MECHANICS of materials and structures» Эдуард Степанович Горкунов, академик Российской академии наук, профессор, доктор технических наук.



С его уходом из жизни российская наука потеряла крупнейшего специалиста в области разработки и создания магнитных, электромагнитных и электромагнитно-акустических методов неразрушающего контроля и технических средств оценки фактических состояний изделий и элементов конструкций, определения ресурса ответственных объектов техники. Академиком Э.С. Горкуновым на основе фундаментальных исследований процессов перемагничивания и установления их связи со структурным состоянием, химическим и фазовым составами, прочностными характеристиками материалов и изделий развито новое научное направление по определению комплекса физико-механических свойств и качества изготовления металлопроката, деталей машин и механизмов. Э.С. Горкуновым разработаны теоретические основы структуроскопии изделий и диагностики элементов конструкций посредством анализа устойчивости магнитных состояний к воздействиям электромагнитного поля, упругих деформаций и температуры; развита концепция оценки уровня внутренних напряжений, степени упругопластической деформации изделий из ферромагнитных материалов с привлечением известных и новых физических явлений – электромагнитно-акустического преобразования, магнитоупругой акустической эмиссии и пьезодинамической намагниченности; разработаны принципы и созданы методы электромагнитного контроля абразивной износостойкости стальных изделий, режущей способности твердосплавного инструмента, а также вихретоковые методы оценки износа пар трения; создана методика определения ресурса работы трибосопряжений на основе анализа размеров и магнитных характеристик частиц износа в смазке.



В последние годы под руководством Э.С. Горкунова развивалось новое научное направление, связанное с оценкой поврежденности металлов и созданием методов расчета остаточного ресурса элементов конструкций на основе данных определения их текущих прочностных характеристик неразрушающими физическими методами. Для решения практических задач неразрушающего контроля на предприятиях России и стран СНГ ученым разработаны многочисленные методики контроля, для их реализации сконструированы приборы, оснащенные оригинальными первичными преобразователями. Большое значение имели его исследования для обеспечения обороноспособности страны. Э.С. Горкунов – автор более 600 публикаций, в том числе 10 монографий, 20 обзоров и 36 авторских свидетельств (патентов). На трудах Э.С. Горкунова выросло не одно поколение российских и зарубежных специалистов в области неразрушающего контроля и технической диагностики.

Научную деятельность Э.С. Горкунов начал в 1970 г. в известной Уральской школе магнитных и электромагнитных физических методов неразрушающего контроля, будучи аспирантом члена-корреспондента АН СССР профессора М.Н. Михеева. Затем до 1994 г. работал в этом научном направлении в Институте физики металлов УрО РАН в Свердловске и в созданном им в Ижевске отделе ИФМ УрО РАН, позднее преобразованном в Физико-технический институт УрО РАН. В 1987 г. Э.С. Горкунов возглавил лабораторию своего учителя М.Н. Михеева, вышедшего на заслуженный отдых. В 1977 г. защитил кандидатскую, а в 1988 г. – докторскую диссертацию, в 1997 г. избран членом-корреспондентом и в 2011 г. – действительным членом Российской академии наук.



Около 25 лет жизнь Э.С. Горкунова была неразрывно связана с Институтом машиноведения УрО РАН, который он возглавлял с 1994 по 2015 гг., а затем стал его научным руководителем. И в тех успехах, которых достиг коллектив Института к настоящему времени, значительная доля труда и участия именно Эдуарда Степановича. Он был назначен директором в сложное время, и в тяжелейших условиях колоссальных финансовых и организационных трудностей сумел сплотить коллектив и фактически был создателем Института машиноведения УрО РАН в его современном виде. Э.С. Горкунов внес основополагающий вклад в формирование и развитие научных направлений Института, который под его руководством был оснащен мощной современной приборной исследовательской базой, благодаря которой сотрудники Института успешно и результативно развивают широкий спектр перспективных исследований. Высокая репутация Института и получение 1-й категории в референтной группе «Производственные технологии и технологии машиностроения» – заслуга прежде всего Эдуарда Степановича.

Э.С. Горкунов всегда успешно сочетал плодотворную научную деятельность с научно-организационной работой на самых ответственных и важных постах. С 1995 г. он занимал пост заместителя Председателя Уральского отделения РАН; был членом межведомственного Совета по присуждению премий Правительства РФ в области науки и техники, членом координационного совета и его рабочей группы по вопросам транспортного машиностроения при департаменте транспортного и специального машиностроения Министерства промышленности и торговли РФ, членом национального аттестационного комитета России по неразрушающему контролю. Э.С. Горкунов входил в состав российской части Межакадемического совета по проблемам развития Союзного государства, был вице-президентом Российского общества неразрушающего контроля и технической диагностики, членом Президиума Высшей аттестационной комиссии при Министерстве образования и науки РФ, членом Совета РАН по инновационным проблемам транспорта и логистике, членом координационного совета по техническим наукам при Президиуме РАН, членом секции «Навигация и управление ВВСТ» Совета РАН по исследованиям в области обороны, а также членом совета при Министерстве промышленности и науки Свердловской области

по вопросам развития промышленного комплекса Свердловской области, в том числе развития импортозамещения и научно-производственной кооперации в курируемых отраслях промышленности и членом межведомственной комиссии Свердловской области по оценке возможности заключения специальных инвестиционных контрактов для отдельных отраслей промышленности Свердловской области.

Много сделано Э.С. Горкуновым для повышения престижа российской науки в области неразрушающего контроля и технической диагностики и развитию международного научного сотрудничества, в течение многих лет он был заместителем главного редактора журнала «Дефектоскопия». Э.С. Горкунов достойно представлял Россию на международном уровне, будучи Президентом Российского общества неразрушающего контроля и технической диагностики, действительным членом Международной академии неразрушающего контроля, почетным членом Болгарского и Израильского обществ неразрушающего контроля, членом оргкомитетов и руководителем секций самых престижных национальных, всемирных и европейских конференций.



Много энергии, знаний и душевного тепла Э.С. Горкунов отдавал воспитанию молодого поколения, способствуя их профессиональному и научному росту. Среди его учеников 2 доктора и 13 кандидатов наук.

Заслуги Э.С. Горкунова отмечены высокими государственными и научными наградами: является лауреатом премии Правительства Российской Федерации, Государственной премии Российской Федерации в области науки и техники, награжден орденом Дружбы, орденом Почета, Золотой медалью УрО РАН имени академика С.В. Вонсовского, медалью УрО РАН имени академика В.П. Макеева, медалями Федерации космонавтики РФ имени С.П. Королева, М.Ф. Решетнева и Н.А. Семихатова, дипломом Общественного проекта «Признание».

Память о нашем коллеге Эдуарде Степановиче Горкунове как о блестящем ученом, крупном организаторе науки, добром и интересном человеке навсегда останется в наших сердцах.

*Коллектив сотрудников ИМАШ УрО РАН
Редакционная коллегия журнала DREAM*

Received: 02.10.2020
Revised: 02.12.2020
Accepted: 18.12.2020
DOI: 10.17804/2410-9908.2020.6.010-026

NEURAL NETWORK MODELING OF THE RHEOLOGY OF THE AlMg6 ALLOY UNDER THE DISPERSOID BARRIER EFFECT AND THE INHIBITION OF DYNAMIC RELAXATION PROCESSES

A. S. Smirnov*, A. V. Konovalov, and V. S. Kanakin

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

a)  <http://orcid.org/0000-0002-5826-491X>  smirnov@imach.uran.ru;
 b)  <http://orcid.org/0000-0001-9131-8636>  avk@imach.uran.ru;
 c)  kanakin.v.s@gmail.com

*Corresponding author. E-mail: smirnov@imach.uran.ru
 Address for correspondence: 34 Komsomolskaya St., Ekaterinburg, 620049, Russian Federation
 Tel.: +7 (343) 362 30 43; fax: +7 (343) 374 53 30

The paper deals with a neural network to model the flow stress of the AlMg6 alloy at temperatures ranging between 300 and 500 °C and strain rates from 1 to 25 s⁻¹. In this temperature–strain-rate range, the movement of free dislocations is blocked and dynamic relaxation processes are inhibited. The results of training the neural network and its verification at a temperature not used in the training show that neural networks with a single hidden layer can correctly approximate and predict the rheological behavior of the AlMg6 alloy for the studied temperature–strain-rate range of deformation.

Keywords: neural network, flow stress, high temperature, aluminum alloy, AlMg6, barrier effect.

Acknowledgment

The work was financially supported by the RFBR, grant 19-08-00765 (modeling the rheological behavior of materials); it was also performed as part of the research program of the Institute of Engineering Science, UB RAS, project AAAA-A18-118020790140-5, (studying the rheological behavior of the AlMg6 alloy).

References

1. Vichuzhanin D.I., Khotinov V.A., Smirnov S. V. The Effect of the Stress State on the Ultimate Plasticity of Steel X80. *Diagnosics, Resource and Mechanics of materials and structures*, 2015, iss. 1, pp. 73–89. DOI: 10.17804/2410-9908.2015.1.073-089. Available at: http://dream-journal.org/issues/2015-1/2015-1_21.html
2. Smirnov S.V., Vichuzhanin D.I., Nesterenko A.V., Smirnov A.S., Pugacheva N.B., Konovalov A.V. A fracture locus for a 50 volume-percent Al/SiC metal matrix composite at high temperature. *Int. J. Mater. Form.*, 2017, vol. 10, no. 5, pp. 831–843. DOI: 10.1007/s12289-016-1323-6.
3. Smirnov S.V., Vichuzhanin D.I., Nesterenko A.V., Igumnov A.S. A fracture locus for commercially pure aluminum at 300°C. *AIP Conf. Proc.*, 2016, vol. 1785, pp. 1–5. DOI: 10.1063/1.4967124.
4. Smirnov S.V. Accumulation and Healing of Damage during Plastic Metal Forming Simulation and Experiment. *Key Eng. Mater.*, 2012, vol. 528, pp. 61–69. DOI: 10.4028/www.scientific.net/KEM.528.61.

5. Rollett A., Humphreys F., Rohrer G.S., Hatherly M. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Elsevier Ltd., 2004, 628 p.
6. Doherty R.D., Hughes D.A., Humphreys F.J., Jonas J.J., Juul Jensen D., Kassner M.E., King W.E., McNelley T.R., McQueen H.J., Rollett A.D. Current issues in recrystallization: A review. *Mater. Sci. Eng. A*, 1997, vol. 238, no. 2, pp. 219–274. DOI: 10.1016/S0921-5093(97)00424-3.
7. Polukhin P.I., Gorelik S.S., Vorontsov V.K. *Fizicheskie osnovy plasticheskoi deformatsii* [Basic physics of plastic deformation]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1982, 584 p. (In Russian).
8. Gorelik S.S., Dobatkin S.V., Kaputkina L.M. *Rekristallizatsiya metallov i splavov* [Recrystallization of Metals and Alloys, 3 ed.]. Moscow, MISSIS Publ., 2005, 432 p. (In Russian).
9. Shibkov A.A., Mazilkin A.A., Protasova S.G., Mikhlik D.V., Zolotov A.E., Zheltov M.A., Shuklinov A.V. The influence of impurities on discontinuous deformation of the AMg6 alloy. *Deformatsiya i razrusheniye materialov*, 2008, no. 5, pp. 24–32. (In Russian).
10. Chen S., Xie X., Chen B., Qiao J., Zhang Y., Ren Y., Dahmen K.A., Liaw P.K. Effects of Temperature on Serrated Flows of Al_{0.5}CoCrCuFeNi High-Entropy Alloy. *JOM*, 2015, vol. 67 (10), pp. 2314–2320. DOI: 10.1007/s11837-015-1580-8.
11. Belyaev A.I., Bochvar O.S., Buynov N.N. *Metallovedenie alyuminiya i ego splavov* [Physical Metallurgy of Aluminium and its Alloys]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1983, 280 p. (In Russian).
12. Anjabin N., Karimi Taheri A., Kim H.S. Simulation and experimental analyses of dynamic strain aging of a supersaturated age hardenable aluminum alloy. *Mater. Sci. Eng. A*, 2013, vol. 585, pp. 165–173.
13. Wang C., Xu Y., Han E. Serrated flow and abnormal strain rate sensitivity of a magnesium–lithium alloy. *Mater. Lett.*, 2006, vol. 60, no. 24, pp. 2941–2944.
14. Hähner P., Rizzi E. On the kinematics of Portevin–Le Chatelier bands: Theoretical and numerical modelling. *Acta Mater.*, 2003, vol. 51, no. 12, pp. 3385–3397. DOI: 10.1016/S1359-6454(03)00122-8.
15. Krishtal M.M. Discontinuous fluidity in aluminium–magnesium alloys. *Fizika metallov i metallovedeniye*, 1990, no. 12, pp. 140–143. (In Russian).
16. Rizzi E., Hähner P. On the Portevin–Le Chatelier effect: Theoretical modeling- and numerical results. *Int. J. Plast.*, 2004, vol. 20, no. 1, pp. 121–165. DOI: 10.1016/S0749-6419(03)00035-4.
17. Smirnov S.V., Veretennikova I.A., Vichuzhanin D.I. Modeling of delamination in multilayer metals produced by explosive welding under plastic deformation. *Comput. Contin. Mech.*, 2014, vol. 7, no. 4, pp. 398–411. DOI: 10.7242/1999-6691/2014.7.4.38.
18. Xu W., Jin X., Xiong W., Zeng X., Shan D. Study on hot deformation behavior and workability of squeeze-cast 20 vol%SiCw/6061Al composites using processing map. *Mater. Charact.*, 2018, vol. 135, pp. 154–166. DOI: 10.1016/j.matchar.2017.11.026.
19. Jang D.H., Kim W.J. Warm Temperature Deformation Behavior and Processing Maps of 5182 and 7075 Aluminum Alloy Sheets with Fine Grains. *Met. Mater. Int.*, 2018, vol. 24, no. 3, pp. 455–463. DOI: 10.1007/s12540-018-0061-3.
20. Lu J., Song Y., Hua L., Zheng K., Dai D. Thermal deformation behavior and processing maps of 7075 aluminum alloy sheet based on isothermal uniaxial tensile tests. *J. Alloys Compd.*, 2018, vol. 767, pp. 856–869. DOI: 10.1016/j.jallcom.2018.07.173.
21. Chen G., Chen L., Zhao G., Lu B. Investigation on longitudinal weld seams during porthole die extrusion process of high strength 7075 aluminum alloy. *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, 2017, vol. 91, nos. 5–8, pp. 1897–1907. DOI: 10.1007/s00170-016-9902-8.
22. Abo-Elkhier M. Modeling of High-Temperature Deformation of Commercial Pure Aluminum (1050). *J. Mater. Eng. Perform.*, 2004, vol. 13, no. 2, pp. 241–247. DOI: 10.1361/10599490418280.
23. Kodzhaspirov G. E., Physical modeling of thermomechanical processing processes and structure control of structural steel *Voprosy materialovedeniya*, 2009, no. 3, pp. 65–84. (In Russian).

24. Polukhin P.I., Gun G.YA., Galkin A.M. *Soprotivleniye plasticheskoy deformatsii metallov i splavov: spravochnik* [Flow stress of metals and alloys: handbook, 2 ed.]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1983, 352 p. (In Russian).
25. Lin Y.C., Chen X.-M. A critical review of experimental results and constitutive descriptions for metals and alloys in hot working. *Mater. Des.*, 2011, vol. 32, no. 4, pp. 1733–1759. DOI: 10.1016/j.matdes.2010.11.048.
26. Mochalov N.A., Galkin A.M., Mochalov S.N., Parfenov D.Yu., *Plastometricheskie issledovaniya metallov* [Plastometric Studies of Metals]. Moscow, Internet Inzhiniring Publ., 2003, 318 p. (In Russian).
27. Gourdet S., Montheillet F. A model of continuous dynamic recrystallization. *Acta Mater.*, 2003, vol. 51, no. 9, pp. 2685–2699. DOI: 10.1016/S1359-6454(03)00078-8.
28. Konovalov A.V. Viscoplastic model for the resistance of metals to high-temperature deformation. *Metally*, 2005, no. 5, pp. 94–98. (In Russian).
29. Maizza G., Pero R., Richetta M., Montanari R., Mater J. Continuous dynamic recrystallization (CDRX) model for aluminum alloys. *J. Mater. Sci.*, 2018, vol. 53, no. 6, pp. 4563–4573. DOI: 10.1007/s10853-017-1845-4.
30. Sun Z.C., Wu H.L., Cao J., Yin Z.K. Modeling of continuous dynamic recrystallization of Al-Zn-Cu-Mg alloy during hot deformation based on the internal-state-variable (ISV) method. *Int. J. Plast.*, 2018, vol. 106, pp. 73–87. DOI: 10.1016/j.ijplas.2018.03.002.
31. Smirnov A.S., Konovalov A.V., Muizemnek O.Yu. Modelling and Simulation of Strain Resistance of Alloys Taking into Account Barrier Effects. *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*, 2015, iss. 1, pp. 61–72. DOI: 10.17804/2410-9908.2015.1.061-072. URL: http://dream-journal.org/issues/2015-1/2015-1_18.html
32. Kondratev N.S., Trusov P.V. Calculation of the intergranular energy in two-level physical models for describing thermomechanical processing of polycrystals with account for discontinuous dynamic recrystallization. *Int. J. Nanomechanics Sci. Technol.*, 2016, vol. 7, no. 2, pp. 107–122. DOI: 10.1615/NanomechanicsSciTechnolIntJ.v7.i2.20.
33. Zhang C., Zhang L.-W., Shen W.-F., Xia Y.-N., Yan Y.-T. 3D Crystal Plasticity Finite Element Modeling of the Tensile Deformation of Polycrystalline Ferritic Stainless Steel. *Acta Metall. Sin. (English Lett.)*, 2017, vol. 30, no. 1, pp. 79–88. DOI: 10.1007/s40195-016-0488-9.
34. Opěla P., Kawulok P., Schindler I., Kawulok R., Rusz S., Navrátil H. On the zener-hollomon parameter, multi-layer perceptron and multivariate polynomials in the struggle for the peak and steady-state description. *Metals*, 2020, vol. 10, no. 11, pp. 1–20. DOI: 10.3390/met10111413.
35. Panicker S.S., Prasad K.S., Basak S. Panda S.K., Constitutive Behavior and Deep Drawability of Three Aluminum Alloys Under Different Temperatures and Deformation Speeds. *J. Mater. Eng. Perform.*, 2017, vol. 26, no. 8, pp. 3954–3969. DOI: 10.1007/s11665-017-2837-x.
36. Lin Y.C., Zhang J., Zhong J. Application of neural networks to predict the elevated temperature flow behavior of a low alloy steel. *Comput. Mater. Sci.*, 2008, vol. 43, no. 4, pp. 752–758. DOI: 10.1016/j.commatsci.2008.01.039.
37. Zhu Y., Cao Y., Liu C., Luo R., Li N. Shu G., Huang G., Liu Q., Dynamic behavior and modified artificial neural network model for predicting flow stress during hot deformation of Alloy 925. *Mater. Today Commun.*, 2020, vol. 25. DOI: 10.1016/j.mtcomm.2020.101329.
38. Yuan Z., Li F., Ji G., Qiao H., Li J. Flow stress prediction of SiCp/Al composites at varying strain rates and elevated temperatures. *J. Mater. Eng. Perform.*, 2014, vol. 23, no. 3, pp. 1016–1027. DOI: 10.1007/s11665-013-0838-y.
39. Lin Y.C., Fang X., Wang Y.P. Prediction of metadynamic softening in a multi-pass hot deformed low alloy steel using artificial neural network. *J. Mater. Sci.*, 2008, vol. 43, no. 16, pp. 5508–5515. DOI: 10.1007/s10853-008-2832-6.

40. Singh K., Rajput S.K., Mehta Y. Modeling of the hot deformation behavior of a high phosphorus steel using artificial neural networks. *Materials Discovery*, 2016, vol. 6, pp. 1–8. DOI: 10.1016/j.md.2017.03.001.
41. Bahrami A., Anijdan S.H.M. Hosseini H.R.M., Shafyei A., Narimani R., Effective parameters modeling in compression of an austenitic stainless steel using artificial neural network. *Comput. Mater. Sci.*, 2005, vol. 34, no. 4, pp. 335–341. DOI: 10.1016/j.commatsci.2005.01.006.
42. Li H.Y., Wei D.D., Li Y.H., Wang X.F., Application of artificial neural network and constitutive equations to describe the hot compressive behavior of 28CrMnMoV steel. *Mater. Des.*, 2012, vol. 35, pp. 557–562. DOI: 10.1016/j.matdes.2011.08.049.
43. Ji G., Li F., Li Q., Li H., Li Z. A comparative study on Arrhenius-type constitutive model and artificial neural network model to predict high-temperature deformation behaviour in Aermet100 steel. *Mater. Sci. Eng. A.*, 2011, vol. 528, no. 13–14, pp. 4774–4782. DOI: 10.1016/J.MSEA.2011.03.017.
44. Reddy N.S., Lee Y.H., Park C.H., Lee C.S. Prediction of flow stress in Ti-6Al-4V alloy with an equiaxed $\alpha + \beta$ microstructure by artificial neural networks. *Mater. Sci. Eng. A*, 2008, vol. 492, no. 1–2, pp. 276–282.
45. Guo L.F., Li B.C., Zhang Z.M. Constitutive relationship model of TC21 alloy based on artificial neural network. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* (English Ed. The Nonferrous Metals Society of China, 2013, vol. 23, no. 6, pp. 1761–1765. DOI: 10.1016/S1003-6326(13)62658-8.
46. Sabokpa O., Zarei-Hanzaki A., Abedi H.R., Haghdadi N. Artificial neural network modeling to predict the high temperature flow behavior of an AZ81 magnesium alloy. *Mater. Des.*, 2012, vol. 39, pp. 390–396. DOI: 10.1016/j.matdes.2012.03.002.
47. Sani S.A., Ebrahimi G.R., Vafaenezhad H., Kiani-Rashid A.R. Modeling of hot deformation behavior and prediction of flow stress in a magnesium alloy using constitutive equation and artificial neural network (ANN) model. *J. Magnes. Alloy*, 2018, vol. 6, no. 2, pp. 134–144. DOI: 10.1016/j.jma.2018.05.002.
48. Anaraki M.T., Sanjari M., Akbarzadeh A. Modeling of high temperature rheological behavior of AZ61 Mg-alloy using inverse method and ANN. *Mater. Des.*, 2008, vol. 29, no. 9, pp. 1701–1706. DOI: 10.1016/j.matdes.2008.03.027.
49. Mehtedi M. El, Forcellese A., Greco L., Perialisi M., Simoncini M. Flow curve prediction of ZAM100 magnesium alloy sheets using artificial neural network-based models. *Procedia CIRP*, 2019, vol. 79, p. 661–666. DOI: 10.1016/j.procir.2019.02.050.
50. Song R.G., Zhang Q.Z., Tseng M.K., Zhang B.J. The application of artificial neural networks to the investigation of aging dynamics in 7175 aluminium alloys. *Mater. Sci. Eng. C*, 1995, vol. 3, no. 1, pp. 39–41.
51. Bruni C., Forcellese A., Gabrielli F., Simoncini M. Modelling of the rheological behaviour of aluminium alloys in multistep hot deformation using the multiple regression analysis and artificial neural network techniques. *J. Mater. Process. Technol.*, 2006, vol. 177, no. 1–3, pp. 323–326. DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2006.03.230.
52. Dixit M.C., Srivastava N., Rajput S.K. Modeling of flow stress of AA6061 under hot compression using artificial neural network. *Mater. Today Proc.*, 2017, vol. 4, no. 2, pp. 1964–1971. DOI: 10.1016/j.matpr.2017.02.042.
53. Haghdadi N., Zarei-Hanzaki A., Khalesian A.R., Abedi H.R. Artificial neural network modeling to predict the hot deformation behavior of an A356 aluminum alloy. *Mater. Des.*, 2013, vol. 49, pp. 386–391. DOI: 10.1016/j.matdes.2012.12.082.
54. Lu Z., Pan Q., Liu X., Qin Y., He Y., Cao S. Artificial neural network prediction to the hot compressive deformation behavior of Al-Cu-Mg-Ag heat-resistant aluminum alloy. *Mech. Res. Commun.*, 2011, vol. 38, no. 3, pp. 192–197. DOI: 10.1016/j.mechrescom.2011.02.015.

55. Yang Y., Li F., Yuan Z., Qiao H. A modified constitutive equation for aluminum alloy reinforced by silicon carbide particles at elevated temperature. *J. Mater. Eng. Perform.*, 2013, vol. 22, no. 9, pp. 2641–2655. DOI: 10.1007/s11665-013-0550-y.
56. Jalham I.S. Modeling capability of the artificial neural network (ANN) to predict the effect of the hot deformation parameters on the strength of Al-base metal matrix composites. *Compos. Sci. Technol.*, 2003, vol. 63, no. 1, pp. 63–67. DOI: 10.1016/S0266-3538(02)00176-8.
57. Konovalov A.V., Smirnov A.S. Influence of dynamic strain aging of AMg6 alloy on strain resistance. *Fiziko-khimicheskaya Kinetika v Gazovoy Dinamike*, 2011, vol. 11, no. 1, pp. 12–16. (In Russian).
58. Konovalov A.V., Smirnov A.S. Identification of a strain resistance model of metals according to the results of compression tests of specimens. *Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov*, 2010, vol. 76, no 1, pp. 53–56. (In Russian).
59. Li H., Phung D. Journal of Machine Learning Research: Preface. *J. Mach. Learn. Res.*, 2014, vol. 39, no. 2014, pp. 1–2.
60. Konovalov A.V., Smirnov A.S. Simulation of strain resistance of AMg6 alloy under hot temperature deformation. *Deformatsiya i Razrusheniye Materialov*, 2008, no 5, pp. 33–36. (In Russian).

Подана в журнал: 02.10.2020

УДК 539.374

DOI: 10.17804/2410-9908.2020.6.010-026

НЕЙРОСЕТЕВОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ РЕОЛОГИИ СПЛАВА АМГ6 В УСЛОВИЯХ ПРОЯВЛЕНИЯ БАРЬЕРНОГО ЭФФЕКТА ДИСПЕРСОИДАМИ И ЗАМЕДЛЕНИЯ ДИНАМИЧЕСКИХ РЕЛАКСАЦИОННЫХ ПРОЦЕССОВ

А. С. Смирнов*, А. В. Коновалов, В. С. Канакин

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

- a)  <http://orcid.org/0000-0002-5826-491X>  smirnov@imach.uran.ru;
b)  <http://orcid.org/0000-0001-9131-8636>  avk@imach.uran.ru;
в)  kanakin.v.s@gmail.com

*Ответственный автор. Электронная почта: smirnov@imach.uran.ru
Адрес для переписки: ул. Комсомольская, 34, г. Екатеринбург, Российская Федерация
Тел.: +7 (343) 362–30–43, факс: +7 (343) 374–53–30

В статье с помощью нейронной сети моделируется сопротивление деформации сплава АМГ6 в диапазоне температур 300–500 °С и скоростей деформаций 1–25 с⁻¹, в котором происходит блокирование движения свободных дислокаций и замедление динамических релаксационных процессов. Результаты обучения нейронной сети и ее верификации при температуре, не применявшейся при обучении, показали, что нейронные сети с одним скрытым слоем могут корректно аппроксимировать и прогнозировать реологическое поведение сплава АМГ6 в исследуемом температурно-скоростном диапазоне деформаций.

Ключевые слова: нейронная сеть, сопротивление деформации, высокая температура, алюминевый сплав, АМГ6, барьерный эффект.

1. Введение

Металлические материалы при формировании требуемой геометрии методами обработки давлением в условиях комнатных температур подвержены высокой интенсивности накопления поврежденности. Это может приводить к появлению трещин на стадии изготовления, а также к формированию сравнительно небольшого остаточного ресурса изделия [1–4]. В связи с этим изделия из малопластичных металлических материалов производят в условиях высоких температур. В частности, к таким малопластичным материалам относятся конструкционные высоколегированные алюминиевые сплавы систем Al-Mg, Al-Cu-Mg, Al-Zn-Mg-Cu, Al-Mg-Li и др. В высоколегированных алюминиевых сплавах при повышенных температурах деформаций протекают неравновесные процессы, связанные с упрочнением и разупрочнением. Разупрочнение в алюминиевых сплавах происходит посредством динамического возврата, непрерывной и прерывистой динамической рекристаллизации [5–8]. Основным механизмом упрочнения в сплавах является процесс, связанный с увеличением плотности дислокаций, приводящий к затруднению движения свободных дислокаций. Дополнительно к этому механизму в высоколегированных алюминиевых сплавах может происходить блокирование движения свободных дислокаций примесными атомами и дисперсоидами [9–11]. Барьерный эффект блокирования свободных дислокаций обычно связывают с эффектами Портовена–Ле Шателье, Савара–Массона и обратной скоростной зависимостью сопротивления деформации от скорости деформации [9, 12–16]. Взаимодействие процессов упрочнения и разупрочнения в условиях высоких температур деформаций приводит к влиянию истории деформирования на сопротивление деформации в каждый момент времени деформирования.

Наличие кривых сопротивления деформации для различных температур и скоростей деформаций позволяет моделировать процессы изготовления изделий [17], а также выбирать оптимальные условия деформирования заготовки для уменьшения поврежденности в детали после изготовления [18–21]. Для описания кривых сопротивления деформации металлических материалов в условиях высоких температур используют математические модели, которые можно разделить на несколько типов: феноменологические [22–26], структурно-феноменологические [25, 27–31], физически обоснованные [25, 32, 33] и нейронные сети [21, 34–38]. Последний тип моделей следует выделить в отдельную группу, хотя они построены на основе классического феноменологического подхода. Недостатком феноменологических моделей является то, что в них отсутствуют внутренние переменные, описывающие явным образом изменение структуры материала в процессе деформации, а также использование в качестве аргументов текущих значений термомеханических параметров деформации (температура, скорость и степень деформации). В результате применение таких моделей не позволяет управлять структурой материала в процессе деформации, а также корректно описывать поведение кривой сопротивления деформации при изменении термомеханических параметров деформации, отличных от тех, для которых были получены коэффициенты модели. Этими же недостатками обладают все созданные на текущий момент модели с использованием нейронных сетей. Тем не менее гибкий подход построения нейронных сетей через изменение ее архитектуры технически позволяет устранить эти недостатки. Структурно-феноменологический подход позволяет достаточно гибко решать проблемы, связанные с необходимостью учитывать влияние истории деформации на формирование структуры и поведение кривой сопротивления деформации моделируемого сплава. Для этого модель, как правило, записывается в виде системы дифференциальных уравнений, в которой внутренние переменные описывают структурное формирование материала в процессе деформации. Такого типа модели были ранее построены как авторами статьи, так и другими коллективами [28–31]. Физически обоснованные модели объясняют физические аспекты деформации материала. Большинство из них связано с теорией термодинамики, термически активированным дислокационным движением и кинетикой скольжения дислокаций. По сравнению со структурно-феноменологическими моделями они могут прогнозировать анизотропию свойств материала с использованием большого числа материальных констант, определение которых для высоколегированных сплавов и композитов является нетривиальной задачей.

Несмотря на то, что предложенные архитектуры нейронных сетей пока не могут учитывать влияние истории деформирования на сопротивление деформации сплава, тем не менее, как показал опыт авторов статьи, нейронные сети целесообразно применять для аппроксимации экспериментальных данных сопротивления деформации и их интерполяции на термомеханические условия, для которых не были получены экспериментальные данные. Ранее нейронные сети были использованы для описания кривых сопротивления деформации большого количества металлических материалов, таких как стали [39–43], титановые сплавы [44, 45], магниевые сплавы [46–49], алюминиевые сплавы [50–54], металломатричные композиты [55, 56]. Однако моделирование реологического поведения сплавов не проводилось для материалов, в которых процесс блокирования движения свободных дислокаций примесными атомами или дисперсоидами приводил бы к обратной скоростной зависимости сопротивления деформации или повторному росту сопротивления деформации после стадии разупрочнения. Как показано в работах [9, 31, 57], в сплаве АМг6 при нагружении в широком диапазоне скоростей и температур деформаций на кривой сопротивления деформации проявляются эффекты Портвена–Ле Шателье, присутствует обратная скоростная зависимость сопротивления деформации, а на кривой сопротивления деформации можно выделить участок, вызванный блокированием движения свободных дислокаций, а также замедлением процесса рекристаллизации. Цель работы – проверка возможности нейронных сетей описывать реологическое поведение сплава АМг6 для диапазона температур и скоростей деформаций,

в котором проявляется барьерный эффект дисперсоидов, а также присутствуют процессы, замедляющие динамическую рекристаллизацию.

2. Материалы и методы исследования

Из прутка сплава АМг6 (Al – 92,4; Mg – 6,56; Fe – 0,27; Si – 0,16; Cu – 0,013; Mn – 0,05; Ti – 0,04; Zn – 0,02; Be – 0,0012 %) диаметром 10 мм были выточены цилиндрические образцы диаметром $8 \pm 0,1$ мм и высотой $12 \pm 0,1$ мм, которые сжимали на кулачковом пластометре центра коллективного пользования «Пластометрия» ИМАШ УрО РАН при температурах 300, 350, 400, 450 и 500 °С. Образцы перед деформацией были отожжены в вакууме при температуре 500 °С в течение 4 ч.

Для предотвращения тепловых потерь в процессе испытания образец обертывали каолиновой ватой и вместе с бойками помещали в металлический контейнер. Контейнер с образцом нагревали в электропечи до температуры испытания и затем переносили из печи в рабочее пространство установки, где проводили деформацию образца. Контроль температуры образца в процессе нагрева и ее изменения внутри контейнера в ходе испытания осуществляли с помощью алюмель-хромелевой термопары. Поскольку не удается избежать падения температуры образца в процессе переноса контейнера из печи до начала сжатия образца, то образцы перегревали на 4 °С относительно предполагаемой температуры испытания. В результате гарантированная температура начала деформации образца находилась в диапазоне ± 2 °С относительно температуры испытания. В качестве смазки между образцом и бойками использовали смазку на основе графита, имеющую коэффициент трения по Кулону $\mu = 0,1$ для алюминиевых сплавов в диапазоне температур 300–400 °С и $\mu = 0,15$ при температуре 500 °С. Коэффициенты трения были определены по методике, описанной в работе [58].

Для обучения и верификации нейронной сети использовали зависимости сопротивления деформации от степени, скорости и температуры деформации, построенные по изотермической структурно-феноменологической модели сопротивления деформации для случая постоянной скорости деформации [31]. Эта модель учитывает упрочнение сплава за счет приращения плотности дислокаций, а также барьерного эффекта блокирования свободных дислокаций, роста границ зерен и субзерен. Также в модели учитываются процессы разупрочнения, связанные с прохождением возврата и динамической рекристаллизации. В работе [31] модель была идентифицирована по экспериментам, в которых скорость деформации образцов во времени изменялась немонотонно. Среднее относительное отклонение экспериментальных кривых от расчетных для диапазона температур 300–500 °С и скоростей деформаций 5–25 с⁻¹ не превышало 1,6 %, что можно считать хорошей инженерной точностью.

Исследование микроструктуры выполняли методом дифракции отраженных электронов (ДОЭ) на растровом электронном микроскопе MIRA 3 TESCAN с приставкой для анализа ДОЭ OXFORD HKLNordlysF+ в Институте машиноведения УрО РАН и методом просвечивающей электронной микроскопии на микроскопе JEM200CX в центре коллективного пользования Института физики металлов УрО РАН «Испытательный центр нанотехнологий и перспективных материалов». Шаг сканирования при анализе с помощью метода ДОЭ был равен 300 нм. Анализ микроструктуры проводили по одному представительному образцу из серии аналогичных опытов. Считали, что зерна имели разориентацию более 15°, а разориентация субзерен составляла 2–15°. При восстановлении микроструктуры образцов считали, что зерно не может быть меньше удвоенного шага сканирования, т. е. на одно зерно должно приходиться, по меньшей мере, две точки с определенным кристаллографическим направлением.

Построение, обучение и верификацию нейронной сети выполняли с использованием библиотеки scikit-learn [59].

3. Нейронная сеть и ее обучение

У исследуемого в статье сплава АМгб при температурах 400 и 500 °С в диапазоне скоростей деформаций 5–25 с⁻¹ в условиях сжатия кривая сопротивления деформации сплава АМгб состоит из нескольких участков [31]. Вначале идет упрочнение материала, затем его разупрочнение, которое опять сменяется упрочнением материала. Используя метод дифракции отраженных электронов и просвечивающую электронную микроскопию, было выяснено, что основным процессом разупрочнения при исследуемых температурах является динамическая рекристаллизация. Причинами появления второго участка упрочнения на кривой сопротивления деформации является замедление процесса динамической рекристаллизации, а также влияние барьерного эффекта блокирования дисперсоидами свободных дислокаций, границ зерен и субзерен. На рис. 1 представлены изображения микроструктур до и после деформации при температурах 300, 400 и 500 °С, построенные с использованием метода дифракции отраженных электронов. Приведенные микроструктуры на рис. 1 были получены в центре образца после относительного сжатия, равного 65 %. На рис. 2 приведены изображения дислокаций в сплаве АМгб, заблокированных на дисперсоидах.

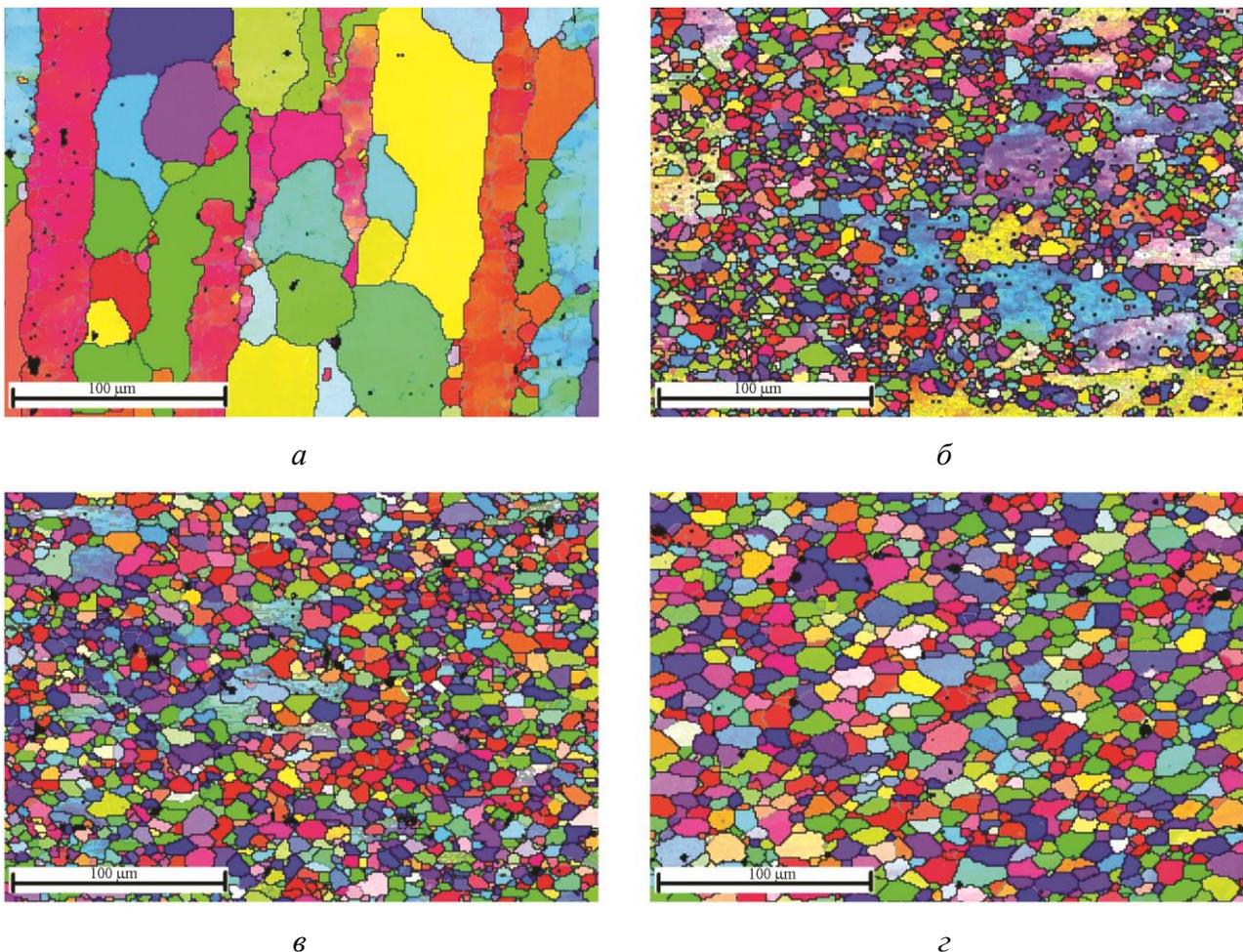


Рис. 1. Микроструктура в центральной зоне образца из сплава АМгб перед деформацией (а) и после деформации со средней скоростью деформации 18 с⁻¹ при температурах 300 (б), 400 (в) и 500 °С (г)

Для описания реологического поведения сплава АМгб в диапазоне 300–500 °С и скоростей деформаций 5–25 с⁻¹ использовалась схема нейронной сети (рис. 3). Обучение

нейронной сети проводилось при температурах 300, 350, 400 и 500 °С. Температура 450 °С не использовалась при обучении, а применялась при верификации. Перед обучением все данные были случайным образом перемешаны.

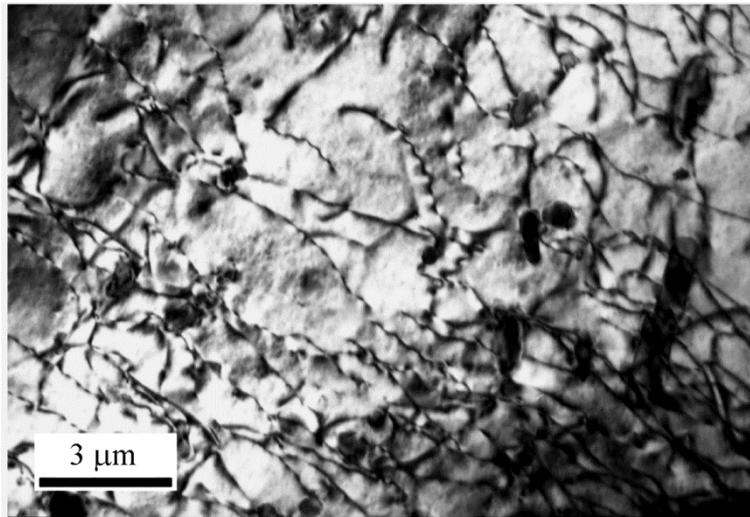


Рис. 2. Дисперсоиды и дислокации в сплаве АМг6 после деформации

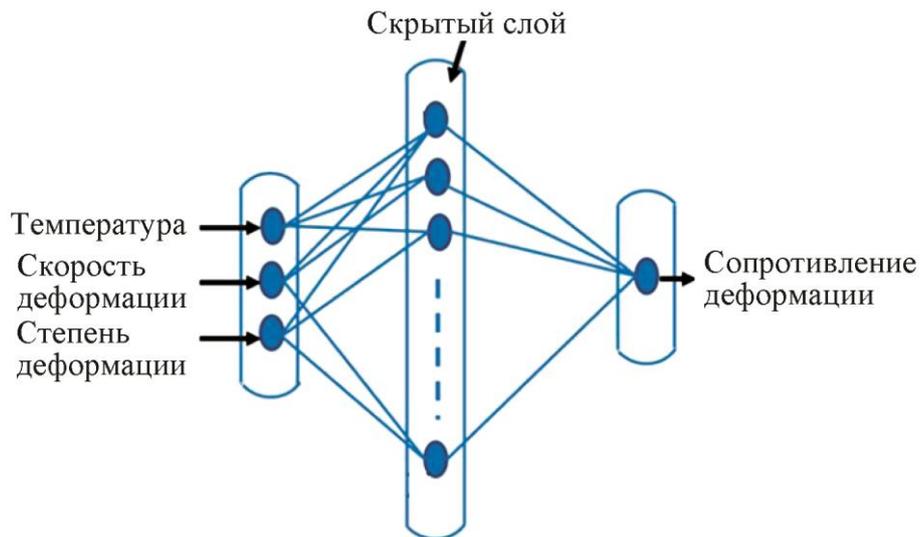


Рис. 3. Схема нейронной сети, используемая для описания реологического поведения сплава АМг6

Поскольку точность описания нейронной сети зависит от количества нейронов в скрытом слое, то были проведены вычислительные эксперименты по определению влияния количества нейронов на среднее относительное отклонение δ экспериментальных данных от рассчитанных. Среднее относительное отклонение δ вычисляли по следующей формуле:

$$\delta = \frac{1}{N} \left(\sum_{i=1}^N \frac{|\sigma_i - z_i|}{z_i} \right) \cdot 100\%,$$

где N – общее число точек, примененных при обучении нейронной сети; σ_i и z_i – рассчитанное и использованное при обучении нейронной сети сопротивление деформации соответ-

ственно. На рис. 4, *a* приведена зависимость влияния числа нейронов в скрытом слое на среднее относительное отклонение δ при приведенных в таблице параметрах архитектуры нейронной сети. Исходя из данной зависимости, можно увидеть, что нейронная сеть с хорошей инженерной точностью аппроксимирует кривые сопротивления деформации начиная с 10 нейронов, а с 50 нейронов – влияние количества нейронов на точность аппроксимации отсутствует.

Архитектура нейронной сети, используемая при определении рационального числа нейронов

Параметр	Значение
Алгоритм обучения сети	Backpropagation
Функция активации	Логистическая
Количество эпох	7000
Входной слой	Скорость деформации – Степень деформации – Температура
Выходной слой	Сопротивление деформации
Число скрытых слоев	1

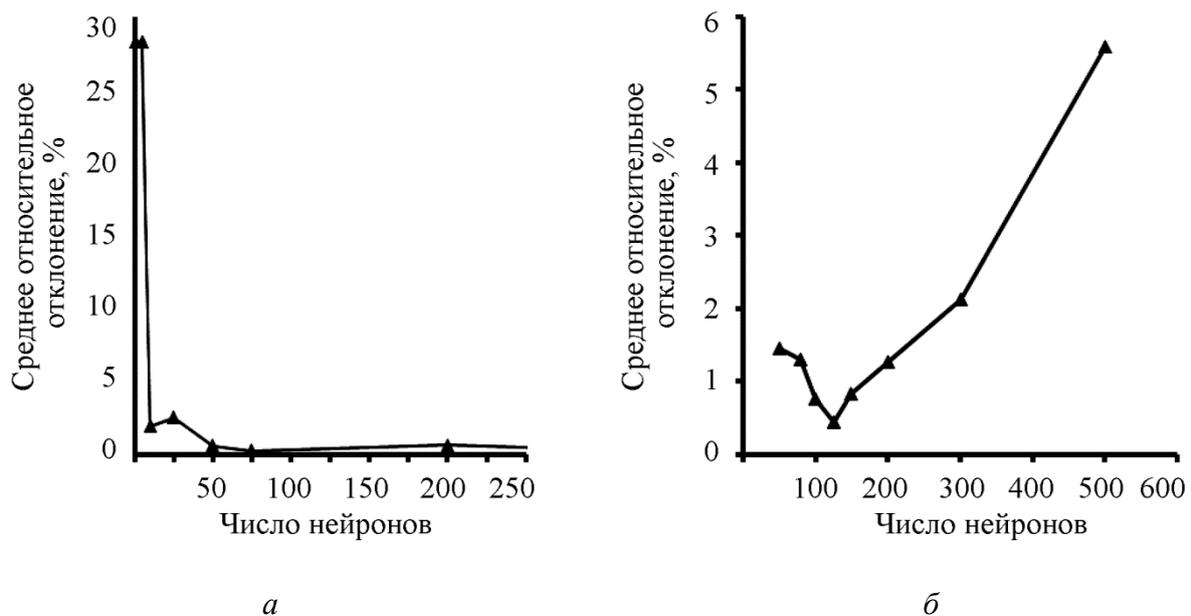


Рис. 4. Влияние числа нейронов на среднее относительное отклонение δ при обучении (*a*) и верификации (*б*) нейронной сети при температуре 450 °С и скорости деформации 15 с⁻¹

Верификацию нейронной сети проводили при температуре 450 °С, которая не применялась при обучении. На рис. 4, *б* показана зависимость влияния числа нейронов на среднее относительное отклонение δ при прогнозировании сопротивления деформации сплава АМг6 при температуре 450 °С и скорости деформации 15 с⁻¹, а на рис. 5 приведено влияние числа нейронов на прогнозирование поведения кривой сопротивления деформации при этих же термомеханических параметрах. Данные рисунков 4, *б* и 5 показывают, что нейронная сеть с числом нейронов, равным 50, некорректно описывает начальный участок упрочнения и разупрочнения сплава АМг6 при достаточно хорошем описании в среднем кривой сопротивления деформации. Дальнейшее увеличение числа нейронов до 125 приводит к значительно лучшему прогнозированию сопротивления деформации, после чего последующее увеличе-

ние числа нейронов ухудшает способность нейронной сети прогнозировать сопротивление деформации. Однако нейронная сеть со 100 нейронами значительно лучше описывает начальный участок упрочнения и разупрочнения в сравнении с нейронной сетью со 125 нейронами (рис. 5), при этом остается приемлемое описание кривой сопротивления деформации для инженерных расчетов. На основании полученных данных можно сделать вывод, что рациональным количеством нейронов для описания поведения сплава АМгб в температурно-скоростном диапазоне деформаций, в котором присутствуют барьерные эффекты, связанные с блокированием движения свободных дислокаций, ростом зерен и субзерен, является 100 нейронов.

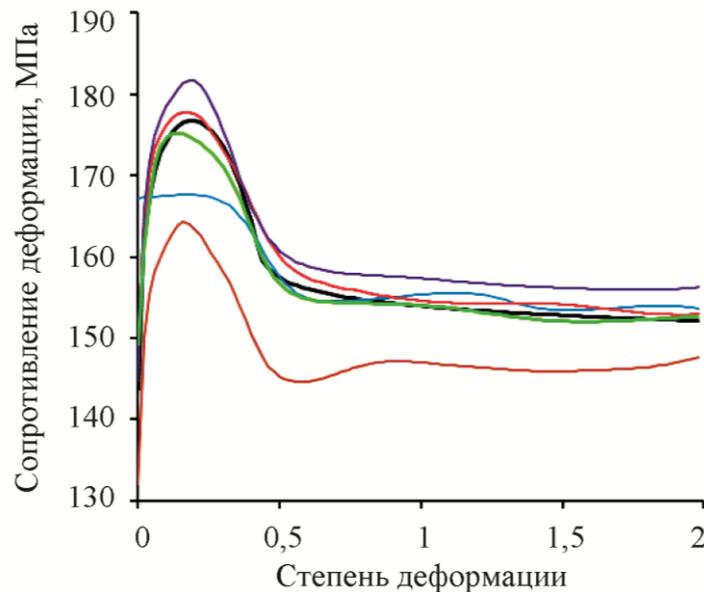


Рис. 5. Влияние числа нейронов на прогнозируемый вид кривой сопротивления деформации при температуре 450 °С и скорости деформации 15 с⁻¹. Черная кривая – данные, используемые при верификации сети; цветные кривые – спрогнозированные нейронной сетью результаты при числе нейронов: 50 (синяя кривая); 100 (красная кривая); 125 (зеленая кривая); 300 (фиолетовая кривая) и 500 (коричневая кривая)

Полученное рациональное число нейронов для описания реологического поведения сплава АМгб в диапазоне температур 300–500 °С значительно превышает число нейронов, определенное другими исследователями для алюминиевых сплавов [50–54]. Однако в данных трудах не рассматриваются условия, в которых существенно проявляются барьерные эффекты от дисперсоидов, а также не приводятся данные по верификации нейронной сети для условий нагружения при температуре деформации, не используемой при обучении сети.

На рис. 6 приведены результаты аппроксимации с помощью нейронной сети кривых сопротивления деформации сплава АМгб в диапазоне температур 300–500 °С и скоростей деформаций 1–25 с⁻¹ при использовании архитектуры нейронной сети из таблицы и числе нейронов 100 ед. Среднее относительное отклонение δ расчетных данных от аппроксимируемых составило 0,8 %, что значительно лучше требуемой точности для инженерных расчетов.

Несмотря на то, что рассматриваемая нейронная сеть в статье не учитывает влияние истории нагружения на сопротивление деформации, например, как модели из работ [28, 31, 60], тем не менее она может быть полезна при интерполяции экспериментальных данных для моделирования термомеханических условий деформирования изделий, для которых нет экспериментальных точек. Причем, как показали результаты исследований,

приведенные в данной статье, интерполяция может осуществляться с достаточно хорошей инженерной точностью.

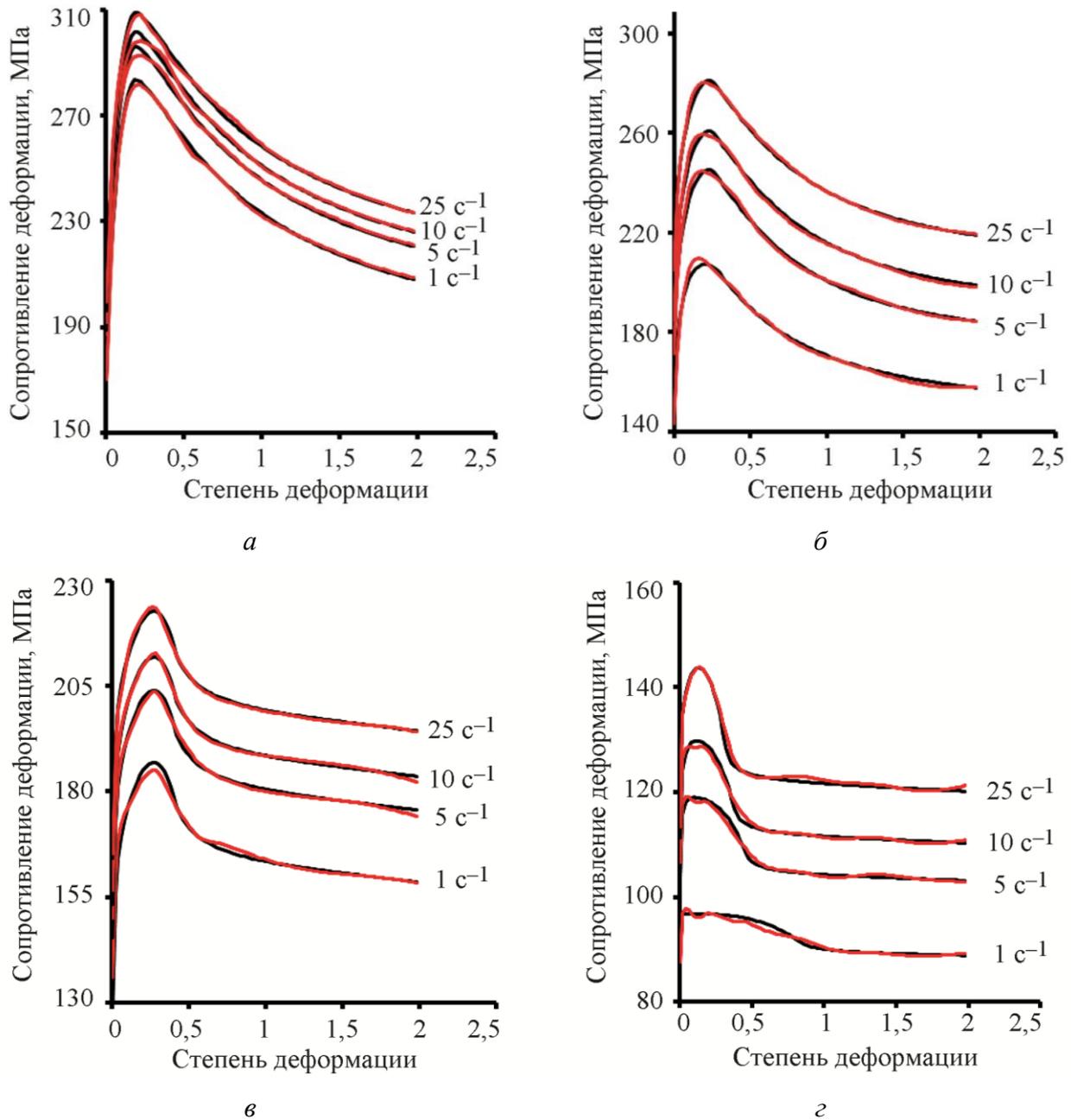


Рис. 6. Данные по сопротивлению деформации сплава АМг6, используемые для обучения нейронной сети (черная кривая), и их аппроксимация нейронной сетью при 100 нейронах (красная кривая) при температуре деформации 300 (а), 350 (б), 400 (в) и 500 °С (з)

4. Заключение

1. Предложена архитектура нейронной сети, описывающая реологическое поведение сплава АМг6 в диапазоне температур 300–500 °С и скоростей деформаций 1–25 с⁻¹.
2. Предложенная архитектура нейронной сети со 100 нейронами корректно описывает и прогнозирует реологическое поведение сплава АМг6 в температурно-скоростном диапазоне деформаций, в котором происходит блокирование движения свободных дислокаций и замедление динамических релаксационных процессов.

Благодарность

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ 19-08-00765 в части моделирования реологического поведения материалов, а также в рамках программы исследований Института машиноведения УрО РАН (проект № АААА-А18-118020790140-5) в части изучения реологического поведения сплава АМг6.

Литература

1. Vichuzhanin D. I., Khotinov V. A., Smirnov S. V. The Effect of the Stress State on the Ultimate Plasticity of Steel X80 // *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*. – 2015. – Iss. 1. – P. 73–89. – DOI: 10.17804/2410-9908.2015.1.073-089. – URL: http://dream-journal.org/issues/2015-1/2015-1_21.html
2. A fracture locus for a 50 volume-percent Al/SiC metal matrix composite at high temperature / S. V. Smirnov, D. I. Vichuzhanin, A. V. Nesterenko, A. S. Smirnov, N. B. Pugacheva, A. V. Konovalov // *Int. J. Mater. Form.* – 2017. – Vol. 10, no. 5. – P. 831–843. – DOI: 10.1007/s12289-016-1323-6.
3. A fracture locus for commercially pure aluminum at 300°C / S. V. Smirnov, D. I. Vichuzhanin, A. V. Nesterenko, A. S. Igumnov // *AIP Conf. Proc.* – 2016. – Vol. 1785. – P. 1–5. – DOI: 10.1063/1.4967124.
4. Smirnov S. V. Accumulation and Healing of Damage during Plastic Metal Forming Simulation and Experiment // *Key Eng. Mater. Trans Tech Publications*. – 2012. – Vol. 528. – P. 61–69. – DOI: 10.4028/www.scientific.net/KEM.528.61.
5. Recrystallization and Related Annealing Phenomena / A. Rollett, F. Humphreys, G. S. Rohrer, M. Hatherly. – Elsevier Ltd., 2004. – 628 p.
6. Current issues in recrystallization: A review / R. D. Doherty, D. A. Hughes, F. J. Humphreys, J. J. Jonas, Jensen D. Juul, M. E. Kassner, W. E. King, T. R. McNelley, H. J. McQueen, A. D. Rollett // *Mater. Sci. Eng. A*. – 1997. – Vol. 238, no. 2. – P. 219–274. – DOI: 10.1016/S0921-5093(97)00424-3.
7. Полухин П. И., Горелик С. С., Воронцов В. К. Физические основы пластической деформации. – М.: Металлургия, 1982. – 584 с.
8. Горелик С. С., Добаткин С. В., Капуткина Л. М. Рекристаллизация металлов и сплавов. – 3-е изд. – М.: МИССИС, 2005. – 432 с.
9. Влияние состояния примесей на скачкообразную деформацию сплава АМГ6 / А. А. Шибков, А. А. Мазилкин, С. Г. Протасова, Д. В. Михлик, А. Е. Золотов, М. А. Желтов, А. В. Шуклинов // *Деформация и разрушение материалов*. – 2008. – № 5. – С. 24–32.
10. Effects of Temperature on Serrated Flows of Al_{0.5}CoCrCuFeNi High-Entropy Alloy / S. Chen, X. Xie, B. Chen, J. Qiao, Y. Zhang, Y. Ren, K. A. Dahmen, P. K. Liaw // *JOM*. – 2015. – Vol. 67 (10). – P. 2314–2320. – DOI: 10.1007/s11837-015-1580-8.
11. Беляев А. И., Бочвар О. С., Буйнов Н. Н. *Металловедение алюминия и его сплавов*. – М.: Металлургия, 1983. – 280 с.
12. Anjabin N., Karimi Taheri A., Kim H. S. Simulation and experimental analyses of dynamic strain aging of a supersaturated age hardenable aluminum alloy // *Mater. Sci. Eng. A*. – 2013. – Vol. 585. – P. 165–173.
13. Wang C., Xu Y., Han E. Serrated flow and abnormal strain rate sensitivity of a magnesium–lithium alloy // *Mater. Lett.* – 2006. – Vol. 60, no. 24. – P. 2941–2944.
14. Hähner P., Rizzi E. On the kinematics of portevin-le chatelier bands: Theoretical and numerical modelling // *Acta Mater.* – 2003. – Vol. 51, no. 12. – P. 3385–3397. – DOI: 10.1016/S1359-6454(03)00122-8.

15. Криштал М. М. Прерывистая текучесть в алюминиево-магниево-сплавов // Физика металлов и металловедение. – 1990. – № 12. – С. 140–143.
16. Rizzi E., Hähner P. On the Portevin-Le Chatelier effect: Theoretical modeling- and numerical results // Int. J. Plast. – 2004. – Vol. 20, no. 1. – P. 121–165. – DOI: 10.1016/S0749-6419(03)00035-4.
17. Smirnov S. V., Veretennikova I. A., Vichuzhanin D. I. Modeling of delamination in multilayer metals produced by explosive welding under plastic deformation // Comput. Contin. Mech. – 2014. – Vol. 7, no. 4. – P. 398–411. – DOI: 10.7242/1999-6691/2014.7.4.38.
18. Study on hot deformation behavior and workability of squeeze-cast 20 vol%SiCw/6061Al composites using processing map / W. Xu, X. Jin, W. Xiong, X. Zeng, D. Shan // Mater. Charact. – 2018. – Vol. 135. – P. 154–166. – DOI: 10.1016/j.matchar.2017.11.026.
19. Jang D. H., Kim W. J. Warm Temperature Deformation Behavior and Processing Maps of 5182 and 7075 Aluminum Alloy Sheets with Fine Grains // Met. Mater. Int. – 2018. – Vol. 24, no. 3. – P. 455–463. – DOI: 10.1007/s12540-018-0061-3.
20. Thermal deformation behavior and processing maps of 7075 aluminum alloy sheet based on isothermal uniaxial tensile tests / J. Lu, Y. Song, L. Hua, K. Zheng, D. Dai // J. Alloys Compd. – 2018. – Vol. 767. – P. 856–869. – DOI: 10.1016/j.jallcom.2018.07.173.
21. Investigation on longitudinal weld seams during porthole die extrusion process of high strength 7075 aluminum alloy / G. Chen, L. Chen, G. Zhao, B. Lu // Int. J. Adv. Manuf. Technol. – 2017. – Vol. 91, nos. 5–8. – P. 1897–1907. – DOI: 10.1007/s00170-016-9902-8.
22. Abo-Elkhier M. Modeling of High-Temperature Deformation of Commercial Pure Aluminum (1050) // J. Mater. Eng. Perform. – 2004. – Vol. 13, no. 2. – P. 241–247. – DOI: 10.1361/10599490418280.
23. Коджаспиров Г. Е. Физическое моделирование процессов термомеханической обработки и управление структурой конструкционной стали // Вопросы материаловедения. – 2009. – № 3. – С. 65–84.
24. Полухин П. И., Гун Г. Я., Галкин А. М. Сопротивление пластической деформации металлов и сплавов : справочник. – 2-е изд.. – М. : Металлургия, 1983. – 352 с.
25. Lin Y. C., Chen X.-M. A critical review of experimental results and constitutive descriptions for metals and alloys in hot working // Mater. Des. – 2011. – Vol. 32, no. 4. – P. 1733–1759. – DOI: 10.1016/j.matdes.2010.11.048.
26. Пластометрические исследования металлов / Н. А. Мочалов, А. М. Галкин, С. Н. Мочалов, Д. Ю. Парфенов. – М. : Интермет инжиниринг, 2003. – 318 с.
27. Gourdet S., Montheillet F. A model of continuous dynamic recrystallization // Acta Mater. – 2003. – Vol. 51, no. 9. – P. 2685–2699. – DOI: 10.1016/S1359-6454(03)00078-8.
28. Коновалов А. В. Вязкопластическая модель сопротивления металла высокотемпературной деформации // Металлы. – 2005. – № 5. – С. 94–98.
29. Continuous dynamic recrystallization (CDRX) model for aluminum alloys / G. Maizza, R. Pero, M. Richetta, R. Montanari // J. Mater. Sci. – 2018. – Vol. 53, no. 6. – P. 4563–4573. – DOI: 10.1007/s10853-017-1845-4.
30. Modeling of continuous dynamic recrystallization of Al-Zn-Cu-Mg alloy during hot deformation based on the internal-state-variable (ISV) method / Z. C. Sun, H. L. Wu, J. Cao, Z. K. Yin // Int. J. Plast. – 2018. – Vol. 106. – P. 73–87. – DOI: 10.1016/j.ijplas.2018.03.002.
31. Smirnov A. S., Konovalov A. V., Muizemnek O. Yu. Modelling and Simulation of Strain Resistance of Alloys Taking into Account Barrier Effects // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. – 2015. – Iss. 1. – P. 61–72. – DOI: 10.17804/2410-9908.2015.1.061-072. – URL: http://dream-journal.org/issues/2015-1/2015-1_18.html
32. Kondratev N. S., Trusov P. V. Calculation of the intergranular energy in two-level physical models for describing thermomechanical processing of polycrystals with account for discontinuous

- dynamic recrystallization // *Int. J. Nanomechanics Sci. Technol.* – 2016. – Vol. 7, no. 2. – P. 107–122. – DOI: 10.1615/NanomechanicsSciTechnolIntJ.v7.i2.20.
33. 3D Crystal Plasticity Finite Element Modeling of the Tensile Deformation of Polycrystalline Ferritic Stainless Steel / C. Zhang, L.-W. Zhang, W.-F. Shen, Y.-N. Xia, Y.-T. Yan // *Acta Metall. Sin. (English Lett.)*. – 2017. – Vol. 30, no. 1. – P. 79–88. – DOI: 10.1007/s40195-016-0488-9.
34. On the zener-hollomon parameter, multi-layer perceptron and multivariate polynomials in the struggle for the peak and steady-state description / P. Opěla, P. Kawulok, I. Schindler, R. Kawulok, S. Ruzs, H. Navrátil // *Metals*. – 2020. – Vol. 10, no. 11. – P. 1–20. – DOI: 10.3390/met10111413.
35. Constitutive Behavior and Deep Drawability of Three Aluminum Alloys Under Different Temperatures and Deformation Speeds / S. S. Panicker, K. S. Prasad, S. Basak, S. K. Panda // *J. Mater. Eng. Perform.* – 2017. – Vol. 26, no. 8. – P. 3954–3969. – DOI: 10.1007/s11665-017-2837-x.
36. Lin Y. C., Zhang J., Zhong J. Application of neural networks to predict the elevated temperature flow behavior of a low alloy steel // *Comput. Mater. Sci.* – 2008. – Vol. 43, no. 4. – P. 752–758. – DOI: 10.1016/j.commatsci.2008.01.039.
37. Dynamic behavior and modified artificial neural network model for predicting flow stress during hot deformation of Alloy 925 / Y. Zhu, Y. Cao, C. Liu, R. Luo, N. Li, G. Shu, G. Huang, Q. Liu // *Mater. Today Commun.* – 2020. – Vol. 25. – P. 101329. – DOI: 10.1016/j.mtcomm.2020.101329.
38. Flow stress prediction of SiCp/Al composites at varying strain rates and elevated temperatures / Z. Yuan, F. Li, G. Ji, H. Qiao, J. Li // *J. Mater. Eng. Perform.* – 2014. – Vol. 23, no. 3. – P. 1016–1027. – DOI: 10.1007/s11665-013-0838-y.
39. Lin Y. C., Fang X., Wang Y. P. Prediction of metadynamic softening in a multi-pass hot deformed low alloy steel using artificial neural network // *J. Mater. Sci.* – 2008. – Vol. 43, no. 16. – P. 5508–5515. – DOI: 10.1007/s10853-008-2832-6.
40. Singh K., Rajput S. K., Mehta Y. Modeling of the hot deformation behavior of a high phosphorus steel using artificial neural networks // *Mater. Discov.* – 2016. – Vol. 6. – P. 1–8. – DOI: 10.1016/j.md.2017.03.001
41. Effective parameters modeling in compression of an austenitic stainless steel using artificial neural network / A. Bahrami, S. H. M. Anijdan, H. R. M. Hosseini, A. Shafyei, R. Narimani // *Comput. Mater. Sci.* – 2005. – Vol. 34, no. 4. – P. 335–341. – DOI: 10.1016/j.commatsci.2005.01.006.
42. Application of artificial neural network and constitutive equations to describe the hot compressive behavior of 28CrMnMoV steel / H. Y. Li, D. D. Wei, Y. H. Li, X.F. Wang // *Mater. Des.* – 2012. – Vol. 35. – P. 557–562. – DOI: 10.1016/j.matdes.2011.08.049.
43. A comparative study on Arrhenius-type constitutive model and artificial neural network model to predict high-temperature deformation behaviour in Aermet100 steel / G. Ji, F. Li, Q. Li, H. Li, Z. Li // *Mater. Sci. Eng. A*. – 2011. – Vol. 528, nos. 13–14. – P. 4774–4782. – DOI: 10.1016/J.MSEA.2011.03.017.
44. Prediction of flow stress in Ti-6Al-4V alloy with an equiaxed $\alpha + \beta$ microstructure by artificial neural networks / N. S. Reddy, Y. H. Lee, C. H. Park, C. S. Lee // *Mater. Sci. Eng. A*. – 2008. – Vol. 492, nos. 1–2. – P. 276–282.
45. Guo L.F., Li B.C., Zhang Z.M. Constitutive relationship model of TC21 alloy based on artificial neural network // *Trans. Nonferrous Met. Soc. China (English Ed. The Nonferrous Metals Society of China)*, – 2013. – Vol. 23, no. 6. – P. 1761–1765. – DOI: 10.1016/S1003-6326(13)62658-8.
46. Artificial neural network modeling to predict the high temperature flow behavior of an AZ81 magnesium alloy / O. Sabokpa, A. Zarei-Hanzaki, H. R. Abedi, N. Haghdadi // *Mater. Des.* – 2012. – Vol. 39. – P. 390–396. – DOI: 10.1016/j.matdes.2012.03.002.
47. Modeling of hot deformation behavior and prediction of flow stress in a magnesium alloy using constitutive equation and artificial neural network (ANN) model / S. A. Sani, G. R. Ebrahimi,

- Vafaenezhad H., A. R. Kiani-Rashid // *J. Magnes. Alloy. Elsevier B.V.*, – 2018. – Vol. 6, no. 2. – P. 134–144. – DOI: 10.1016/j.jma.2018.05.002.
48. Anaraki M. T., Sanjari M., Akbarzadeh A. Modeling of high temperature rheological behavior of AZ61 Mg-alloy using inverse method and ANN // *Mater. Des.* – 2008. – Vol. 29, no. 9. – P. 1701–1706. – DOI: 10.1016/j.matdes.2008.03.027.
49. Flow curve prediction of ZAM100 magnesium alloy sheets using artificial neural network-based models / M. El Mehtedi, A. Forcellese, L. Greco, M. Pieralisi, M. Simoncini // *Procedia CIRP.* – 2019. – Vol. 79. – P. 661–666. – DOI: 10.1016/j.procir.2019.02.050.
50. The application of artificial neural networks to the investigation of aging dynamics in 7175 aluminium alloys / R. G. Song, Q. Z. Zhang, M. K. Tseng, B. J. Zhang // *Mater. Sci. Eng. C.* – 1995. – Vol. 3, no. 1. – P. 39–41.
51. Modelling of the rheological behaviour of aluminium alloys in multistep hot deformation using the multiple regression analysis and artificial neural network techniques / C. Bruni, A. Forcellese, F. Gabrielli, M. Simoncini // *J. Mater. Process. Technol.* – 2006. – Vol. 177, nos. 1–3. – P. 323–326. – DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2006.03.230.
52. Dixit M. C., Srivastava N., Rajput S. K. Modeling of flow stress of AA6061 under hot compression using artificial neural network // *Mater. Today Proc.* – 2017. – Vol. 4, no. 2. – P. 1964–1971. – DOI: 10.1016/j.matpr.2017.02.042.
53. Artificial neural network modeling to predict the hot deformation behavior of an A356 aluminum alloy / N. Haghdadi, A. Zarei-Hanzaki, A. R. Khalesian, H. R. Abedi // *Mater. Des. Elsevier Ltd.*, – 2013. – Vol. 49. – P. 386–391. – DOI: 10.1016/j.matdes.2012.12.082.
54. Artificial neural network prediction to the hot compressive deformation behavior of Al-Cu-Mg-Ag heat-resistant aluminum alloy / Z. Lu, Q. Pan, X. Liu, Y. Qin, Y. He, S. Cao // *Mech. Res. Commun.* – 2011. – Vol. 38, no. 3. – P. 192–197. – DOI: 10.1016/j.mechrescom.2011.02.015.
55. A modified constitutive equation for aluminum alloy reinforced by silicon carbide particles at elevated temperature / Y. Yang, F. Li, Z. Yuan, H. Qiao // *J. Mater. Eng. Perform.* – 2013. – Vol. 22, no. 9. – P. 2641–2655. – DOI: 10.1007/s11665-013-0550-y.
56. Jalham I. S. Modeling capability of the artificial neural network (ANN) to predict the effect of the hot deformation parameters on the strength of Al-base metal matrix composites // *Compos. Sci. Technol.* – 2003. – Vol. 63, no. 1. – P. 63–67. – DOI: 10.1016/S0266-3538(02)00176-8.
57. Коновалов А. В., Смирнов А. С. Влияние динамического деформационного старения сплава АМг6 на сопротивление деформации // *Физико-химическая кинетика в газовой динамике.* – 2011. – Т. 11, № 1. – С. 12–16.
58. Коновалов А. В., Смирнов А. С. Идентификация модели сопротивления деформации металлов по результатам испытаний на сжатие образцов // *Заводская лаборатория. Диагностика материалов.* – 2010. – Vol. 76, № 1. – С. 53–56.
59. Li H., Phung D. *Journal of Machine Learning Research: Preface* // *J. Mach. Learn. Res.* – 2014. – Vol. 39, no. 2014. – P. 1–2.
60. Коновалов А. В., Смирнов А. С. Моделирование сопротивления деформации сплава АМг6 при температуре горячей деформации // *Деформация и разрушение материалов.* – 2008. – № 5. – С. 33–36.

Received: 17.10.2020
Revised: 03.12.2020
Accepted: 18.12.2020
DOI: 10.17804/2410-9908.2020.6.027-034

A POSITRON ANNIHILATION STUDY OF DEFECT ACCUMULATION IN PHOSPHORUS- AND TITANIUM-ALLOYED AUSTENITIC STAINLESS STEELS UNDER ELECTRON IRRADIATION AT ROOM TEMPERATURE

D. A. Perminov

*M.N. Miheev Institute of Metal Physics, UB RAS,
18 S. Kovalevskoy St., Ekaterinburg, 620108, Russian Federation*

 <https://orcid.org/0000-0003-1384-6446>  d_perm@ramble.ru

Corresponding author. E-mail: d_perm@ramble.ru
Address for correspondence: ul. S. Kovalevskoy, 18, Ekaterinburg, 620108, Russian Federation
Tel.: (343) 378 38 62; fax: (343) 374 52 44

The effect of phosphorus and titanium additions on the accumulation of vacancy defects in Cr16Ni15Mo3 austenitic stainless steels under electron irradiation at room temperature is studied by positron annihilation spectroscopy. It is shown that, at this temperature, phosphorus has no noticeable effect on the accumulation of vacancy defects. This is due to the low mobility of vacancies and the low concentration of impurities. Titanium, due to its high concentration, enhances the accumulation of vacancy defects during irradiation, but this effect is weak.

Keywords: austenitic stainless steels, phosphorus, titanium, electron irradiation, vacancy defects, positron annihilation.

Acknowledgment

The work was performed under the state assignment from the Ministry of Education and Science of Russia, theme Function No. AAAA-A19-119012990095-0, and partially supported by the RFBR, project No. 18-02-00270.

References

1. Zinkle Steven J. and Busby Jeremy T. Structural materials for fission & fusion energy. *Materials Today*, 2009, vol. 12, no. 11, pp. 12–19. DOI: 10.1016/S1369-7021(09)70294-9.
2. Zinkle S.J., Was G.S. Materials challenges in nuclear energy. *Acta Materialia*, 2013, vol. 61, pp. 735–758. DOI: 10.1016/j.actamat.2012.11.004.
3. Braislford A.D., Bullough R. Void growth and its relation to intrinsic point defect properties. *Journal of Nuclear Materials*, 1978, vol. 69–70, pp. 434–450. DOI: 10.1016/0022-3115(78)90259-3.
4. Watanabe H., Aoki A., Murakami H., Muroga T., Yoshida N. Effects of phosphorus on defect behavior, solute segregation and void swelling in electron irradiated Fe-Cr-Ni alloys. *Journal of Nuclear Materials*, 1988, vol. 155–157, pp. 815–822. DOI: 10.1016/0022-3115(88)90422-9.
5. Watanabe H., Muroga T., Yoshida N. The temperature dependent role of phosphorus and titanium in microstructural evolution of Fe-Cr-Ni alloys irradiated in FFTF. *Journal of Nuclear Materials*, 1996, vol. 228, pp. 261–274. DOI: 10.1016/0022-3115(96)80004-3.
6. Okita T., Wolfer W.G., Garner F.A., Sekimura N. Effects of titanium additions to austenitic ternary alloys on microstructural evolution and void swelling. *Philosophical Magazine*, 2005, vol. 85, no. 18, pp. 2033–2048. DOI: 10.1080/14786430412331331871.

7. Odette G.R., Alinger M.J., Wirth B.D. Recent developments in irradiation resistant steels. *Annual Review of Materials Research*, 2008, vol. 38, pp. 471–503. DOI: 10.1146/annurev.matsci.38.060407.130315.
8. David C., Panigrahi B.K., Balaji S., Balamurugan A.K., Nair K.G.M., Amarendra G., Sundar C.S., Raj B. A study of the effect of titanium on the void swelling behavior of D9 steels by ion beam simulation. *Journal of Nuclear Materials*, 2008. vol. 383, pp. 132–136. DOI: 10.1016/j.jnucmat.2008.08.049.
9. Arunkumar J., Abhaya S., Rajaraman R., Amarendra G., Nair K.G.M., Sundar C.S., Raj B. Positron annihilation studies on D9 steel – Effect of Ti concentration. *Physica Status Solidi (c)*, 2009, vol. 6, no. 11. pp. 2319–2321. DOI: 10.1002/pssc.200982097.
10. Perminov D.A., Druzhkov A.P., Pecherkina N.L., Arbuzov V.L. Accumulation of defects in austenitic stainless steels with phosphorus and titanium additions upon electron irradiation at 573 K investigated using positron annihilation spectroscopy. *Physics of Metals and Metallography*, 2019, vol. 120, no. 3, pp.284–289. DOI: 10.1134/S0031918X19030098.
11. Siegel R.W. Positron annihilation spectroscopy. *Annual Review of Materials Science*, 1980, vol. 10, pp. 393–425. DOI: 10.1146/annurev.ms.10.080180.002141.
12. Grafutin V.I., Prokop'ev E.P. Positron annihilation spectroscopy in materials structure studies. *Physics-Uspekhi*, 2002, vol. 45, no. 1, pp. 59–74. DOI: 10.3367/UFNr.0172.200201c.0067.
13. Morillo J., De Novion C.H., Dural J. Neutron and electron radiation defects in titanium and tantalum monocarbides: an electrical resistivity study. *Radiation Effects and Defects in Solids*, 1981, vol. 55, pp. 67–78. DOI: 10.1080/00337578108225467.
14. 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.
15. 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, pp. 273–280. DOI: 10.1016/S0022-3115(01)00505-0.
16. Holzwarth U., Barbieri A., Hansen-Ilzhofer S., Shaaff P., Haaks M. Positron annihilation studies on the migration of deformation induced vacancies in stainless steel AISI 316L. *Applied Physics A*, 2001, vol. 73, pp. 467–475. DOI: 10.1007/s003390100781.
17. Druzhkov A.P., Arbuzov V.L., Perminov D.A. Positron annihilation study of effects of Ti and plastic deformation on defect accumulation and annealing in electron-irradiated austenitic steels and alloys. *Journal of Nuclear Materials*, 2005, vol. 341, pp. 153–163. DOI: 10.1016/j.jnucmat.2005.01.021.

Подана в журнал: 17.10.2020
УДК 539.12.043:620.192.63
DOI: 10.17804/2410-9908.2020.6.027-034

ПОЗИТРОННЫЕ АННИГИЛЯЦИОННЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ НАКОПЛЕНИЯ ДЕФЕКТОВ В ЛЕГИРОВАННЫХ ФОСФОРОМ И ТИТАНОМ АУСТЕНИТНЫХ НЕРЖАВЕЮЩИХ СТАЛЯХ В ПРОЦЕССЕ ОБЛУЧЕНИЯ ЭЛЕКТРОНАМИ ПРИ КОМНАТНОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ

Д. А. Перминов

ФГБУН Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН,
18, ул. С. Ковалевской, Екатеринбург, Российская Федерация

 <https://orcid.org/0000-0003-1384-6446>  d_perm@ramble.ru

Ответственный автор. Электронная почта: d_perm@rambler.ru
Адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, 620108, Екатеринбург, Российская Федерация
Тел.: (343) 378–38–62; факс: (343) 374–52–44

Работа посвящена исследованию влияния фосфора и титана на накопление вакансионных дефектов в аустенитных нержавеющих сталях X16H15M3 при электронном облучении при комнатной температуре методом позитронной аннигиляционной спектроскопии. Показано, что при данной температуре фосфор не оказывает заметного влияния на накопление вакансионных дефектов. Это обусловлено малой подвижностью вакансий и низкой концентрацией примеси. Титан благодаря высокой его концентрации усиливает накопление вакансионных дефектов при облучении, однако этот эффект проявляется слабо.

Ключевые слова: аустенитные нержавеющие стали, фосфор, титан, электронное облучение, вакансионные дефекты, аннигиляция позитронов.

1. Введение

Конструкционные материалы, используемые в ядерных реакторах, работают в жестких условиях, сочетающих высокую температуру, коррозионное воздействие теплоносителя, механические напряжения, вибрацию и интенсивное облучение нейтронами. В этих условиях происходит интенсивная деградация материалов, что значительно ограничивает их использование. Поэтому существует острая необходимость в разработке материалов с улучшенными характеристиками, включая механическую прочность, достаточную пластичность, хорошую радиационную стойкость, а также устойчивость к коррозии [1, 2]. Одним из материалов, наиболее полно удовлетворяющих указанным требованиям, являются аустенитные нержавеющие стали и сплавы. Эти сплавы проработаны с технологической точки зрения, обладают хорошими эксплуатационными характеристиками, сравнительно дешевы, их радиационная повреждаемость достаточно тщательно исследована. Однако аустенитные стали и сплавы подвержены радиационно-индуцированному распуханию (увеличению линейных размеров при облучении), что является главным фактором, ограничивающим их применение.

Одним из основных методов снижения вакансионного распухания сталей является легирование их малым количеством примесей. Взаимодействуя с точечными дефектами, атомы легирующих элементов образуют с ними комплексы *примесь–вакансия* и *примесь–междоузельный атом* и тем самым влияют на поведение точечных дефектов [3]. В качестве перспективных легирующих элементов, позволяющих снизить распухание сталей, рассмотрим титан и фосфор [4–6]. Так, например, титан, взаимодействуя с вакансиями, влияет на их подвижность и, соответственно, распухание сталей. Кроме того, в сталях, легированных титаном на уровне 1 ат. %, в процессе облучения происходит распад твердого раствора и образование выделений вторых

фаз (интерметаллидных выделений, карбидов титана), которые являются стоками или центрами усиленной рекомбинации для точечных дефектов [3, 6–9]. Добавка фосфора в аустенитную нержавеющую сталь также сдерживает вакансионное распухание под облучением [5–6]. Однако механизмы сдерживания развития пористости в стали при добавке фосфора до конца не изучены. При пониженных температурах фосфор, являясь подразмерной примесью, может взаимодействовать с межузельными атомами с образованием межузельных петель, которые являются стоками для мигрирующих вакансий [5]. Также в сталях возможно взаимодействие атомов фосфора с вакансиями [4]. Поскольку фосфор является быстро диффундирующей примесью, образование комплексов *фосфор–вакансия* приводит к увеличению эффективного коэффициента их диффузии и вероятности отжига вакансий на стоках. При повышенных температурах возможно образование фосфидов типа Fe_2P и Fe_3P игольчатой формы не когерентных матрице сталей [5]. Границы раздела «матрица–выделение» этих фосфидов содержат дислокации несоответствия, которые являются эффективными стоками точечных дефектов.

Ранее было исследовано влияние фосфора и титана на накопление вакансионных дефектов в аустенитных нержавеющих сталях на ранних стадиях облучения при температуре 573 К [10]. Цель работы – исследование этих эффектов при комнатной температуре облучения.

Для создания дефектов применялось облучение электронами высоких энергий. Электронное облучение, в отличие от нейтронного и ионного, генерирует свободно мигрирующие точечные дефекты (вакансии и межузельные атомы). Это позволяет изучать взаимодействие этих дефектов с примесями и несовершенствами кристаллической решетки стали.

Поведение дефектов при облучении исследовалось с помощью позитронной аннигиляционной спектроскопии (ПАС). Позитроны – хорошо известный зонд для дефектов вакансионного типа [11–12]. При этом ПАС обладает высокой чувствительностью к дефектам как по их размерам (от 0,1 до 3 нм), так и по концентрации (10^{-3} – 10^{-6} на атом). Благодаря высокой чувствительности и избирательности к дефектам вакансионного типа ПАС позволяет исследовать поведение радиационных дефектов на начальной стадии радиационной повреждаемости (до 10^{-3} сна).

2. Материалы и методика

В работе исследовались аустенитные стали типа X16N15M3, легированные фосфором (0,005 мас. % и 0,1 мас. %) и титаном (1 мас. %), выплавленные в вакуумной индукционной печи. Ленты из стали были прокатаны до толщины 150–200 мкм и нарезаны на пластины размером 10×10 мм². Полученные образцы после электролитической полировки отжигались при температуре 1323 К в атмосфере очищенного проточного гелия в течение 1 ч, а затем быстро закалялись в воду со скоростью ≈ 500 К/с.

Образцы сталей облучались на линейном ускорителе электронами с энергией 5 МэВ при температуре 293 К. Для обеспечения гомогенного облучения осуществлялось сканирование пучка электронов по поверхности образцов. Температура в процессе облучения поддерживалась с точностью ≈ 5 К. Максимальный флюенс составлял $5 \cdot 10^{22}$ эл./м², что соответствует, согласно расчетам в рамках модифицированной модели Кинчина–Пиза [13], повреждающей дозе $\sim 5 \cdot 10^{-4}$ сна.

Образовавшиеся при облучении вакансионные дефекты диагностировались методом угловой корреляции аннигиляционного излучения (УКАИ), который является одной из методик ПАС [11–12]. УКАИ-метод был реализован на спектрометре с разрешением 1 мрад \times 160 мрад. В качестве источника позитронов использовался радионуклид ⁶⁸Ge активностью ~ 400 МБк. В каждый спектр УКАИ набиралось около $5 \cdot 10^5$ отсчетов совпадений. Все измерения проводились при комнатной температуре. Спектры УКАИ представляют собой зависимость скорости счета совпадений от угла θ (θ – отклонение угла разлета аннигиляционных γ -квантов от 180°). Угол $\theta = p_z/m_0c$, где p_z есть поперечная компонента импульса электронно-

позитронной пары; m_0 – масса покоя электрона; c – скорость света в вакууме. Поскольку позитрон в образце термализован, то величина θ определяется импульсом аннигилирующего электрона. Таким образом, спектр УКАИ описывает распределение аннигилирующих электронов по импульсам. Подробно процедура обработки спектров УКАИ изложена в [14].

При захвате позитронов вакансионными дефектами или дислокациями происходят изменения в форме спектров УКАИ, поскольку электронная структура дефектов отличается от электронной структуры стали. Эти изменения характеризовались S -параметром, величина которого определяется как отношение площади под низкоимпульсной ($p_z \leq 3 \cdot 10^{-3} m_0 c$) частью спектра к полной площади под спектром. Изменения спектра УКАИ в этой области и, соответственно, S -параметра определяются концентрацией центров захвата позитронов следующим образом:

$$S = \frac{\lambda_f S_f + \mu_d C_0 S_d}{\lambda_f + \mu_d S_d}$$

где λ_f – скорость аннигиляции позитронов в свободном (блоховском) состоянии; μ_d – скорость захвата позитронов дефектами вакансионного типа; C_0 – концентрация вакансионных дефектов; S_f и S_d – значения S -параметра, характеризующие аннигиляцию позитронов из свободного и захваченного дефектами состояния соответственно.

3. Результаты и обсуждение

На рис. 1 представлены зависимости S -параметра от флюенса электронов для стали X16H15M3 с различным содержанием фосфора, а также указана величина $S_f = 0,526$, соответствующая аннигиляции позитронов из свободного (блоховского) состояния.

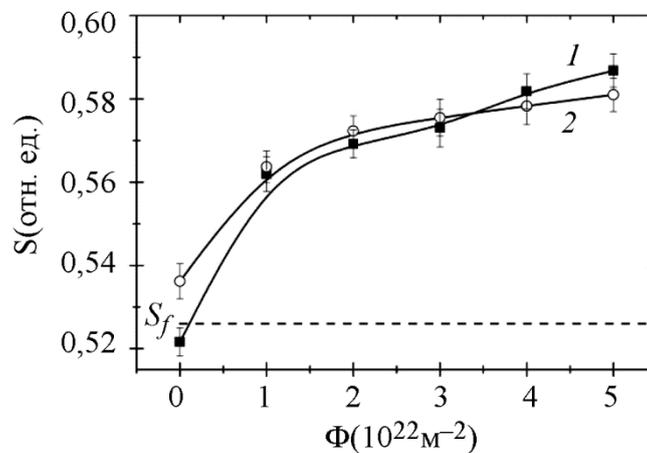


Рис. 1. Зависимость S -параметра от флюенса электронов для стали X16H15M3 с различным содержанием фосфора: 1 – 0,005 мас. % P; 2 – 0,1 мас. % P

Из рисунка следует, что исходное (до облучения) значение S -параметра для образца стали с содержанием фосфора 0,005 мас. % совпадает с величиной S_f . Это указывает на то, что здесь отсутствуют какие-либо дефекты, способные захватывать позитроны (вакансии, вакансионные кластеры, дислокации и др.). Для стали, содержащей 0,1 мас. % фосфора, исходное значение лежит несколько выше S_f , что свидетельствует о наличии в ней небольшого количества вакансий или дислокаций, образовавшихся при закалке. С ростом флюенса значение S -параметра растет в обеих сталях, что обусловлено захватом позитронов дефектами вакансионного типа, образующимися при облучении. При этом кривые для обеих сталей близки. Из этого следует, что в сталях при облучении возникает одинаковое количество ва-

кансий, т. е. фосфор при этой температуре облучения практически не влияет на накопление вакансионных дефектов.

На рис. 2 представлены зависимости S -параметра от флюенса электронов для стали X16H15M3, легированной титаном на уровне 1 мас. %, с различным содержанием фосфора.

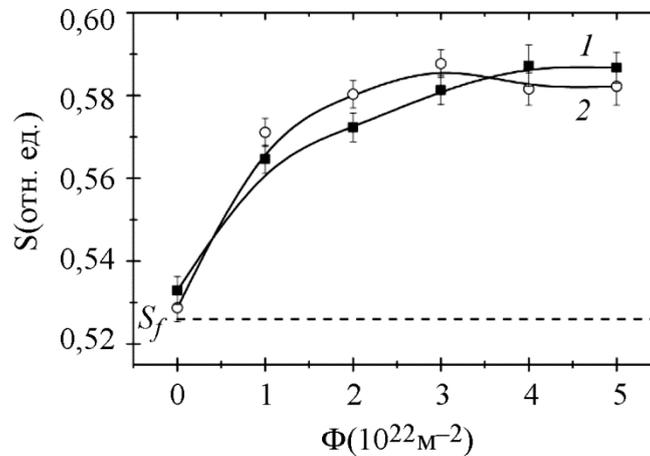


Рис. 2. Зависимость S -параметра от флюенса электронов для стали X16H15M3, легированной 1 мас. % Ti, с различным содержанием фосфора: 1 – 0,005 мас. % P; 2 – 0,1 мас. % P

Поведение S -параметра при облучении для этих сталей аналогично поведению S -параметра для сталей, не содержащих титан. При этом существенных различий между кривыми для сталей с различным содержанием фосфора не наблюдается. Таким образом, в этих сталях при данной температуре облучения фосфор практически не влияет на накопление вакансионных дефектов. Следует отметить, что в сталях с титаном S -параметр при облучении выходит на тот же уровень, что и в сталях без титана ($0,586 \pm 0,002$). В то же время, в сталях с титаном величина S -параметра достигает этого уровня при меньших значениях флюенса ($3\text{--}4 \times 10^{22} \text{ м}^{-2}$), чем в сталях без титана. Таким образом, титан оказывает влияние на накопление вакансионных дефектов в процессе облучения при комнатной температуре.

Ранее исследовалось влияние фосфора и титана на накопление вакансионных дефектов в этих сталях при температуре облучения 573 К [10]. Было выявлено, что при данной температуре присутствие фосфора в сталях усиливает накопление вакансионных дефектов при облучении, что обусловлено взаимодействием атомов фосфора с вакансиями. Отсутствие эффекта фосфора при комнатной температуре обусловлено, по-видимому, низкой подвижностью вакансий при данной температуре. Энергия миграции вакансий в сталях составляет 0,9 эВ [15–16]. При комнатной температуре диффузионные длины для вакансий составляют единицы нм, поэтому лишь малая часть вакансий будет захвачена атомами фосфора. В силу этого эффект фосфора при данной температуре практически не заметен.

Титан, как и фосфор, также может взаимодействовать с вакансиями, усиливая их накопление при комнатной температуре [17]. При этом количество титана в стали на порядок превышает количество фосфора. Благодаря этому в сталях проявляется эффект титана на накопление вакансий при комнатной температуре, хотя он и выражен слабо.

4. Заключение

В работе методом позитронной аннигиляционной спектроскопии изучено влияние фосфора и титана на накопление вакансионных дефектов в аустенитных нержавеющей сталях на ранних стадиях облучения при комнатной температуре. Результаты работы показали, что при данной температуре фосфор не оказывает заметного влияния на накопление вакансионных дефектов. Это обусловлено малой подвижностью вакансий и низкой концентрацией

примеси. Титан благодаря высокой его концентрации усиливает накопление вакансионных дефектов при облучении, однако этот эффект проявляется слабо.

Благодарность

Работа выполнена в рамках государственного задания МИНОБРНАУКИ России (тема «Функция» № АААА-А19-119012990095-0) при частичной поддержке РФФИ (проект № 18-02-00270).

Литература

1. Zinkle Steven J. and Busby Jeremy T. Structural materials for fission & fusion energy // *Materials Today*. – 2009. – Vol. 12, iss. 11. – P. 12–19. – DOI: 10.1016/S1369-7021(09)70294-9.
2. Zinkle S. J., Was G. S. Materials challenges in nuclear energy // *Acta Materialia*. – 2013. – Vol. 61. – P. 735–758. – DOI: 10.1016/j.actamat.2012.11.004.
3. Braisford A. D., Bullough R. Void growth and its relation to intrinsic point defect properties // *Journal of Nuclear Materials*. – 1978. – Vol. 69–70. – P. 434–450. – DOI: 10.1016/0022-3115(78)90259-3.
4. Effects of phosphorus on defect behavior, solute segregation and void swelling in electron irradiated Fe-Cr-Ni alloys / H. Watanabe, A. Aoki, H. Murakami, T. Muroga, N. Yoshida // *Journal of Nuclear Materials*. – 1988. – Vol. 155–157. – P. 815–822. – DOI: 10.1016/0022-3115(88)90422-9.
5. Watanabe H., Muroga T., Yoshida N. The temperature dependent role of phosphorus and titanium in microstructural evolution of Fe-Cr-Ni alloys irradiated in FFTF // *Journal of Nuclear Materials*. – 1996. Vol. 228. – P. 261–274. – DOI: 10.1016/0022-3115(96)80004-3.
6. Effects of titanium additions to austenitic ternary alloys on microstructural evolution and void swelling / T. Okita, W. G. Wolfer, F. A. Garner, N. Sekimura // *Philosophical Magazine*. – 2005. – Vol. 85, no. 18. – P. 2033–2048. – DOI: 10.1080/14786430412331331871.
7. Odette G. R., Alinger M. J., Wirth B. D. Recent developments in irradiation resistant steels // *Annual Review of Materials Research*. – 2008. – Vol. 38. – P. 471–503. – DOI: 10.1146/annurev.matsci.38.060407.130315.
8. A study of the effect of titanium on the void swelling behavior of D9 steels by ion beam simulation / C. David, B. K. Panigrahi, S. Balaji, A. K. Balamurugan, K. G. M. Nair, G. Amarendra, C. S. Sundar, B. Raj // *Journal of Nuclear Materials*. – 2008. – Vol. 383. – P. 132–136. – DOI: 10.1016/j.jnucmat.2008.08.049.
9. Positron annihilation studies on D9 steel – Effect of Ti concentration / J. Arunkumar, S. Abhaya, R. Rajaraman, G. Amarendra, K. G. M. Nair, C. S. Sundar, B. Raj // *Physica Status Solidi (c)*. – 2009. – Vol. 6, no. 11. – P. 2319–2321. – DOI: 10.1002/pssc.200982097.
10. Accumulation of defects in austenitic stainless steels with phosphorus and titanium additions upon electron irradiation at 573 K investigated using positron annihilation spectroscopy / D. A. Perminov, A. P. Druzhkov, N. L. Pecherkina, V. L. Arbuzov // *Physics of Metals and Metallography*. – 2019. – Vol. 120, no. 3. – P. 284–289. – DOI: 10.1134/S0031918X19030098.
11. Siegel R. W. Positron annihilation spectroscopy // *Annual Review of Materials Science*. – 1980. – Vol. 10. – P. 393–425. – DOI: 10.1146/annurev.ms.10.080180.002141.
12. Grafutin V. I., Prokop'ev E. P. Positron annihilation spectroscopy in materials structure studies // *Physics-Uspekhi*. – 2002. – Vol. 45, no. 1. – P. 59–74. – DOI: 10.3367/UFNr.0172.200201c.0067.
13. Morillo J., De Novion C. H., Dural J. Neutron and electron radiation defects in titanium and tantalum monocarbides: an electrical resistivity study // *Radiation Effects and Defects in Solids*. – 1981. – Vol. 55. – P. 67–78. – DOI: 10.1080/00337578108225467.
14. 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.

15. 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. – P. 273–280. – DOI: 10.1016/S0022-3115(01)00505-0.
16. Positron annihilation studies on the migration of deformation induced vacancies in stainless steel AISI 316L / U. Holzwarth, A. Barbieri, S. Hansen-Ilzhofer, P. Shaaff, M. Haaks // *Applied Physics A*. – 2001. – Vol. 73. – P. 467–475. – DOI: 10.1007/s003390100781.
17. Druzhkov A. P., Arbuzov V. L., Perminov D. A. Positron annihilation study of effects of Ti and plastic deformation on defect accumulation and annealing in electron-irradiated austenitic steels and alloys // *Journal of Nuclear Materials*. – 2005. – Vol. 341. – P.153–163. – DOI: 10.1016/j.jnucmat.2005.01.021.

Received: 31.10.2020

Revised: 10.12.2020

Accepted: 18.12.2020

DOI: 10.17804/2410-9908.2020.6.035-047

A PECULIARITY OF THE MAGNETIZATION OF A FERROMAGNET BY AN ALTERNATING FIELD

Yu. Ya. Reutov

*M.N. Miheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
18 S. Kovalevskoy St., Ekaterinburg, 620990, Russian Federation*

✉ asija1@yandex.ru

E-mail: asija1@yandex.ru

Address for correspondence: ul. S. Kovalevskoy, 18, Ekaterinburg, 620990, Russia

It has been experimentally established that the demagnetizing field of the magnetic poles formed at the ends of an open ferromagnetic cylinder decreases with increasing frequency of the magnetizing field due to a decrease in their size under the influence of the surface effect. For this reason, as the frequency of the magnetizing external field increases, the internal field in a ferromagnetic cylinder near the surface approaches it in amplitude. In addition, it has been found that the field on the surface of a ferromagnetic rod magnetized by an alternating field significantly exceeds the latter in strength with increasing frequency of this field.

Keywords: alternating magnetic field, surface effect, demagnetizing coefficient, magnetic poles, surface effect, eddy currents, internal field, penetration depth, Hall effect, microchip.

Acknowledgment

The work was performed under the state assignment from The Ministry of Education and Science of Russia (theme Diagnostics, No. AAAA-A18-118020690196-3).

References

1. Dorofeyev A.L. *Nerozrushayushchiye ispytaniya metodom vikhrevykh tokov* [Non-destructive eddy current testing]. Moscow, Publ. «Oborongiz», 1961, 158 p. (In Russian).
2. Lammeraner J., Štafl M. *Vikhrevye toki*, per. s chesh. [Vřivé proudy, Státní nakladatelství technické literatury, Praha, 1964]. Moscow, Leningrad, Energiya Publ., 1967, 208 p. (In Russian).
3. Gerasimov V.G., Ostanin Yu.Ya., Pokrovskij A.D., Sukhorukov V.V., Chernov L.A. *Nerazrushayushchiy control kachestva izdeliy elektromagnitnymi metodami* [Nondestructive Quality Testing of Articles by Electro-magnetic Methods]. Moscow, Energiya Publ., 1978, 216 p. (In Russian).
4. *Nerazrushayushchiy control*, pod red. V.V. Kluyeva, t. 2 [Non-destructive Testing, Kluyev V.V., ed., vol. 2]. Moscow, Mashinostroenie Publ., 2005, 688 p. (In Russian).
5. Reutov Y.Y., Shcherbinin V.E. On complex permeability in eddy-current flaw detection, defektoskopiya. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2012, vol. 48, no. 12, pp. 693–699. DOI: 10.1134/S1061830912120054.
6. Reutov Yu.Ya. The causes of the hodograph anomalies of a vortex-current converter. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2012, vol. 51, no. 12, pp. 759–767. DOI: 10.1134/S1061830915120086.
7. Reutov Yu.Ya. A generalized eddy current parameter: applicability boundaries. *Elektrichestvo*, 2016, no. 7, pp. 42–50. (In Russian).

8. Arkadev V.K. *Elektromagnitnye processy v metallakh*, ch. 2 [Electromagnetic Processes in Metals]. Moscow, Leningrad, NKTP SSSR, Obed. Nauch.-tekhnicheskoe izd-vo, Glavnaya Red. Energeticheskoy Literaturny Publ., 1934–1936. (In Russian).
9. Chechernikov V.I. *Magnitnye izmereniya* [Magnetic Measurements]. Izdatelstvo Moskovskogo Universiteta, 1969, 386 p. (In Russian).
10. Turowski Janusz. *Tekhnicheskaya elektrodinamika*, per. s polsk. [Elektrodynamika techniczna]. Moscow, Energiya, 1974, 488 p. (In Russian).
11. Burtsev G.A. On the magnetization reversal dynamics of finite-length ferromagnetic rods in weak magnetic fields. *Defektoskopiya*, 1973, no. 5, pp. 34–42. (In Russian).
12. Tamm I.E. *Osnovy teorii elektrichestva* [Fundamentals of the Theory of Electricity]. Moscow, Nauka Publ., 1976, 616 p. (In Russian).
13. Yanus R.I. *Magnitnaya defektoskopiya* [Magnetic Nondestructive Testing]. Moscow, Leningrad, OGIz Gostekhizdat Publ., 1946, 171 p. (In Russian).
14. Vedenev M.A., Drozhzhina V.I. On measurements of coercive force with a bolt-on probe. *Defektoskopiya*, 1977, no. 5, pp. 65–73. (In Russian).
15. Vedenev M.A. An instrument for measuring the tangential component of a constant magnetic field on the surface of a specimen. *Defektoskopiya*, 1982, no. 2, pp. 89–91. (In Russian).
16. Available at: www.sentron.ch
17. Reutov Y.Y., Shcherbinin V.E., Volkov A.V. Possibilities for the selection of magnetic field transducers for nondestructive testing. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2014, vol. 50, no. 12, pp. 760–768. DOI: 10.1134/S1061830914120080.
18. Reutov Y.Y. The characteristic of an object revealed by its magnetic field. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 1998, vol. 34, no. 2, pp. 77–83.
19. Reutov Yu.Ya. Ferrite-ring magnetostatic screens. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 1999, vol. 35 (5), pp. 334–338.

Подана в журнал: 31.10.2020
УДК 620.179.14:620.179.147
DOI: 10.17804/2410-9908.2020.6.035-047

ОСОБЕННОСТЬ НАМАГНИЧИВАНИЯ ФЕРРОМАГНЕТИКА ПЕРЕМЕННЫМ ПОЛЕМ

Ю. Я. Реутов

*ФГБУН Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук,
18, ул. С. Ковалевской, г. Екатеринбург, Российская Федерация*

✉ asija1@yandex.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: asija1@yandex.ru
Адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, 620990, г. Екатеринбург, Российская Федерация

Экспериментальным путем установлено, что размагничивающее поле магнитных полюсов, образующихся на торцах разомкнутого ферромагнитного цилиндра, убывает с ростом частоты намагничивающего поля вследствие уменьшения их размеров под влиянием поверхностного эффекта. По этой причине внутреннее поле в ферромагнитном цилиндре вблизи его поверхности с ростом частоты намагничивающего внешнего поля приближается к нему по амплитуде. Кроме того, обнаружено, что поле на поверхности неферромагнитного стержня, намагничиваемого переменным полем, с ростом частоты этого поля заметно превосходит его по напряженности.

Ключевые слова: переменное магнитное поле, поверхностный эффект, размагничивающий коэффициент, магнитные полюса, поверхностный эффект, вихревые токи, внутреннее поле, глубина проникновения, эффект Холла, микросхема.

1. Введение

Если теория намагничивания неферромагнитных проводящих предметов гармоническим переменным полем разработана достаточно полно [1–4], то изучение намагничивания таким полем ферромагнитных предметов продолжается, принося новые, не всегда ожидаемые сведения [5–7].

Известно, что при намагничивании кругового продолговатого цилиндра из неферромагнитного металла продольным переменным полем в его теле возникают концентрические вихревые токи, перпендикулярные вектору намагничивающего поля. Эти токи обуславливают появление в теле цилиндра переменного магнитного поля, направленного вдоль его оси и, начиная с некоторой частоты, противофазного намагничивающему полю. Следствием этого является монотонное убывание результирующего намагничивающего поля по мере углубления в тело цилиндра, названное поверхностным эффектом и, в первом приближении, подчиняющееся экспоненциальному закону. Расстояние вдоль радиуса цилиндра, на котором напряженность проникающего в него переменного поля убывает в e раз, названо глубиной проникновения [1–4]. Если обозначить ее a , то

$$a = \sqrt{\frac{2}{\mu_0 \cdot \mu \cdot \sigma \cdot \omega}}, \quad (1)$$

где μ_0 – магнитная постоянная; μ – относительная магнитная проницаемость материала изделия; σ – его удельная электропроводность и ω – круговая частота намагничивающего поля.

Введение в формулу (1) относительной магнитной проницаемости материала цилиндра μ молчаливо предполагает, что проникновение переменного поля в ферромагнитный цилиндр, обладающий относительной проницаемостью, большей единицы, отличается от проникновения в неферромагнитный только количественно. Физическая картина проникновения предполагается совершенно одинаковой.

Между тем в [5–7] показано, что намагничивание ферромагнитного цилиндра переменным магнитным полем существенно отличается от намагничивания неферромагнитного. В частности, было установлено, что широко распространенный в теории вихревых токов обобщенный вихретоковый параметр β , описываемый выражением

$$\beta = R \cdot \sqrt{\mu_0 \cdot \mu \cdot \sigma \cdot \omega}, \quad (2)$$

где R – радиус намагничиваемого цилиндра, в полной мере применим только для описания процессов намагничивания неферромагнитных изделий и обуславливает существенные погрешности при попытках его использования в случае ферромагнитных.

Предлагаемая статья посвящена изложению результатов дальнейшего изучения намагничивания ферромагнитного цилиндра переменным магнитным полем.

Как известно [8–10], при намагничивании постоянным полем вытянутого ферромагнитного изделия (в частности цилиндра) вблизи его концов возникают магнитные полюса, которые могут быть интерпретированы как воображаемые магнитные заряды. Поле этих полюсов внутри цилиндра (и вблизи него) направлено навстречу внешнему намагничивающему полю и, в той или иной степени, компенсирует это поле (рис. 1).



Рис. 1. Ориентация магнитных полей в протяженном ферромагнетике

На рис. 1 схематично представлен продолговатый ферромагнитный предмет (например стержень), намагничиваемый постоянным полем H_e , ориентированным слева направо. На левом конце предмета образуется южный магнитный полюс S , поскольку силовые линии внешнего поля входят в него, на правом конце – северный полюс N . Между образовавшимися полюсами возникает размагничивающее поле H_d , направленное навстречу внешнему намагничивающему.

В результате в намагничиваемом предмете будет действовать внутреннее поле H_i , являющееся результатом алгебраического суммирования полей:

$$H_i = H_e - H_d. \quad (3)$$

Из простых физических соображений следует, что размагничивающее поле H_d должно быть пропорционально намагниченности предмета M и некоторому параметру N , зависящему от геометрических свойств (формы) намагничиваемого предмета. В этом случае выражение (3) может быть записано так:

$$H_i = H_e - N \cdot M. \quad (4)$$

Намагниченность ферромагнитного предмета определяется [8] выражением

$$M = k \cdot H_i, \quad (5)$$

где k – магнитная восприимчивость его материала.

Параметр N , называемый размагничивающим коэффициентом [8, 9] и характеризующий интенсивность размагничивающего поля, создаваемого магнитными зарядами на торцах ферромагнитного предмета (при неизменной намагниченности), из простых физических соображений тем больше, чем больше поперечное сечение предмета (в данном случае на его торцах) и тем меньше, чем больше расстояние между полюсами. А поскольку поле, создаваемое магнитным полюсом, убывает пропорционально квадрату расстояния от него, то коэффициент N , в конечном счете, является функцией параметра λ .

$$N \approx \frac{1}{\lambda^2}, \quad (6)$$

где, в случае предмета в виде кругового цилиндра:

$$\lambda = \frac{l}{d}. \quad (7)$$

Здесь l – длина, а d – диаметр ферромагнитного цилиндра. Геометрический параметр λ называется коэффициентом удлинения цилиндра и входит в общеизвестные формулы для расчетов размагничивающих коэффициентов [9].

При переходе к рассмотрению намагничивания ферромагнитного цилиндра переменным гармоническим полем возникает вопрос о поведении размагничивающего коэффициента N . Если при малых частотах намагничивающего поля оно проникает без ослабления на всю глубину изделия, то с повышением частоты оно проникает на все меньшую глубину. В таком случае уменьшается площадь магнитных полюсов, возникающих на торцах цилиндра, и соответственно уменьшается действующий при этом размагничивающий коэффициент цилиндра.

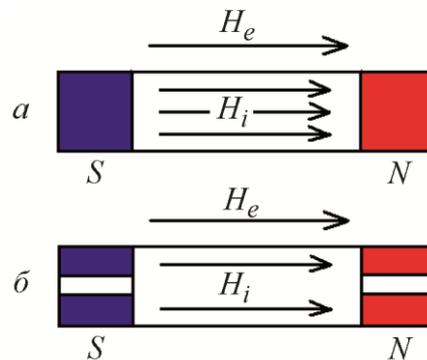


Рис. 2. Конфигурация магнитных зарядов на концах цилиндра: *a* – намагничивание ферромагнитного цилиндра постоянным полем; *б* – намагничивание ферромагнитного цилиндра переменным полем

Это схематично представлено на рис. 2. Намагничивание ферромагнитного цилиндра внешним постоянным продольным магнитным полем H_e , направленным слева направо и проникающим на всю толщину, виртуальные магнитные заряды, созданные внутренним полем H_i , являющимся разностью внешнего намагничивающего и внутреннего размагничивающего и присутствующего, в том числе и на оси цилиндра, можно представить сплошными короткими цилиндриками на его концах (рис. 2 *a*).

При намагничивании переменным полем созданные им магнитные полюса (заряды) периодически меняются местами. Внешнее поле ослабляется полем вихревых токов, протекающих вблизи поверхности по периметру цилиндра, и на оси цилиндра поле во много раз меньше, чем вблизи поверхности (скин-эффект). При достаточно высокой частоте перемагничивания плотность магнитных полюсов на оси цилиндра можно считать пренебрежимо

малой. Можно считать, что магнитные полюса приобретают конфигурацию коротких трубочек меньшего объема, чем цилиндрики (рис. 2 б). Поскольку размагничивающее поле, создаваемое магнитным зарядом, пропорционально его величине, а величина заряда равна произведению намагниченности на его объем, то уменьшение зарядов на оси цилиндра имеет следствием и уменьшение создаваемого ими размагничивающего поля. Значит, при прочих равных условиях, в соответствии с выражениями (3)–(5), может уменьшаться доля размагничивающего поля и напряженность внутреннего поля в ферромагнетике вблизи поверхности с ростом частоты может приближаться к напряженности внешнего намагничивающего поля:

$$H_i \rightarrow H_e. \quad (8)$$

На это обстоятельство обратил внимание ученый-физик Г.А. Бурцев еще в 1973 г. [11], однако тогда не было условий для экспериментальной проверки справедливости такого предположения. В предлагаемой статье излагаются результаты такой проверки.

2. Материал и методика эксперимента

Для достижения поставленной цели необходимо было измерить внутреннее поле H_i вблизи поверхности цилиндра в зависимости от частоты f намагничивающего поля H_e . Используя свойство непрерывности тангенциальной компоненты магнитного поля на границе сред с различающейся магнитной восприимчивостью [8, 12–15], поле вблизи внутренней поверхности ферромагнитного цилиндра с приемлемой точностью можно измерить в непосредственной близости к его внешней поверхности.

Традиционные измерительные катушки для этой цели применять затруднительно, поскольку требуется придавать им специфическую форму (рис. 3).

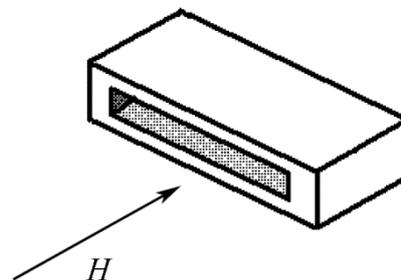


Рис. 3. Катушка для измерения внутреннего поля

Такая катушка должна обладать минимальным размером в высоту, чтобы воспринимать индукцию магнитного поля как можно ближе к поверхности испытуемого изделия. Но в таком случае площадь магнитного потока, охватываемого катушкой, минимальна, а значит, ничтожна и ЭДС, наводимая в ней (особенно при малых частотах измеряемого поля).

Появление микросхемных преобразователей магнитного поля, обладающих толщиной корпуса всего в один миллиметр, позволило устранить препятствия для измерения магнитных полей в непосредственной близости от поверхности намагниченного предмета. В нашем случае был применен микросхемный преобразователь магнитного поля 1SA-IV фирмы Senteron [16, 17], работающий на эффекте Холла. Преобразователь позволяет измерять магнитное поле вдоль длины обследуемого цилиндра на расстоянии порядка 0,2–0,3 мм от его поверхности. При подаче на электроды питания постоянного напряжения 6 в преобразователь (в отсутствие измеряемого магнитного поля) выдает на своем выходе 3 в постоянного напряжения. В приложенном постоянном магнитном поле напряженностью от -4 кА/м до 4 кА/м выходное напряжение преобразователя меняется в пределах от одного до пяти вольт при хорошей линейности преобразования.

При помещении преобразователя в переменное магнитное поле на его выходе наблюдается переменное напряжение соответствующей частоты, пропорциональное амплитуде воздействующего поля. В паспортных данных нашего преобразователя [16] его частотные характеристики не приводятся. Поэтому они были измерены нами экспериментально. Результат измерения представлен на рис. 4.

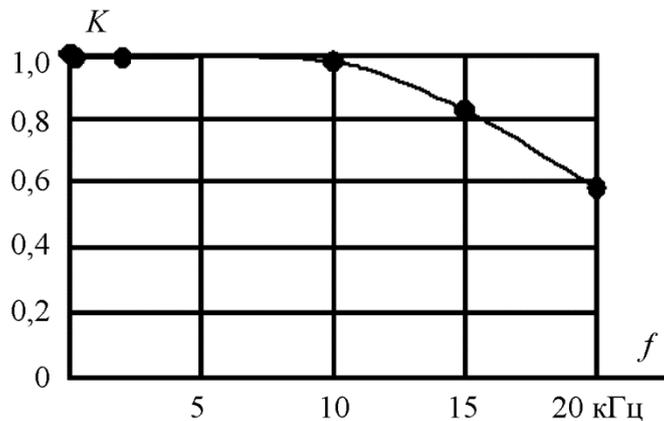


Рис. 4. Частотная характеристика преобразователя магнитного поля 1SA-IV. По горизонтали – частота переменного поля; по вертикали – коэффициент преобразования относительно статического поля

Из рис. 4 следует, что характеристика преобразования выбранной нами микросхемы линейна вплоть до частоты 10 кГц, чего вполне достаточно для решения нашей задачи.

На рис. 5 показано расположение основных составляющих эксперимента.

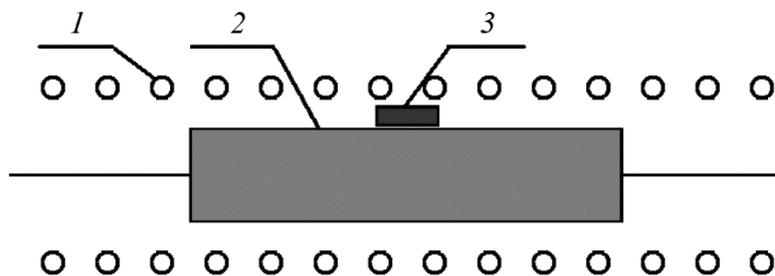


Рис. 5. Расположение составляющих эксперимента: 1 – соленоид, создающий переменное магнитное поле; 2 – объект исследования (круговой цилиндр или трубка); 3 – микросхемный преобразователь магнитного поля

На рис. 6 представлена блок-схема экспериментальной установки.

Установка работает следующим образом: звуковой генератор 1, вырабатывает переменное напряжение заданной частоты, которое поступает на соленоид 2, создающий переменное магнитное поле, намагничивающее исследуемый образец. Переменный ток, протекающий по соленоиду, вызывает падение переменного напряжения на образцовом резисторе 3, включенном последовательно с соленоидом. Это переменное напряжение позволяет контролировать ток, протекающий по соленоиду, с помощью электронного милливольтметра 4. Переменное напряжение, вырабатываемое преобразователем магнитного поля 5, измеряется электронным милливольтметром 6. При переходе с одной заданной частоты на другую, ток, протекающий по соленоиду, контролируется милливольтметром 4 и поддерживается неизменным по амплитуде.

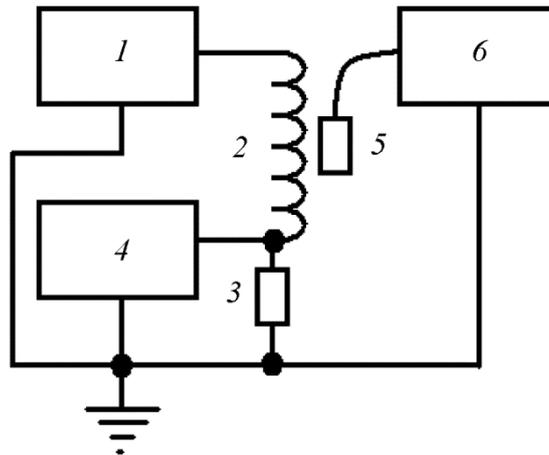


Рис. 6. Блок-схема экспериментальной установки: 1 – звуковой генератор; 2 – соленоид; 3 – образцовый резистор сопротивлением 0,51 Ом; 4 – милливольтметр; 5 – преобразователь магнитного поля; 6 – милливольтметр

Переменное магнитное поле, действующее на преобразователь 5, измеряется по величине переменного напряжения, поступающего на милливольтметр 6.

3. Результаты и обсуждение

На рис. 7 приведены результаты измерений зависимости поля вблизи поверхности ферромагнитных стержней от частоты намагничивающего поля. По оси абсцисс отложена частота намагничивающего поля амплитудой напряженности 150 А/м, а по оси ординат – напряженность поля вблизи поверхности испытуемого ферромагнитного цилиндра в единицах напряженности намагничивающего поля. Кривая 1 соответствует цилиндру из стали Ст.3 диаметром 12 и длиной 50 мм, кривая 2 – такому же цилиндру длиной 78 мм и, наконец, кривая 3 – цилиндру длиной 132 мм.

Если считать, что поле, измеряемое преобразователем 1SA-IV, соответствует по напряженности полю внутри ферромагнитного цилиндра вблизи его поверхности, то из рис. 7 следует, что по мере возрастания частоты намагничивающего поля эффект размагничивающего действия магнитных полюсов вблизи торцов цилиндра монотонно убывает.

По горизонтали – частота намагничивающего поля. По вертикали – поле на поверхности стержня в единицах намагничивающего поля.

Вблизи нулевой частоты внутреннее поле в цилиндре тем меньше, чем меньше его коэффициент удлинения (при неизменном внешнем поле). Благодаря убыванию размагничивающего поля условия для намагничивания стержня с повышением частоты должны улучшаться. Однако этому препятствует возрастание влияния вихревых токов в теле стержня. В итоге поток индукции через поперечное сечение стержня с ростом частоты намагничивающего поля при неизменной амплитуде намагничивающего поля все же убывает.

На рис. 8. представлена зависимость потока индукции через поперечное сечение ферромагнитного цилиндра диаметром 12 и длиной 78 мм, полученная посредством измерения ЭДС, наводимой в измерительной катушке, размещенной посередине объекта исследования.

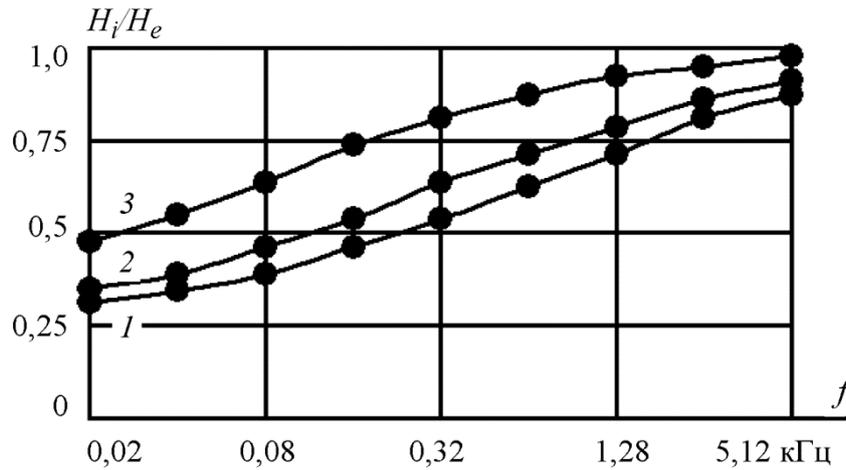


Рис. 7. Зависимость поля вблизи поверхности ферромагнитного стержня от частоты намагничивающего поля. По горизонтали – частота намагничивающего поля; по вертикали – поле на поверхности стержня в единицах намагничивающего поля

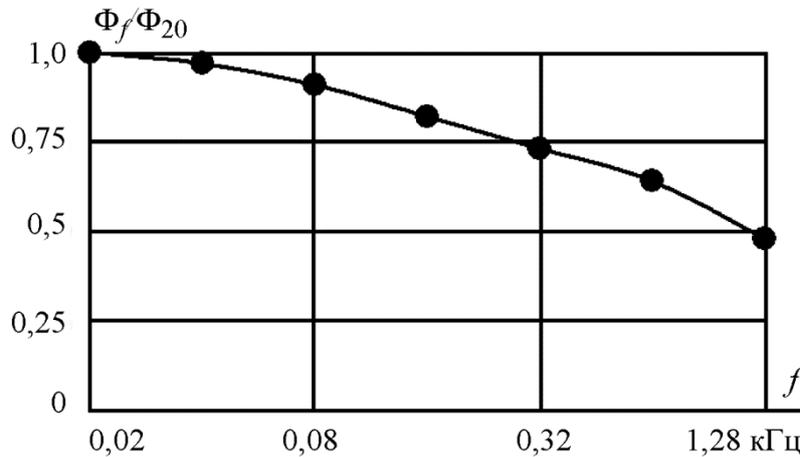


Рис. 8. Частотная зависимость потока индукции через центральное сечение ферромагнитного цилиндра. По горизонтали – частота намагничивающего поля; по вертикали – поток индукции на частоте наблюдения относительно потока при частоте 20 Гц

Представляет интерес исследование частотной зависимости поля на поверхности неферромагнитного проводящего цилиндра. Такая зависимость была измерена вблизи поверхности медного цилиндра диаметром 20 и длиной 75 мм (рис. 9). На ней также наблюдается некоторое увеличение доли поля на поверхности цилиндра относительно намагничивающего поля.

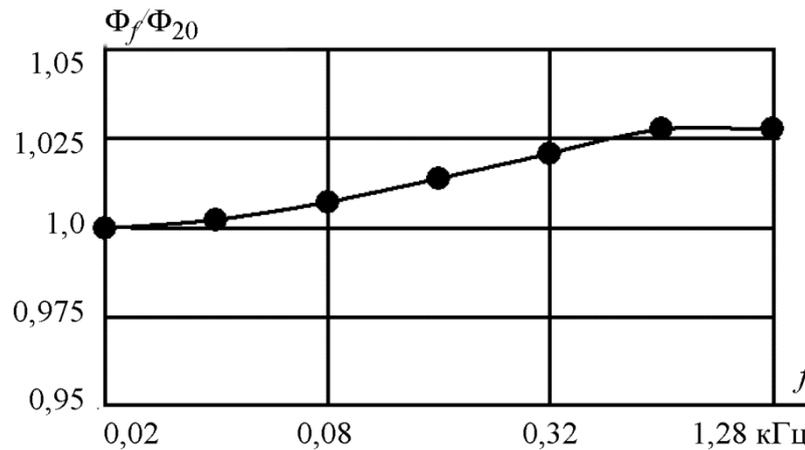


Рис. 9. Поле на поверхности медного цилиндра, намагничиваемого переменным полем. По горизонтали – частота намагничивающего поля; по вертикали – поле на поверхности цилиндра в единицах напряженности намагничивающего поля

Это возрастание не очень значительное, но выходит за рамки погрешностей измерения. Возникает вопрос о причинах его появления. По мнению автора, здесь проявляется поле вихревых токов, возникающих в теле обследуемого цилиндра. На рис. 10 изображены силовые линии магнитного поля, создаваемого вихревыми токами в толще цилиндра.

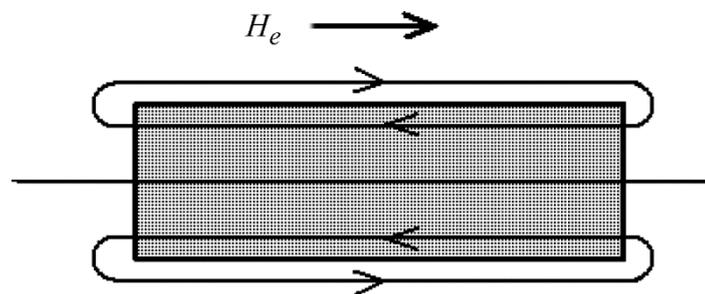


Рис. 10. Поле вихревых токов в диамагнитном цилиндре и вне его

Как и полагается, в толще цилиндра они направлены навстречу намагничивающему переменному полю [18], но вне цилиндра они совпадают по направлению с намагничивающим полем и слегка усиливают его, что и фиксирует преобразователь магнитного поля, размещенный на поверхности цилиндра.

Намагничивание ферромагнитной трубки

На рис. 11 представлены результаты измерений переменного магнитного поля на внешней и внутренней стенках ферромагнитной трубки, намагничиваемой вдоль продольной оси. Трубка была изготовлена из стали Ст5 и при длине 65 мм имела внешний диаметр 25 и внутренний 20 мм. Преобразователи магнитного поля прикреплялись к внешней и внутренней стенкам трубки посередине ее длины с целью измерения полей, действующих вдоль оси. Еще один преобразователь размещался на оси трубки, посередине ее длины. С его помощью изучалось экранирование пространства в полости трубки от внешнего продольного магнитного поля.

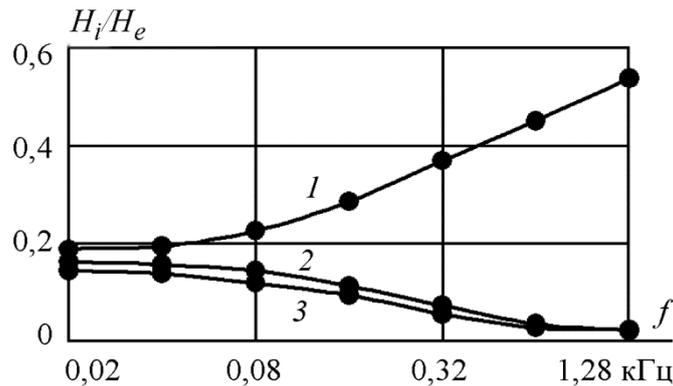


Рис. 11. Поля на внешней и внутренней стенках, а также в полости стальной трубки, намагничиваемой переменным полем. По горизонтали – частота намагничивающего поля, по вертикали – поле в различных местах трубки в долях намагничивающего.
Кривая 1 – поле на внешней стенке трубки; кривая 2 – поле на внутренней стенке; кривая 3 – поле в центре полости трубки

Сопоставление начальных участков кривых 1–3 показывает, что при малых частотах намагничивающего поля, когда намагничивание близко к статическому, внутреннее поле ослаблено действием размагничивающего поля полюсов на торцах трубки. Вблизи внутренней стенки трубки оно ослаблено несколько сильнее вследствие магнитоэкранирования полости трубки от внешнего продольного поля [19]. Еще заметнее такое экранирование в центре полости трубки. По мере нарастания частоты намагничивающего поля растет, поле вблизи внешней стенки трубки (кривая 1), как и в случае сплошного ферромагнитного цилиндра (рис. 7). Поле вблизи внутренней стенки (кривая 2), как и в центре полости трубки (кривая 3), ослабляется с частотой под влиянием поля вихревых токов.

4. Заключение

Для измерения переменных магнитных полей в теле ферромагнитного предмета применен микросхемный преобразователь магнитного поля в электрический сигнал 1SA-IV, позволяющий измерять поле вдоль поверхности исследуемого объекта на расстоянии менее 0,5 мм от нее. Такое поле с достаточной степенью приближения может считаться соответствующим полю внутри тела объекта вблизи его стенки.

Измерением частотной характеристики преобразователя 1SA-IV была подтверждена его пригодность для измерения переменных магнитных полей с частотами до 10 кГц.

Измерениями на ферромагнитных цилиндрах показали, что размагничивающее поле магнитных полюсов, образующихся на торцах удлиненного ферромагнитного предмета, монотонно уменьшается с ростом частоты переменного намагничивающего поля по причине уменьшения размеров этих полюсов вследствие поверхностного эффекта. Использование при экспериментах ферромагнитных стержней с разными коэффициентами удлинения подтвердило прямую связь наблюдаемых эффектов с размагничивающими коэффициентами этих стержней.

Выявлено заметное увеличение переменного магнитного поля вблизи поверхности неферромагнитного стержня с возрастанием частоты намагничивающего поля. Такое увеличение, по мнению автора, объясняется влиянием поля вихревых токов, компенсирующих намагничивающее поле внутри намагничиваемого неферромагнитного объекта и несколько усиливающих это поле снаружи объекта.

Измерениями на ферромагнитной трубке доказано, что с возрастанием частоты намагничивающего поля оно ослабляется внутри нее – вблизи внутренней стенки, в то время как вблизи ее внешней стенки оно возрастает.

Выполненные исследования позволили получить новые, ранее неизвестные сведения о процессах в ферромагнитных предметах при их намагничивании переменным полем. Сведения эти могут оказаться полезными как в теоретическом плане, так и при интерпретации полученных экспериментальных материалов.

Использование современных достижений микроэлектронной промышленности открывает новые возможности для экспериментального изучения электромагнитных процессов в ферромагнитных объектах.

Благодарность

Работа выполнена в рамках государственного задания МИНОБРНАУКИ России (тема «Диагностика», № АААА-А18-118020690196-3).

Литература

1. Дорофеев А. Л. Неразрушающие испытания методом вихревых токов. – М. : Оборонгиз, 1961. – 158 с.
2. Ламмеранер Й., Штафль М. Вихревые токи / пер. с чеш. – Москва – Ленинград : Энергия, 1967. – 208 с.
3. Неразрушающий контроль качества изделий электромагнитными методами / В. Г. Герасимов, Ю. Я. Останин, А. Д. Покровский, В. В. Сухоруков, Л. А. Чернов. – М. : Энергия, 1978. – 215 с.
4. Неразрушающий контроль. Т. 2 / под ред. В. В. Клюева. – М. : Машиностроение, 2005. – 688 с.
5. Reutov Y. Y., Shcherbinin V. E. On complex permeability in eddy-current flaw detection, defektoskopiya // Russian Journal of Nondestructive Testing. – 2012. – Vol. 48, no. 12. – P. 693–699. – DOI: 10.1134/S1061830912120054.
6. Reutov Yu. Ya. The causes of the hodograph anomalies of a vortex-current converter // Russian Journal of Nondestructive Testing. – 2012. – Vol. 51, no. 12. – P. 759–767. – DOI: 10.1134/S1061830915120086.
7. Реутов Ю. Я. Обобщенный вихретоковый параметр, границы применимости // Электричество. – 2016. – № 7. – С. 42–50.
8. Аркадьев В. К. Электромагнитные процессы в металлах. Ч. 1. – Москва; Ленинград : НКТП СССР. Объед. науч.-техническое изд-во. Главная ред. энергетической литературы, 1934–1936. – 230 с.
9. Чечерников В. И. Магнитные измерения. – Изд. 2, перераб. и доп. – Издательство Московского университета, 1969. – 388 с.
10. Туровский Я. Техническая электродинамика / пер. с польского. – М. : Энергия, 1974. – 488 с.
11. Бурцев Г. А. К динамике перемагничивания ферромагнитных стержней конечной длины в слабых магнитных полях. – Дефектоскопия. – 1973 – № 5 – С. 34–42.
12. Тамм И. Е. Основы теории электричества. – М. : Наука, 1976. – 616 с.
13. Янус Р. И., Магнитная дефектоскопия. – Москва ; Ленинград : Гостехиздат, 1946. – 171 с.
14. Веденев М. А., Дрожжина В. И. Об измерении коэрцитивной силы накладным датчиком. – Дефектоскопия. – 1977. – № 5. – С. 65–73.
15. Веденев М. А. Измеритель тангенциальной составляющей постоянного магнитного поля на поверхности образца. – Дефектоскопия. – 1982. – № 2. – С. 89–91.
16. URL: www.sentron.ch
17. Reutov Y. Y., Shcherbinin V. E., Volkov A. V. Possibilities for the selection of magnetic field transducers for nondestructive testing // Russian Journal of Nondestructive Testing. – 2014. – Vol. 50, no. 12. – P. 760–768. – DOI: 10.1134/S1061830914120080.

18. Reutov Yu. Ya. The characteristic of an object revealed by its magnetic field // Russian Journal of Nondestructive Testing. – 1998. – Vol. 34, no. 2. – P. 77–83.
19. Reutov Yu. Ya. Ferrite-ring magnetostatic screens // Russian Journal of Nondestructive Testing. – 1999. – Vol. 35 (5). – P. 334–338.

Received: 13.10.2020
Revised: 14.12.2020
Accepted: 18.12.2020
DOI: 10.17804/2410-9908.2020.6.048-053

PRODUCTION OF PURE NICKEL ALLOYS DOPED WITH SULFUR AND PHOSPHORUS

S. E. Danilov* and V. L. Arbuzov

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

a)  <https://orcid.org/0000-0001-9815-8196>  danilov@imp.uran.ru;
b)  <https://orcid.org/0000-0003-0334-7459>

*Corresponding author. E-mail: danilov@imp.uran.ru
Address for correspondence: ul. S. Kovalevskoy, 18, Ekaterinburg, 620108, Russian Federation

A procedure for alloying nickel with sulfur and phosphorus by diffusion and homogenizing annealing is described using the example of pure nickel (RRR at 600). A scheme of the installation for alloying from the gas phase is described. The possibility of uniform alloying with sulfur and phosphorus of samples and material in the form of plates or foils with a thickness of 0.2 mm or thinner at a concentration ranging between 0.001 and 0.08) at. % is shown. Diffusion annealing is carried out after heating and pumping out in a high vacuum and without contamination, in a quartz volume containing sulfur or phosphorus vapors at a temperature of 1100 to 1200 °C. By choosing the ratio of the masses of the alloyed material and the corresponding filling of sulfur or phosphorus, it is possible to predict in advance the resulting concentration of impurities with a sufficient time of annealing. The impurity concentration is uniform in volume within ten percent. Modeling and control annealings with the measurement of the residual resistivity of the control samples allows you to evaluate the results obtained.

Keywords: alloying, sulfur, phosphorus, nickel, diffusion, homogenization.

Acknowledgment

The work was carried out within the framework of the state assignment from the Ministry of Education and Science of Russia, theme “Function” No. 0388-2019-0004, and partially supported by the Russian Foundation for Basic Research, project No. 18-02-00270.

References

1. Van Wazer J.R. *Phosphorus and its Compounds*, Interscience Publishers, New York, N. Y., vol. I, 1958, p. 283.
2. Arbuzov V.L., Vladimirov A.B., Danilov S.E., Klotsman S.M., Trakhtenberg I.Sh. Diffusion, Solubility, and Residual Electrical Resistance in Nickel-Sulfur Alloys. *Fiz. Met. Metalloved.*, 1980, vol. 49, no. 2, pp. 356–362. (In Russian).
3. Bokshtein B.S. *Diffusion in Metals*. Moscow, Metallurgiya Publ., 1978, 248 p. (In Russian).
4. Kablov D.E., Sidorov V.V., Puchkov Yu.A. Diffusion behavior features of impurities and microalloying additives in nickel and single crystal superalloys. *Aviatsionnye Materialy i Tekhnologii*, 2016, no. 1 (40). DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-1-24-31. (In Russian).
5. Titov K.V. *Chislennyye metody resheniya zadach diffuzii* [Numerical Methods for Solving the Diffusion Problems: study guide]. Moscow, Izd-vo MGTU im. N.E. Bauman Publ., 2009, 48 p. (In Russian).

6. Tikhonov A.N., Samarskiy A.A. Uravneniya matematicheskoy fiziki [The Equations of Mathematical Physics]. Moscow, Izd-vo MGU, 2004. (In Russian).

Подана в журнал: 13.10.2020
УДК 669-1:53.08
DOI: 10.17804/2410-9908.2020.6.048-053

ПОЛУЧЕНИЕ ЧИСТЫХ СПЛАВОВ НИКЕЛЯ, ЛЕГИРОВАННЫХ СЕРОЙ И ФОСФОРОМ

С. Е. Данилов*, В. Л. Арбузов

*Институт физики металлов, им. М.Н. Михеева УрО РАН,
18, ул. Софьи Ковалевской, Екатеринбург, 620108, Российская Федерация*

a)  <https://orcid.org/0000-0001-9815-8196>  danilov@imp.uran.ru;
b)  <https://orcid.org/0000-0003-0334-7459>

*Ответственный автор. Электронная почта: danilov@imp.uran.ru
Адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, 620108, Екатеринбург, Российская Федерация

Описана методика легирования никеля серой и фосфором путем диффузионных и гомогенизирующих отжигов на примере чистого никеля с RRR (Residual Resistivity Ratio) на уровне 600. Описана схема установки для легирования из газовой фазы. Показана возможность равномерного легирования серой и фосфором образцов и материала в виде пластин или фольг толщиной на уровне 0,2 мм или тоньше, в диапазоне концентраций – (0,001–0,08) ат. %.

Диффузионный отжиг проводится после прогрева и откачки в высоком вакууме и закупорки, в кварцевом объеме, содержащем пары серы или фосфора при температуре 1100–1200 °С. За счет выбора соотношения масс легируемого материала и соответствующей закладки серы или фосфора можно заранее прогнозировать получаемую концентрацию примеси при достаточном времени легирующего отжига. Концентрация примеси равномерна по объему в пределах десятка процентов. Проведение моделирующих и контрольных отжигов с измерением остаточного электросопротивления контрольных образцов позволяет оценивать получаемые результаты.

Ключевые слова: легирование, сера, фосфор, никель, диффузия, гомогенизация.

1. Введение

При проведении исследований, связанных с определением роли примесей в процессе различных внешних воздействий (облучение, деформация, термические процедуры и др.) часто возникает необходимость получения наборов образцов с известной концентрацией легирующей примеси при ее варьировании. При таком легировании, необходимо избежать или уменьшить до минимума проникновение в исследуемые образцы других примесей [1, 2]. В работе описана методика приготовления сплавов типа Ni-S или Ni-P из чистого никеля (RRR на уровне 600) в виде фольг или тонких монокристаллических пластин толщиной 0,2 мм в диапазоне концентраций 0,001–0,08 ат. % путем диффузионных отжигов.

2. Материал и методика

Установка для диффузионного насыщения представляет собой кварцевую запаянную трубу I диаметром около 35–37 мм, присоединенную к высоковакуумной безмасляной откачной системе Эра-250, с магниторазрядным насосом Норд-250 (рисунки).

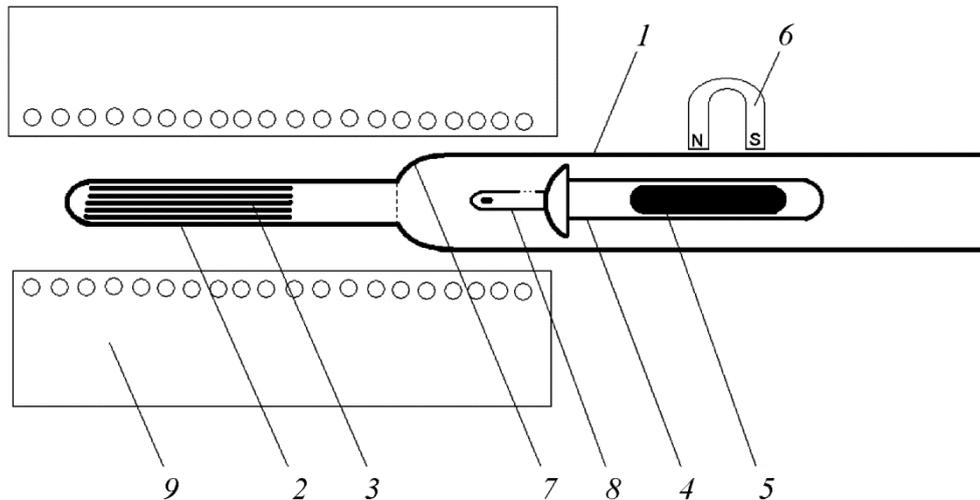


Схема установки для диффузионного легирования (пояснения в тексте)

В случае отсутствия существенного газовыделения насос может создать в трубе вакуум на уровне 10^{-6} мм. рт. ст. На конце трубы приварен кварцевый стакан 2 с внутренним диаметром около 15 мм. Стопка пластин из насыщаемого серой или фосфором материала 3 расположена в этом стакане. Между пластинами имеется зазор около 0,3 мм для свободного прохождения газа. Внутри трубы имеется перемещаемый шток 4, изготовленный из кварца. Шток имеет запаянную трубу, содержащую железный свободно расположенный цилиндр 5. Цилиндр служит для перемещения штока вдоль тубы с помощью расположенного снаружи магнита 6. Шток имеет утолщение на конце, прижимаемое к основанию стакана. Это утолщение имеет притертую шаровую поверхность, являющуюся ответной к притертой шаровой внутренней поверхности участка перехода 7 с кварцевой трубы на кварцевый стакан. На конце штока, оказывающемся внутри стакана приварен кварцевый выступ 8, изготовленный из тонкой кварцевой трубки, запаянной и имеющей боковое отверстие. В этот выступ помещается легирующее вещество (сера или фосфор). Снаружи стакана и трубы расположена снимаемая печь 9, позволяющая поддерживать температуру, необходимую для диффузионного насыщения. Остаточное электросопротивление контрольных образцов, насыщаемых вместе с пластинами, измеряли на автоматизированном комплексе при 4,2 К с точностью 0,05 % и чувствительностью $5 \cdot 10^{-12}$ Ом·см.

3. Результаты и обсуждение

При проведении насыщения вначале шток отодвигался внешним магнитом на расстояние, достаточное для того, чтобы он имел комнатную температуру. В таком положении проводился обезгаживающий отжиг легируемого материала и кварцевого стакана при температуре около 900 °С в течение часа. После снятия печи и охлаждения трубы со стаканом до комнатной температуры шток с помощью магнита вдвигался и заперл притертым утолщением стакан с насыщаемым материалом. При этом кварцевый выступ 8, содержащий легирующее вещество оказывался внутри объема стакана. После этого печь вновь надевалась и производился диффузионный отжиг при 1150–1200 °С. При этом легирующее вещество испарялось и происходило заполнение стакана парами этого вещества. Поверхность пластин легируемого материала абсорбировала примесь и становилась диффузионным источником для проникновения примеси вглубь пластин. Решение диффузионной задачи по проникновению примеси с обеих сторон в плоскую пластину [2–6] позволило оценить время (30–40 ч), необходимое для равномерного насыщения объема с неоднородностью по толщине на уровне 10 %. При этих температурах растворимость примесей в никеле выше 1000 ppm. Масса примеси и насыщаемого

материала предварительно определялась взвешиванием. Это позволило провести расчет получаемой концентрации в предположении, что примесь не покидает объем стакана и полностью адсорбируется поверхностью пластин. При проведении диффузионных отжигов количество заложенной в выступ примеси не должно при оценках концентрации в насыщаемом материале превышать уровень растворимости примеси при температуре диффузионного отжига. После окончания диффузионного отжига печь снималась и проводилась закалка достигнутого состояния путем охлаждения стакана в сосуде с водой комнатной температуры с целью сохранить примесь в твердом растворе и не дать произойти распаду твердого раствора. Возможное проникновение примеси из стакана в трубу можно обнаружить по росту тока насоса. Этого в диффузионных насыщениях не было обнаружено. Концентрацию серы и фосфора в никеле после насыщения определяли из измерений электросопротивления с использованием значения вклада серы в остаточное электросопротивление никеля $\rho_s = 0,68$ нОм см/at. ppm [2] и вклада фосфора ориентировочно (по оценкам) $0,5$ нОм см/at. ppm. В проведенных экспериментах по насыщению проводилось сравнение рассчитанной концентрации серы и фосфора исходя из соотношения масс с концентрацией, измеренной с помощью остаточного электросопротивления. Совпадение в пределах 6–8 % можно считать дополнительным обоснованием чистоты эксперимента.

Давление насыщенных паров серы при комнатной температуре $2,8 \cdot 10^{-6}$ мм. рт. ст, давление насыщенных паров фосфора по теоретическим оценкам $1,9 \cdot 10^{-8}$ мм. рт. ст. Таким образом, помещение легирующего вещества в выступ на штоке не приводит к ухудшению вакуума при обезгаживающем отжиге. Повышение температуры печи, произведенное после вдвигания штока, при диффузионном отжиге приводило к быстрому переходу легирующего вещества в газообразное состояние.

Для проверки чистоты эксперимента проводились холостые отжики, включающие все процедуры, кроме закладки примеси в кварцевый выступ. Отжиг чистого никеля с отношением сопротивлений RRR на уровне 1000 дал величину RRR около 600, что говорит об отсутствии загрязнений на уровне 10 ppm.

4. Заключение

Описана схема установки для легирования из газовой фазы и методика легирования серой и фосфором путем диффузионных и гомогенизирующих отжигов на примере чистого никеля с RRR на уровне 600. Показана возможность равномерного легирования серой и фосфором образцов и материала в виде пластин или фольг толщиной на уровне 0,2 мм или тоньше, в диапазоне концентраций – (0,001–0,08) ат. %.

Благодарность

Работа выполнена в рамках государственного задания МИНОБРНАУКИ России (тема «Функция» № 0388-2019-0004) при частичной поддержке РФФИ (проект № 18-02-00270).

Литература

1. Везер Ван Джон Р. Фосфор и его соединения : в 2 т. Т. 1 / пер. с англ. под ред. А. И. Шерешевского. – Москва : Изд-во иностранной литературы, 1962.
2. Диффузия, растворимость и остаточное электросопротивление серы в никеле / В. Л. Арбузов, А. Б. Владимиров, С. Е. Данилов, С. М. Клоцман, И. Ш. Трахтенберг // ФММ. – 1980. – Т. 49, № 2. – С. 356–362.
3. Бокштейн Б. С. Диффузия в металлах. – М. : Metallurgia, 1978. – 248 с.
4. Каблов Д. Е., Сидоров В. В., Пучков Ю. А. Особенности диффузионного поведения примесей и рафинирующих добавок в никель и монокристаллы жаропрочных спла-

вов // Авиационные материалы и технологии. – 2016. – № 1 (40). – DOI: 10.18577/2071-9140-2016-1-1-24-31.

5. Титов К. В. Численные методы решения задач диффузии : метод. указания к компьютерному практикуму по курсу «Уравнения математической физики». – М. : Изд-во МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2009. – 48 с.

6. Тихонов А. Н., Самарский А. А. Уравнения математической физики. – М. : Изд. МГУ, 2004.

Received: 18.10.2020
Revised: 16.12.2020
Accepted: 18.12.2020
DOI: 10.17804/2410-9908.2020.6.054-061

IMPLANTS AND BONE TECHNOLOGY WITH THE USE OF DOPED CALCIUM CARBONATE PHOSPHATES

L. F. Koroleva^{1, a)*}, L. P. Larionov^{2, b)} and M. N. Dobrinskaya^{2, c)}

¹*Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 34 Komsomolskaya St., Ekaterinburg, 620049, Russian Federation*

²*Department of Pharmacology and Clinical Pharmacology, Ural State Medical University, Russian Federation*

- a)  <https://orcid.org/0000-0001-6650-7494>  lq@imach.uran.ru ;
 b)  leonid-larionov@mail.ru;
 c)  <https://orcid.org/0000-0001-9208-9417>  maria-nd@mail.ru

*Corresponding author. E-mail:

Address for correspondence: 34 Komsomolskaya St., Ekaterinburg, 620049, Russian Federation
 Tel.: +7 (343) 375 35 76; fax: +7 (343) 374 53 30

The possibility of obtaining an alloplastic biomaterial for the implant based on doped calcium carbonate-phosphates and polycaprolactone is studied. Nanocrystalline calcium carbonate-phosphate doped with cations of iron, magnesium, potassium, zinc, manganese, and silicon intended for bone repair by drug delivery is investigated. Histological studies have revealed that samples after 60 days in a living organism are covered by a connective tissue capsule. The formation of blood vessels and nerve endings is observed in the capsule.

Keywords: biocompatible materials, dopes, calcium carbonate-phosphate, implant, osteogenesis, bone and dental tissues.

1. Introduction

The creation of new polymer composites for replacing damaged or missing fragments of the skeleton, as well as the regeneration of bone tissue in orthopedics and cranio-maxillofacial surgery, is now one of the most intensively developing trends in biomedical materials science. The problem of replacing bone tissue defects in implantology and orthopedics has acquired a new dimension with the appearance of synthetic highly resorbable biomaterials.

According to Dr. Larry Hench, the inventor of bioglass [1], the development of bone substitutes is a revolutionary step in the development of humanity. This area of material science is referred to as bioceramics; it covers materials for implants in traumatology and orthopedics, sealing materials in dental medicine, implants in maxillofacial surgery, and medical cosmetics. Bone tissue engineering offers an alternative approach for the treatment and rehabilitation of bone defects by stimulating bone formation from surrounding tissues. Cells and growth factors are important elements in tissue engineering, which depend on the function of the localization of the tissue defect.

However, the tasks of modern medicine and biotechnology are not only creating materials and replacing bone tissue and organs, but also the synthesis of biologically active substances contributing to complete tissue regeneration and maintenance of the necessary functions of an organism.

Implants are introduced into clinical practice of ceramics, polymers, metals, carbon, and composite materials [2–11]. The physical-chemical and biological properties of an artificial bone-replacement material should be close to those of normal bone tissue, they should be osteocompati-

ble and optimizing the flow of reparative processes. The experimental study of the synthesis of inorganic calcium phosphates, i.e. osteoconductivity of ceramics for bone recovery capable of creating the starting condition for bone growth, is one of the most current trends. Statistically, the deficiency of bone tissue for implantation aimed at rehabilitation activities takes place in almost 40 % of cases.

It is very important to ensure the physiological process, load balancing, the durability and aesthetic look of the structure. For this purpose, living tissue around the implant must be restored, the system size must be determined correctly, and the implant must be positioned with due regard for anatomical features. Today, bone is used for transplantation; this technique provides easy implantation, and it is almost all natural. This process is called autotransplantation. Besides, alloplastic bone materials are divided into groups depending on the origin. For autogenous materials, the source of the material is the patient; allogeneic materials are obtained from the tissues of another person; xenogeneic donor materials are obtained from animals. A alloplastic materials are made synthetically.

Osteoconductive materials promote bone regeneration by direct stimulation of the transformation of undifferentiated mesenchyme cells into osteoblasts, i.e. osteoconductive materials directly affect bone growth. Osteoconductive materials are used as a matrix, or a skeleton, which is bone neoplasm, and they serve for further differentiation. The osteodifferentiated material is inert and generally non-resorptive, and it is used for filling cavities.

Biocompatible bone material, which can be considered sufficiently inert and fairly osteoinductive and active relative to the bioactivity and osteoconductivity for alloplastic materials with complete resorption, possesses osteoconductive properties. Materials of choice are those with biodegradation time, i.e. the time of new bone formation, of 6 to 12 months. Their use does not form an osteoid; therefore, it is applicable in implantology.

Bioactive materials with partial biodegradation are osteoconductive and osteoneutral. Materials with partial dissipation belong to the osteoinductal classification as completely insoluble. The main characteristic of the alloplastic bone materials is solubility: they are divided into soluble and insoluble ones. They include specific chemical compounds, namely hydroxyapatite, calcium carbonate, polymers, bioactive glass, calcium sulfate, and alpha- and beta-tricalcium phosphates.

The problem of filling bone tissue defects in implantology and orthopedics acquires a new vision with the appearance of synthetic soluble biomaterials. These materials include calcium carbonate phosphates. For example, in order to obtain a soluble implant, one can use a polycaprolactone material applied in surgery for sutures as an easily absorbable one. When mixed with calcium carbonate phosphate, it can be a good alloplastic biocompatible material.

Traditionally, in cases of bone damage, doctors use metal implants for bone replacement. This method has several disadvantages; namely, sometimes the metal corrodes or it is rejected from the patient's body. Besides, natural bone implants need to be extracted from the body; this is an additional risk of complications after surgery. Thus, Pranav Soman, a bioengineer, and his colleagues from Syracuse University offered a technology for creating biodegradable implants based on polycaprolactone. This material has a low melting temperature (about 60 °C), and it is widely used in 3D prototyping. Polycaprolactone is used in medicine as a suture material, as a component of capsules for medicine packaging, and as a composition for root canal sealing.

The advantage of the hardening of bone and tooth tissues in a person of any age with the transportation of substances through the skin and the restoration of the bone fracture in a critically short time over other biomaterials is described in [12]. A transdermal biomaterial based on doped nanocrystalline Fe^{2+} , Mg^{2+} , Zn^{2+} , K^{+} , Si^{4+} , and Mn^{2+} calcium carbonate phosphates can be considered new-generation medicinal substances.

3D printing technology developed by Soman and his colleagues allows one to create solid porous polymer skeletons. Next, the structure of bone cells placed into the GelMA hydrogel is filled. These cells are capable of reproducing hydroxyapatite of primary mineral content in human

bones. The implant is subjected to ultraviolet radiation thereafter. According to Soman, polycaprolactone dissolves within a year, leaving bone tissue of the necessary form. The polymer construction creates a framework for growing bones and gradually dissolves without requiring surgery for prosthesis removal.

The method is now being tested on mice. Scientists suppose that, in the future, bones can be grown this way, with the use of the patient's own stem cells. This will reduce the risk of tissue rejection. 3D printing of human body tissues is indispensable in the situations when donor tissue is unavailable.

In December 2016 Roscosmos announced a plan to deliver such a printer to the International Space Station (ISS). On December 3, 2018 Oleg Kononenko, a Russian spaceman arrived at the ISS by the Soyuz MS-11 spacecraft and started an experiment on 3D bioprinting of living tissue. The first results of the experiment have been obtained by now; namely, an organ construct of a mouse thyroid gland has been created in zero gravity.

The paper deals with the effect of nanocrystalline calcium carbonate phosphate doped with cations of iron, magnesium, potassium, zinc, manganese, and silicon, which is intended for bone repair by drug delivery; the possibility of obtaining an alloplastic biomaterial for an implant based on doped calcium carbonate phosphates is studied.

2. Materials and Methods

Calcium carbonate phosphate samples doped with microelements were prepared with the use of three CaCO_3 polymorphs: calcite (rhombohedral structure), vaterite (hexagonal structure), and aragonite (orthorhombic structure). The latter two phases are known to be metastable [13].

Calcium carbonate phosphates were precipitated by orthophosphoric acid added to a calcium carbonate suspension in a solution of ammonium bicarbonate and ammonium chloride (2 M) at 45 to 55 °C. The pH of the solution was 5.2 to 6.5, depending on the Ca/P molar ratio (1.55–1.67). Doping cations were added during calcium carbonate precipitation: Fe^{2+} and Mg^{2+} , 0.01–0.06; Zn^{2+} , 0.00015–0.002; K^+ , 0.05–0.3; SiO_2 , 0.0002–0.006; and Mn^{2+} mol %.

The thus-obtained samples were characterized by X-ray diffraction (XRD) ($\text{CuK}\alpha$ radiation; a Stadi-P diffractometer for diffraction peak identification using the JCPDS–ICDD PDF2 database), IR spectroscopy (a Shimadzu JR-475 spectrophotometer, the KBr disk method). The elemental composition was determined by the X-ray fluorescence analysis (an EDX-900HS energy dispersive spectrometer) [14–20].

Polycaprolactone $[-(\text{CH}_2)_5\text{-COOH}]_n$ was used for implant production. The following mixture of polycaprolactone with doped calcium carbonate phosphate was obtained for the study: 5 %, 10 %, and 15 %. The polycaprolactone had been heated in water to the softening temperature (70 to 80 °C).

3. Results and Discussion

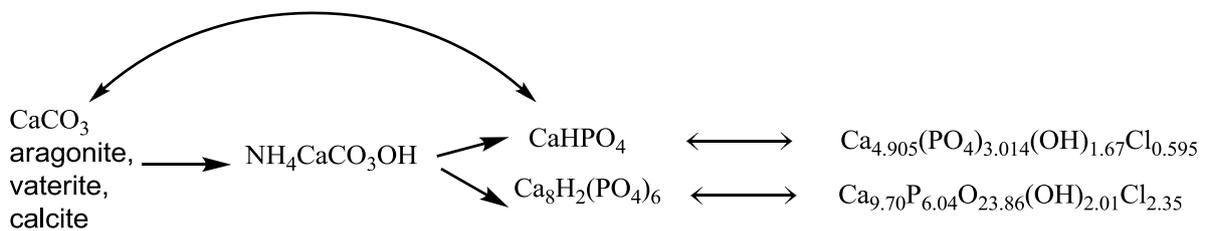
The reactions of the synthesis of doped calcium carbonate phosphates described in [13–16] include several initial compounds, such as calcium carbonate of three polymorphic crystal forms (calcite, aragonite, and vaterite), orthophosphoric acid, ammonium chloride, ammonium hydroxide, and living organism microelements (K^+ , Mg^{2+} , Fe^{2+} , Zn^{2+} , Mn^{2+} , Li^+ , and SiO_2). The formation of complex $\text{M}_{g-x}\text{M}_x(\text{OH})_2[(\text{CO}_3)_{x-2}\cdot\text{H}_2\text{O}]$ compounds is typical for transition elements. However, provided that the concentration of cations (NH_4^+ in our case) exceeds the concentration of the divalent cation by an order of magnitude and that the crystal lattice of the synthesized dyad compounds is defected, one can assume the appearance of such intermediate complexes. For example, in an ammonium hydroxide environment, three polymorphic forms of CaCO_3 can make ammonium metastable hydroxycarbonate complexes according to the following scheme:



The formation of three types of crystal structures of calcium carbonate (in the environment of ammonium hydroxide and ammonium chloride) is typical for the reaction (1): calcite, vaterite, and aragonite; it has been proved by the XRD data. Under the action of orthophosphoric acid in the presence of silicon dioxide and magnesium cations, carbonate in the phosphate group is replaced by the formation of $\text{CaPO}_3(\text{OH})$ or CaHPO_4 (brushite) according to the reaction



The next stage in the presence of such doping microelements as K^+ , Mg^{2+} , Fe^{2+} , Zn^{2+} , Mn^{2+} , and SiO_2 is the formation of hydroxy-chlorapatites according to the following scheme:



The behavior of the concentration of calcite, vaterite, and aragonite, as well as brushite and hydroxy-chlorapatites, in reaction products during the synthesis of calcium carbonate phosphate for reaction with K^+ , Mg^{2+} , Fe^{2+} , Zn^{2+} , Mn^{2+} , and SiO_2 is shown in Fig. 1.

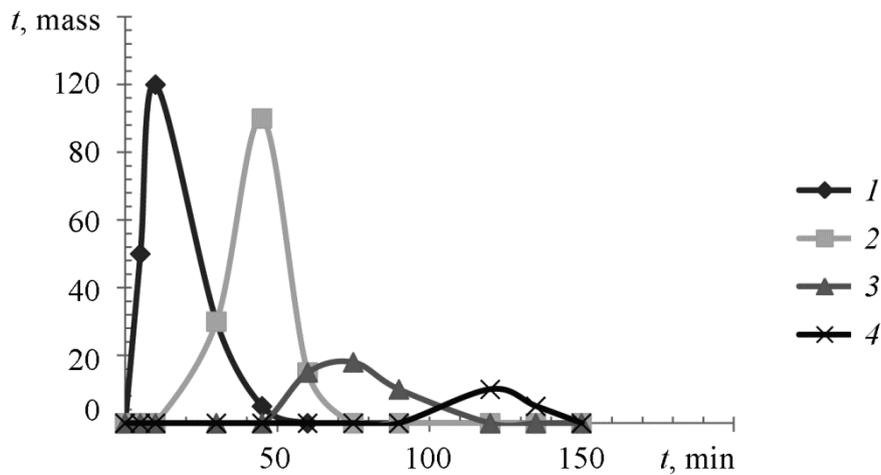


Fig. 1. The behavior of the concentration of calcite, vaterite, and aragonite (1), brushite (2), hydroxy-chlorapatites (3), and calcite (4) in reaction products during the synthesis of doped calcium carbonate phosphate for reaction with K^+ , Mg^{2+} , Fe^{2+} , Zn^{2+} , Mn^{2+} , SiO_2

The animals (5 Wistar male rats) were assigned to the following five test groups: group I received a mixture of polycaprolactone with 0 mass % of doped calcium carbonate phosphate for the research; group II received a mixture of polycaprolactone with 5 mass % of doped calcium carbonate phosphate; group III received a mixture of polycaprolactone with 5 mass % of doped calcium carbonate phosphate. The samples under the skin and muscular tissue of the laboratory rats showed the biological compatibility of the substances. The electron microscope images of the subcutaneous samples are shown in Fig. 2. Sixty days after the subcutaneous and intramuscular implan-

tation of the samples, no signs of inflammation were detected. A thin and elastic capsule appeared around the implanted samples (Fig. 3).

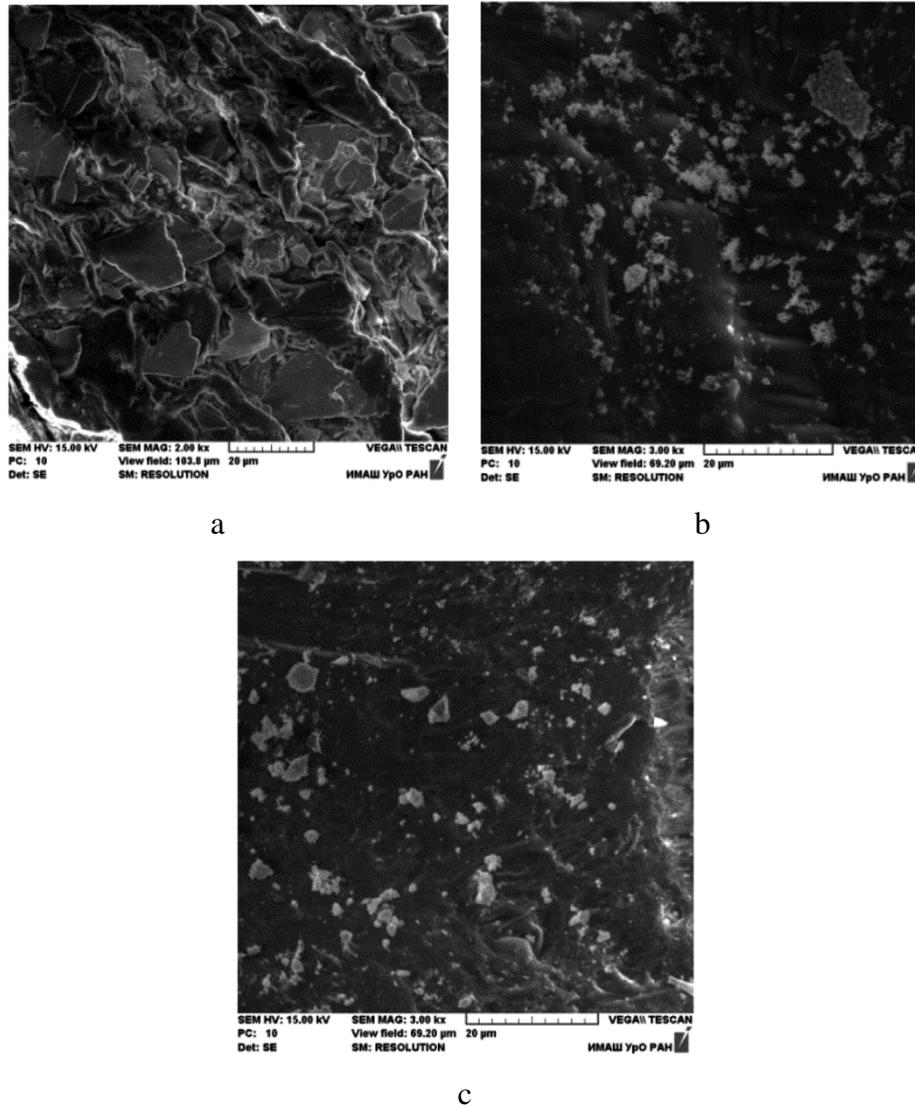


Fig. 2. Scans of electron micrographs of the samples of polycaprolactone mixed with doped calcium carbonate phosphate: 0 % (a); 5 % (b); 10 % (c)

According to histological studies, samples obtained by mixing polycaprolactone and doped calcium carbonate phosphates in the amount of 5 to 10 % are the same on a resorptive biomaterial. In this regard, the biomaterial can be recommended to be used as alloplastic implants. The formation of samples transported by the film, i.e. tubule capsules, occurs without any consequences in the form of soft tissue inflammation. The formation of blood vessels and nerve endings is observed (Fig. 4) in this capsule.

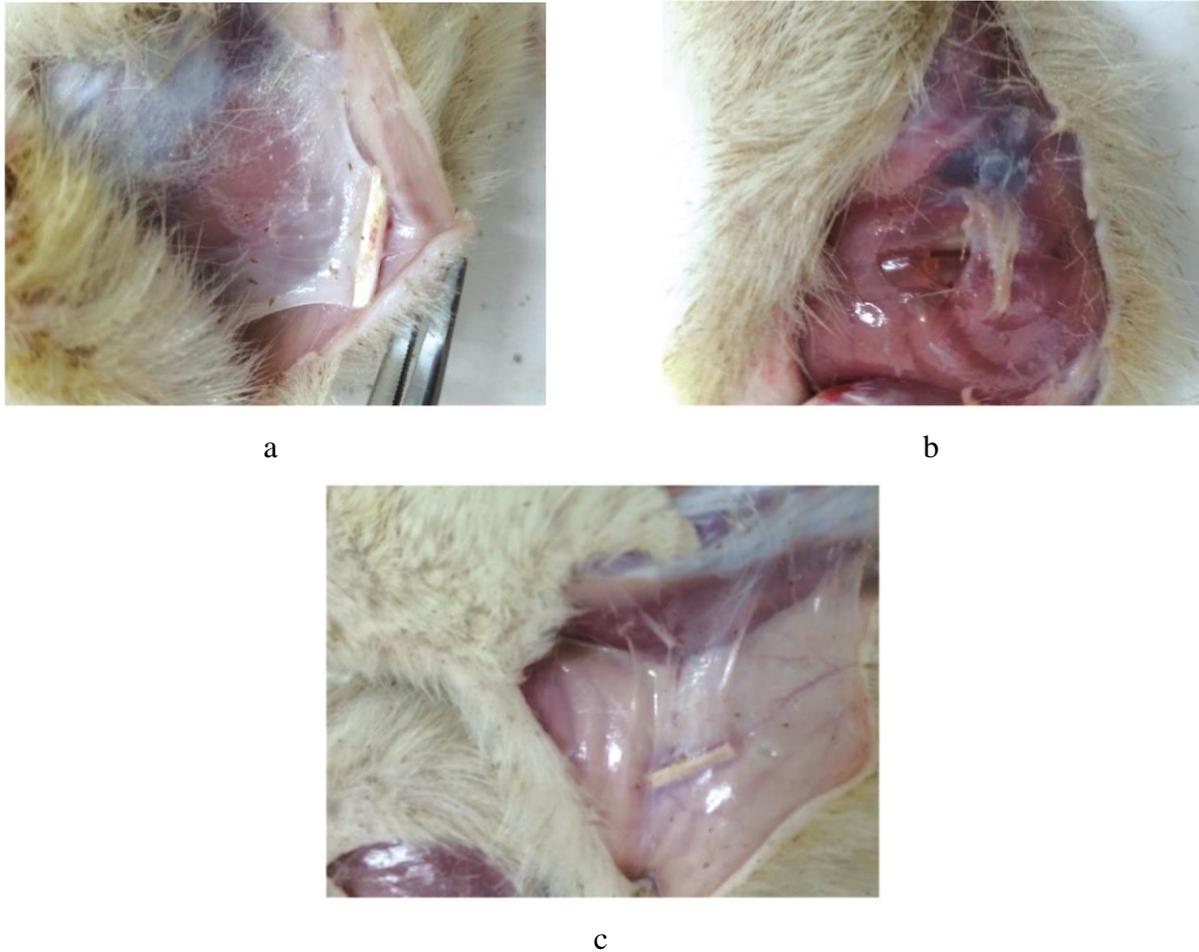


Fig. 3. Subcutaneous introduction: a – sample 1 (0 % of doped calcium carbonate phosphate); b – sample 2 (5 % of doped calcium carbonate phosphate); c – sample 3 (10 % of doped calcium carbonate phosphate)

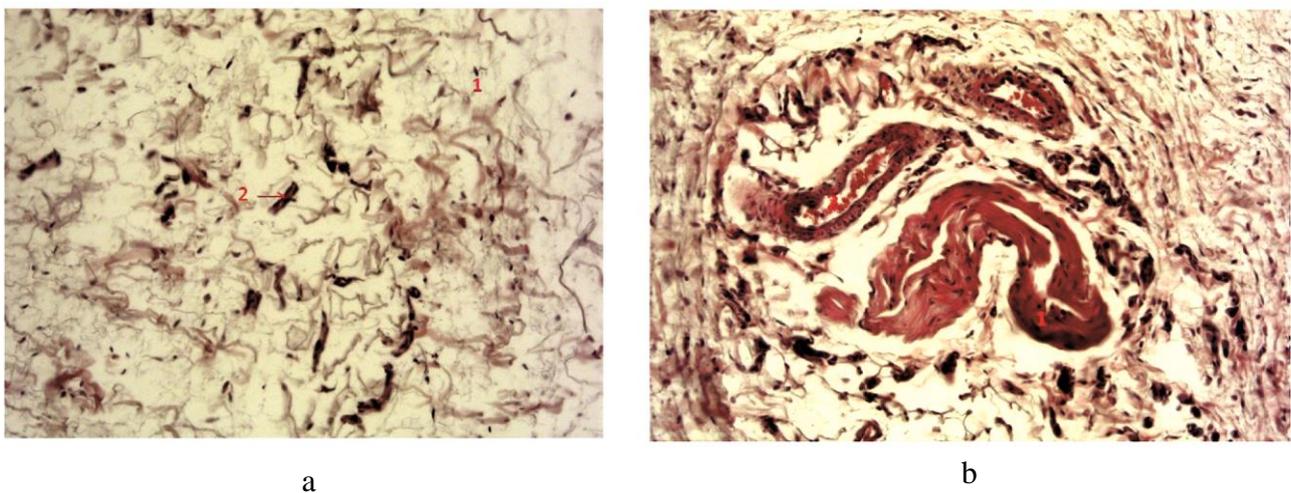


Fig. 4. Connective tissue formed around the sample of doped nanocrystalline calcium carbonate phosphates: a – loose connective tissue with functionally active fibroblasts (1), sinusoidal capillaries (2); b – focus of dense fibrous tissue (1), vessel (2)

References

1. Hench L.L. Bioceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, 1998, vol. 81 (7), pp. 1705–1728. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1998.tb02540.x.
2. Hench L.L. Chronology of bioactive glass development and clinical applications. *New Journal of Glass and Ceramics*, 2013, vol. 3, pp. 67–73. DOI: 10.4236/njgc.2013.32011.
3. Suchanek W., Yashimura M. Processing and properties of hydroxyapatite-based biomaterials for use as hard tissue replacement implants. *Journal of Materials Research*, 1998, vol. 13, iss. 1, pp. 94–117. DOI: <https://doi.org/10.1557/JMR.1998.0015>.
4. Azizeh-Mitra Yousefi, Hassane Oudadesse, Rosa Akbarzadeh, Eric Wers and Anita Lucas-Girot. Physical and biological characteristics of nanohydroxyapatite and bioactive glasses used for bone tissue engineering. *Nanotechnol. Rev.*, 2014, vol. 3 (6), pp. 527–552. DOI: 10.1515/ntrev-2014-0013.
5. Wang H., Zuo Y., Zou Q., Cheng L., Huang D., Wang L., Li Yu. Nano-hydroxyapatite/polyamide66 composite tissue-engineering scaffolds with anisotropy in morphology and mechanical behaviors. *J. Polym. Sci. Part A: Polym. Chem.*, 2009, vol. 47, iss. 3, pp. 658–669. DOI: 10.1002/pola.23171.
6. Okamoto M., John B. Synthetic biopolymer nanocomposites for tissue engineering scaffolds. *Progress in Polymer Science*, 2013, vol. 38, pp. 1487–1503. DOI: 10.1016/j.progpolymsci.2013.06.001.
7. Shamray V.F., Sirotinkin V.P., Smirnov I.V., Kalita V.I., Fedotov A.Yu., Barinov S.M., Komlev V.S. Structure of the hydroxyapatite plasma-sprayed coatings deposited on preheated titanium substrates. *Ceramics International*, 2017, 43, pp. 9105–9109. DOI: 10.1016/j.ceramint.
8. Shapiro Jenna M., and Oyen Michelle L. Hydrogel Composite Materials for Tissue Engineering Scaffolds. *JOM: the Journal of the Minerals, Metals & Materials Society*, 2013, vol. 65 (4), pp. 505–517. DOI: 10.1007/s11837-013-0575-6.
9. Kalita V.I., Mamaev A.I., Mamaeva V.A., Malanin D.A., Komlev D.I., Gnedovets A.G., Novochadov V.V., Komlev V.S., and Radyuk A.A. Structure and shear strength of implants with plasma coatings. *Inorganic Materials: Applied Research*, 2016, vol. 7, no. 3, pp. 376–387. DOI: 10.1134/S2075113316030102.
10. Poinern G errard Eddy Jai, Brundavanam Sridevi, Fawcett Derek. Biomedical Magnesium Alloys: A Review of Material Properties, Surface Modifications and Potential as a Biodegradable Orthopaedic Implant. *American Journal of Biomedical Engineering*, 2012, 2 (6), pp. 218–240. DOI: 10.5923/j.ajbe.20120206.02.
11. Sadeghzade Sorour, Emadi Rahmatollah, Tavangarian Fariborz, Naderi Mozhgan. Fabrication and evaluation of silica-based ceramic scaffolds for hard tissue engineering applications. *Materials Science and Engineering C*, 2017, 71, pp. 431–438. DOI: 10.1016/j.msec.2016.10.042.
12. Koroleva L.F. Nanocrystalline Doped Calcium Carbonate-Phosphates as a Biomaterial for Osteogenesis. *Research Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences*, 2014, 5 (6), pp. 704–710.
13. Savelyeva Maria S., Abalymov Anatoly A., Lyubun German P., Vidyasheva Irina V., Yashchenok Alexey M., Douglas Timothy E. L., Gorin Dmitry A., Parakhonskiy Bogdan V. Vaterite coatings on electrospun polymeric fibers for biomedical applications. *Journal of Biomedical Materials Research: Part. A.*, 2017, vol. 105, iss. 1, pp. 94–103. DOI: 10.1002/jbm.a.35870 .
14. Koroleva L. F. Doped Nanocrystalline Calcium Carbonate Phosphates. *Inorganic Materials*, 2010, vol. 46, no. 4, pp. 405–411. DOI: 10.1134/S0020168510040151.
15. Koroleva L.F. An Oscillating Mechanism in the Synthesis of Doped Nanocrystalline Calcium Carbonate Phosphates. *Nanotechnologies in Russia*, 2010, vol. 5, nos. 9–10, pp. 635–640. DOI: 10.1134/S1995078010090077.
16. Koroleva L.F., Larionov L.P., Gorbunova N.P. Doped Calcium Carbonate-Phosphate- Based Biomaterial for Active Osteogenesis. In: *Osteogenesis*, Yunfeng Lin (ed.), ch. 5, InTech, 2012, pp. 117–134.

ISBN 978-953-51-0030-0. Available from: <http://www.intechopen.com/books/osteogenesis/doped-calcium-carbonate-phosphatebased-biomaterial-for-active-osteogenesis>

17. Koroleva L.F., Larionov L.P., Gorbunova N.P. Biomaterial based on doped calcium carbonate-phosphate for Active Osteogenesis. *Journal of Biomaterials and Nanobiotechnology*, 2012, no. 3, pp. 226–237. – DOI:10.4236/jbntb.2012.32028.

18. Koroleva L.F., Cherednichenko N.V., Dobrinskaya M.N. Doped Nanocrystalline Calcium Carbonate- Phosphate-Biomaterial with Transdermal Activity for Osteogenesis, ch. 9, pp. 231–247. In: Naveen Navani Kumar and Sinha Shishir, *Nanotechnology*, vol. 11: Biomaterials, STUDIUM PRESS LLC. USA-India, 2013, 484 p. ISBN: 1-626990-11-5.

19. Koroleva L.F. Dobrinskaya M.N. Kamantsev I.S. Doped calcium carbonate-phosphate used for bone tissue technology. *Integrative Clinical Medicine*, 2017, vol. 1 (2), pp. 1–7. DOI: 10.15761/ICM.1000108. ISSN: 2515-0219.

20. Koroleva L.F. Oscillating reactions in the synthesis of doped nanocrystalline calcium carbonate phosphates of transdermal ability. *Biointerface Research in Applied Chemistry*, 2014, vol. 4, iss. 6, pp. 1–4. ISSN 2069-5837.

21. Koroleva L.F., Dobrinskaya M.N., Kamantsev I.S. Doped nanocrystalline calcium carbonate-phosphate – a biomaterial for bone repair and strengthening by drug delivery. *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structure*, 2015, iss. 5, pp. 147–152. DOI: 10.17804/2410-9908.2015.5.147-157. Available at: http://dream-journal.org/issues/2015-5/2015-5_40.html