

ISSN 1811-1416

**ФУНДАМЕНТАЛЬНЫЕ  
ПРОБЛЕМЫ  
СОВРЕМЕННОГО  
МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ**

**Научный журнал**  
Издается с января 2004 г.

**Том 20**

**Сентябрь 2023 г.**

**№ 3**

# Фундаментальные проблемы современного материаловедения

## том 20 №3 2023 г.

Международный специализированный научный журнал  
Выходит ежеквартально  
Издается с января 2004 года

---

### Учредитель:

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Алтайский государственный технический университет им. И.И. Ползунова»

### Соучредители:

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Алтайский государственный педагогический университет»

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Сибирский государственный индустриальный университет»

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Томский государственный архитектурно-строительный университет»

---

### Издатель:

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Алтайский государственный технический университет им. И.И. Ползунова»

**Адрес издателя:** 656038, Алтайский край, г. Барнаул, пр-т Ленина, д. 46

**Главный редактор:** д.ф.-м.н., профессор Старостенков М.Д.

Тел.: +7 (385) 229-08-52 Факс: +7 (385) 236-78-64

E-mail: genphys@mail.ru

**Зам. главного редактора (ответственный за выпуск):** д.т.н., профессор Гурьев А.М.

Тел.: +7 (385) 229-08-63 Факс: +7 (385) 236-78-64

E-mail: gurievam@mail.ru

**Зам. главного редактора (ответственный за online выпуск):** к.ф.-м.н., доцент Черных Е.В.

Тел.: +7 (385) 229-08-52 Факс: +7 (385) 236-78-64


E-mail: jane\_5@mail.ru

**Технический редактор:** к.ф.-м.н., доцент Черных Е.В.

Тел.: +7 (385) 229-08-52 Факс: +7 (385) 236-78-64

E-mail: jane\_5@mail.ru

Журнал включен в Перечень ВАК ведущих российских рецензируемых научных журналов и изданий, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертаций на соискание ученых степеней доктора и кандидата наук (редакция от 01.02.2022 г.).

Журнал включен в каталог периодических изданий Ульрих  от 18.02.2015 г., в перечень журналов, вошедших в ядро РИНЦ и в список 650 российских журналов, вошедших в Russian Science Citation Index (RSCI), представленный на платформе Web of Science.

Журнал зарегистрирован в Федеральной службе по надзору в сфере связи, информационных технологий и массовых коммуникаций.

**Регистрационный номер:** ПИ № ФС77-75026 от 01.02.2019 г.

### Информация о подписке:

«Фундаментальные проблемы современного материаловедения» выходит раз в квартал. Индекс в каталоге ООО «Урал-Пресс» – 31038.

Цена годовой подписки через редакцию: 1200 руб. (300 руб. за номер).

**Адрес редакции:** 656038, Алтайский край, г. Барнаул, пр-т Ленина, д. 46

**Тел./факс** (3852) 29-08-52

**E-mail:** genphys@mail.ru

**Адрес в Internet:** <https://ojs.altstu.ru/index.php/fpsm>

**Редакционная коллегия:**

**Старостенков М.Д.** (д.ф.-м.н., профессор, главный научный сотрудник АлтГТУ, г. Барнаул, Россия)

**Громов В.Е.** (д.ф.-м.н., профессор, зав. кафедрой физики СибГИУ, г. Новокузнецк, Россия)

**Гурьев А.М.** (д.т.н., профессор, зав. кафедрой начертательной геометрии и графики АлтГТУ, г. Барнаул, Россия)

**Иванов С.Г.** (д.т.н., ведущий научный сотрудник АлтГТУ, г. Барнаул, Россия)

**Кашенко М.П.** (д.ф.-м.н., профессор, зав. кафедрой общей физики УГЛТУ, г. Екатеринбург, Россия)

**Кхаре А.** (профессор, Индийский институт науки образования и исследований, г. Пуна, Индия)

**Мулюков Р.Р.** (член корр. РАН, д.ф.-м.н., профессор, директор ИПСМ РАН, г. Уфа, Россия)

**Мэй Шунчи** (профессор, декан УТУ, г. Ухань, Китай)

**Коновалов С.В.** (д.т.н., профессор, проректор по научной и инновационной деятельности СибГИУ, г. Новокузнецк, Россия)

**Плотников В.А.** (д.ф.-м.н., профессор, зав. кафедрой общей и экспериментальной физики АлтГУ, г. Барнаул, Россия)

**Потекаев А.И.** (д.ф.-м.н., профессор, директор СФТИ, главный редактор журнала «Известия вузов. Физика», г. Томск, Россия)

**Пышноград Г.В.** (д.ф.-м.н., профессор АлтГТУ, г. Барнаул, Россия)

**Рубаник В.В.** (д.т.н., член-корреспондент Национальной академии наук Беларуси, директор ГНУ "ИТА НАН Беларуси", г. Витебск, Беларусь)

**Старенченко В.А.** (д.ф.-м.н., профессор, декан общеобразовательного факультета ТГАСУ, г. Томск, Россия)

**Лыгденов Б.Д.** (д.т.н., профессор ВСГУТУ, г. Улан-Удэ, Россия)

**Дмитриев С.В.** (д.ф.-м.н., доцент, зав. лабораторией ИПСМ РАН, г. Уфа, Россия)

**Атучин В.В.** (к.ф.-м.н., доцент, руководитель лаборатории «Оптические материалы и структуры» ИФП СО РАН, г. Новосибирск, Россия)

# Fundamental'nye problemy sovremennogo materialovedenia (Basic Problems of Material Science (BPMS) Vol. 20 No.3 (2023))

International specialized scientific journal  
Issued quarterly  
Published since January 2004

---

## Founders:

Federal State Budget Educational Institution of Higher Education «Polzunov Altai State Technical University»  
Federal State Budget Educational Institution of Higher Education «Altai State Pedagogical University»  
Federal State Budget Educational Institution of Higher Education «Siberian State Industrial University»  
Federal State Budget Educational Institution of Higher Education «Tomsk State University of Architecture and Building»

---

## Publisher:

Federal State Budget Educational Institution of Higher Education «Polzunov Altai State Technical University»  
Lenin Pr., 46, Barnaul, 656038, Russia

## Editor in chief

### PhD, Hab., Professor Starostenkov M.D.

Tel.: +7 (385) 229-08-52 Fax: +7 (385) 236-78-64  
E-mail: genphys@mail.ru

## Sub-Editors

### PhD, Hab., Professor Guriev A.M.

Тел.: +7 (385) 229-08-63 Fax: +7 (385) 236-78-64  
E-mail: gurievam@mail.ru

### PhD, Assistant Professor Chernykh E.V.

Тел.: +7 (385) 229-08-52 Fax: +7 (385) 236-78-64  
E-mail: jane\_5@mail.ru

## Editorial board:

**Starostenkov M.D.**, PhD, Hab., Professor, Chief Researcher, I.I. Polzunov Altai State Technical University, Barnaul, Russia  
**Gromov V.E.**, PhD, Hab., Professor, Head of Department, Siberian State Industrial University, Novokuznetsk, Russia  
**Guriev A.M.**, PhD, Hab., Professor, Head of Department, I.I. Polzunov Altai State Technical University, Barnaul, Russia  
**Ivanov S.G.**, PhD, Hab., Chief Researcher, I.I. Polzunov Altai State Technical University, Barnaul, Russia  
**Kaschenko M.P.**, PhD, Hab., Professor, Head of Department, Ural State Forest Engineering University, Yekaterinburg, Russia  
**Khare A.**, PhD, Hab., Professor, Indian Institute of Science Education and Research, Pune, India  
**Mulyukov R.R.**, member corr. of RAS, PhD, Hab., Professor, director, Institute for Metals Superplasticity Problems of RAS, Ufa, Russia  
**Mei Shunqi**, Professor, Dean, Wuhan Textile University, Wuhan, China  
**Konovalov S.V.**, PhD, Hab., Professor, Vice-Rector for Research and Innovation Activities, Siberian State Industrial University, Novokuznetsk, Russia  
**Plotnikov V.A.**, PhD, Hab., Professor, Head of Department, Altai State University, Barnaul, Russia  
**Potekaev A.I.**, PhD, Hab., Professor, Director, V.D. Kuznetsov's Siberian Physical-Technical Institute, Tomsk, Russia  
**Pyshnograi G.V.**, PhD, Hab., Professor, I.I. Polzunov Altai State Technical University, Barnaul, Russia  
**Rubanik V.V.**, PhD, Hab., Corresponding Member of the National Academy of Sciences of Belarus, director of the State Scientific Institution «Institute of Technical Acoustics National Academy of Sciences of Belarus», Vitebsk, Republic of Belarus  
**Starenchenko V.A.**, PhD, Hab., Professor, Dean, Tomsk State University of Architecture and Building, Tomsk, Russia  
**Lygdenov B.D.**, PhD, Hab., Professor, East Siberia State University of Technology and Management, Ulan-Ude, Russia  
**Dmitriev S.V.**, PhD, Hab., Institute for Metals Superplasticity Problems of RAS, Ufa, Russia  
**Atuchin V.V.**, PhD, Hab., Institute of Semiconductor Physics SB of RAS, Novosibirsk, Russia

## Editorial

Polzunov Altai State Technical University, Lenin Pr., 46, Barnaul, 656038, Russia  
<https://ojs.altstu.ru/index.php/fpsm>, e-mail: genphys@mail.ru

### PhD Chernykh E.V.

Tel.: +7 (385) 229-08-52 Fax: +7 (385) 236-78-64  
E-mail: jane\_5@mail.ru

## СОДЕРЖАНИЕ

### РАЗДЕЛ 1. ФИЗИКА КОНДЕНСИРОВАННОГО СОСТОЯНИЯ

***В.И. Иордан, И.А. Шмаков***

Структурно-фазовые превращения в гетерофазных структурах алюминидов никеля и титана в процессе их синтеза: молекулярно-динамическое исследование фазообразования.....289

***Е.К. Наумов, Ю.В. Бебихов, С.В. Дмитриев***

Дискретные бризеры в квадратной решетке основанные на делокализованных модах.....299

***И.М. Имшинецкий, В.В. Кашена, К.В. Надараиа, Д.В. Маишталяр,  
А.Ю. Устинов, С.Л. Синябрюхов, С.В. Гнеденков***

Морфология и свойства Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-содержащих ПЭО-покрытий на сплаве магния МА8.....308

***С.А. Невский, В.Д. Сарычев, А.Ю. Грановский, Л.П. Бащенко, В.Е. Громов***

Формирование микро- и наноструктур при электровзрывном карбоборировании титановых сплавов по механизму гидродинамических неустойчивостей.....317

***С.Е. Игошина, Д.А. Мухаев, Е.И. Крупкин, А.А. Карманов***

Моделирование процесса распространения электромагнитных волн в радиопоглощающих Ni-Zn ферритах.....329

***В.Ю. Филимонов, М.В. Логинова, А.В. Собачкин, А.А. Ситников, В.И. Яковлев,  
А.Ю. Мясников, А.А. Розный***

Эволюция структуры порошковой смеси состава Ti+Al в процессе механической активации.....338

***Н.Н. Медведев, М.Д. Старостенков, П.В. Захаров, Ю.В. Бебихов***

Дискретный бризер в модельной 3D ОЦК-решётке Cr<sub>2</sub>Al со сверхструктурой C11<sub>b</sub>, основанный на делокализованных модах.....344

***А.А. Беспалько, Д.Д. Данн, Ц. Ло, П.И. Федотов***

Особенности акустико-электрических методов мониторинга разрушения твердых диэлектриков.....352

***А.Г. Никифоров, Б.Ф. Демьянов, Д.А. Никифоров, А.Е. Левичев,  
С.Л. Микерин, А.Э. Симанчук***

Фазовый состав и структура поверхности фотокатода на основе интерметаллида CeIr<sub>5</sub>.....365

---

**РАЗДЕЛ 2. МЕТАЛЛОВЕДЕНИЕ И ТЕРМИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА  
МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ*****А.А. Бурков***

Одностадийное осаждение Ti–Cu покрытия электроискровой обработкой титанового сплава Ti6Al4V анодом из медных и титановых гранул.....372

***Э.В. Галиева, Е.Ю. Классман, В.А. Валитов, Р.Р. Габбасов, Е.М. Степухов***

Интенсивная пластическая деформация кручением никелевых сплавов ЭК61, ЭП975 и ЭК79.....381

***Я.А. Ерисов, В.В. Африкантов, Ю.С. Горшков, В.А. Разживин***

Влияние положения заготовки на паллете при лазерном раскрое на формирование зоны термического влияния.....390

***А.К. Кутуков, А.А. Сергеечев, М.А. Миллер, В.В. Гапонова***

Изменение шероховатости и микротвердости стали ШХ15 при обработке импульсными плазменными потоками.....398

***Н.В. Землякова, С.О. Розачев***

Влияние мезодефектов на структуру субзерен чистой меди после волочения и РКУП.....406

***М.А. Гурьев, С.Г. Иванов, Е.В. Черных, В.В. Романенко, А.М. Гурьев***

Реинжиниринг технологии получения отливок из высокохромистого чугуна ЧХ28.....414

## CONTENTS

### SECTION 1. CONDENSED MATTER PHYSICS

*V.I. Jordan, I.A. Shmakov*

Structural-phase transformations in heterophase structures of nickel and titanium aluminides during their synthesis: molecular dynamics study of phase formation.....289

*E.K. Naumov, Yu.V. Bebikhov, S.V. Dmitriev*

Discrete breathers in a square lattice based on delocalized modes.....299

*I.M. Imshinetskiy, V.V. Kashepa, K.V. Nadaraia, D.V. Mashtalyar,  
A.Yu. Ustinov, S.L. Sinebryukhov, S.V. Gnedenkov*

Morphology and properties of Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-containing PEO-coatings on MA8 magnesium alloy.....308

*S.A. Nevskii, V.D. Sarychev, A.Yu. Granovsky, L.P. Bashchenko, V.E. Gromov*

Formation of micro- and nano- in electroexplosive carboborization of titanium alloys by the mechanism hydrodynamic instabilities.....317

*S.E. Igoshina, D.I. Muchaev, E.I. Krupkin, A.A. Karmanov*

Simulation of propagation of electromagnetic waves in radio-absorbing Ni-Zn ferrites.....329

*V.Yu. Filimonov, M.V. Loginova, A.V. Sobachkin, A.A. Sitnikov, V.I. Yakovlev,  
A.Yu. Myasnikov, A.A. Rozny*

Evolution of the structure of Ti+Al powder mixture during mechanical activation.....338

*N.N. Medvedev, M.D. Starostenkov, P.V. Zakharov, Yu.V. Bebikhov*

Discrete breathers in 3D model bcc lattice of Cr<sub>2</sub>Al with C11<sub>b</sub> superstructure based on delocalized modes.....344

*A.A. Bespal'ko, D.D. Dann, J. Luo, P.I. Fedotov*

Features of acoustic-electrical methods for monitoring the destruction of solid dielectrics.....352

*A.G. Nikiforov, B.F. Dem'yanov, D.A. Nikiforov, A.E. Levichev,  
S.L. Mikerin, A.E. Simanchuk*

Phase composition and surface structure of a photocathode based on CeIr<sub>5</sub> intermetallic compound.....365

---

**SECTION 2. METAL SCIENCE AND HEAT TREATMENT OF METALS AND ALLOYS*****A.A. Burkov***

One-stage deposition of Ti–Cu coatings by electric spark treatment of Ti6Al4V titanium alloy with an anode of copper and titanium granules.....372

***E.V. Galieva, E.Yu. Klassman, V.A. Valitov, R.R. Gabbasov, E.M. Stepukhov***

Intensive plastic by torsion of EK61, EP975, and EK79 nickel-based superalloys.....381

***Ya.A. Erisov, V.V. Afrikantov, Yu.S. Gorshkov, V.A. Razzhivin***

The effect of the position of the workpiece on the pallet during laser cutting on the formation of a zone of thermal influence.....390

***A.K. Kutukov, A.A. Sergeev, M.A. Miller, V.V. Gaponova***

Roughness and microhardness changes of steel ShKh15 after pulsed plasma flows treatment.....398

***N.V. Zemlyakova, S.O. Rogachev***

Influence of mesodeflects on the pure copper subgrain structure after drawing and ECAP.....406

***M.A. Guryev, S.G. Ivanov, E.V. Chernykh, V.V. Romanenko, A.M. Guryev***

Reengineering of technology for producing castings from high-chromium cast iron ChKh28.....414



## РАЗДЕЛ 1. ФИЗИКА КОНДЕНСИРОВАННОГО СОСТОЯНИЯ

Научная статья

1.3.8. Физика конденсированного состояния (физико-математические науки)

УДК 538.911; 536.46

doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.001

### СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ В ГЕТЕРОФАЗНЫХ СТРУКТУРАХ АЛЮМИНИДОВ НИКЕЛЯ И ТИТАНА В ПРОЦЕССЕ ИХ СИНТЕЗА: МОЛЕКУЛЯРНО-ДИНАМИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ФАЗООБРАЗОВАНИЯ

Владимир Иванович Иордан<sup>1†</sup>, Игорь Александрович Шмаков<sup>2</sup>

<sup>1,2</sup> Алтайский государственный университет, пр. Ленина, 61, 656049, Барнаул, Россия

<sup>1</sup> Институт теоретической и прикладной механики им. С.А. Христиановича СО РАН, ул. Институтская, 4/1, 630090, Новосибирск, Россия

<sup>1</sup> W\_Jordan@mail.ru<sup>†</sup>, <https://orcid.org/0000-0002-6309-7271>

<sup>2</sup> ihammers.sia@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0003-1658-0663>

**Аннотация.** С помощью программных пакетов LAMMPS и OVITO проведено молекулярно-динамическое моделирование процесса самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) алюминидов никеля и титана и исследование структурно-фазовых превращений с образованием гетерофазных структур в процессе их синтеза. Для описания межатомных взаимодействий в системах Ni–Al и Ti–Al использовались ЕАМ-потенциалы Пурджи, Зоупа и Мишина. Для систем Ni–Al и Ti–Al рассматривались два типа исходных структур: слоистые и матричные нанокристаллические композитные структуры с различной стехиометрией компонентов и определенными температурными условиями иницирования (зажигания) СВС. При исследовании кинетики СВ-синтеза интерметаллидов двух систем были установлены условия на стехиометрию и диапазоны температур горения, которые разграничивают между собой проявления следующих гетерогенных механизмов протекания реакции СВС и структурообразования интерметаллидов: реакционного растворения, реакционной диффузии, кристаллизации из расплава и «мозаичного» растворения с зарождением и ростом нанокристаллических зародышей. Для слоистой нанокомпозитной структуры Ni–Al со стехиометрией Al-79,75 ат. % Ni достаточно подробно проиллюстрирована кинетика структурно-фазовых превращений с указанием выявленных дефектов упаковки и дислокаций. Кроме того, приведены иллюстрации кинетики структурно-фазовых превращений для матричных нанокомпозитных структур двух систем.

**Ключевые слова:** молекулярная динамика, диффузия, межфазная граница, никель, титан, алюминий, гетерофазная структура, структурно-фазовые превращения.

**Для цитирования:** Иордан В.И., Шмаков И.А. Структурно-фазовые превращения в гетерофазных структурах алюминидов никеля и титана в процессе их синтеза: молекулярно-динамическое исследование фазообразования // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. 2023. Т. 20, № 3. С. 289–298. doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.001.

Original article

### STRUCTURAL-PHASE TRANSFORMATIONS IN HETEROPHASE STRUCTURES OF NICKEL AND TITANIUM ALUMINIDES DURING THEIR SYNTHESIS: MOLECULAR DYNAMICS STUDY OF PHASE FORMATION

Vladimir I. Jordan<sup>1†</sup>, Igor A. Shmakov<sup>2</sup>

<sup>1,2</sup> Altai State University, Lenin Pr., 61, Barnaul, 656049, Russia

<sup>1</sup> Khristianovich Institute of Theoretical and Applied Mechanics, SB RAS, Institutskaya Str., 4/1, Novosibirsk, 630090, Russia

<sup>1</sup> W\_Jordan@mail.ru<sup>†</sup>, <https://orcid.org/0000-0002-6309-7271>

<sup>2</sup> ihammers.sia@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0003-1658-0663>

**Abstract.** Using the software packages LAMMPS and OVITO, molecular dynamics simulation of the process of self-propagating high-temperature synthesis (SHS) of nickel and titanium aluminides and the study of structural-phase transformations with the formation of heterophase structures during their synthesis were carried out. To describe interatomic interactions in the Ni–Al and Ti–Al systems, the EAM potentials of P. Purja, R. Zope, and Y. Mishin were used. For the Ni–Al and Ti–Al systems, the following two types of initial structures were considered: layered and matrix nanocrystalline composite structures with different component stoichiometry and certain temperature conditions for SHS initiation (ignition). In the study of the kinetics of SH-synthesis of intermetallic compounds of two systems, the conditions for stoichiometry and combustion temperature ranges were established, which distinguish between the manifestations of the following heterogeneous mechanisms of the SHS reaction and structure formation of intermetallic compounds: reactive dissolution, reaction diffusion, crystallization from the melt, and "mosaic" dissolution with the nucleation and growth of nanocrystalline nuclei. For a layered Ni–Al nanocomposite structure with a stoichiometry of Al-79.75 at. % Ni, the kinetics of structural-phase transformations is illustrated in sufficient detail, indicating the identified stacking faults and dislocations. In addition, illustrations of the kinetics of structural-phase transformations are also given for matrix nanocomposite structures of two systems.

**Keywords:** molecular dynamics, diffusion, interfacial boundary, nickel, titanium, aluminum, heterophase structure, structural-phase transformations.

**For citation:** Jordan, V. I. & Shmakov, I. A. (2023). Structural-phase transformations in heterophase structures of nickel and titanium aluminides during their synthesis: molecular dynamics study of phase formation. *Fundamental'nye problemy sovremennogo materialovedeniya (Basic Problems of Material Science (BPMS))*, 20(3), 289–298. (In Russ.). doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.001.

## Введение

Алюминиды никеля и титана в качестве высокотемпературных конструкционных материалов оказались весьма перспективными в авиационно-космической и автомобильной инженериях для создания защитных покрытий на технические изделия и материалы [1-5]. Они обладают малой плотностью, прочностными свойствами, высокой коррозионной стойкостью, жаростойкостью и жаропрочностью.

Несмотря на достаточно эффективно развитые методы исследования структурной макрокинетики СВС, до сих пор остаются не решенными до конца вопросы относительно многостадийных гетерогенных механизмов зарождения интерметаллических фаз на нано- и микроуровнях иерархии гетерогенности реакционной среды [6-8] и возникновения гетерофазных структур в продуктах реакции СВС. Решению указанных проблем способствуют возможности моделирования с использованием, например, программного пакета LAMMPS в качестве одного из наиболее эффективных вариантов программной реализации метода молекулярной динамики [9] с широким набором потенциалов межатомного взаимодействия (в т.ч., потенциалов EAM [10, 11]). Визуализацию образованных СВС-структур обеспечивает программный пакет OVITO [12-14].

Целью данной работы является исследование структурно-фазовых превращений в гетерофазных структурах алюминидов никеля и ти-

тана в процессе их синтеза, обнаруженных при определенных температурных условиях иницирования СВС и определенных стехиометрических соотношениях компонентов.

## Методика и этапы моделирования

Для моделирования кинетики процесса СВС в слоистых и матричных нанокристаллических композитных структурах систем Ni–Al и Ti–Al (рис.1 и 2) методом молекулярной динамики (МД) использовался программный пакет LAMMPS с потенциалами EAM [10, 11], используемых многими авторами, например, в работе [15]. Для визуализации результатов использован программный пакет OVITO [12-14]. В пакете LAMMPS создавались исходные структуры из нанокристаллических слоев (рис.1) и блоков (рис.2).

Предварительным этапом моделирования для всех рассмотренных структур является применение q-варианта алгоритма Полака-Рибьера-Поляка (PRP) – алгоритма сопряженных градиентов для безусловной оптимизации (<https://journalofinequalitiesandapplications.springeropen.com/articles/10.1186/s13660-021-02554-6>), с помощью которого нанокристаллические слои исходной системы под действием EAM-потенциала оптимально сближаются (по трем осям действуют периодические условия без применения канонических ансамблей).

На первом из основных этапов в течение 0,4 нс система прогревается при начальной

температуре  $T_0$  в условиях канонического NPT-ансамбля, обеспечивая «релаксацию» атомной структуры с учетом периодических граничных

условий по всем трем измерениям, которые сохраняются и на 2-ом этапе в течение 0,1 нс.

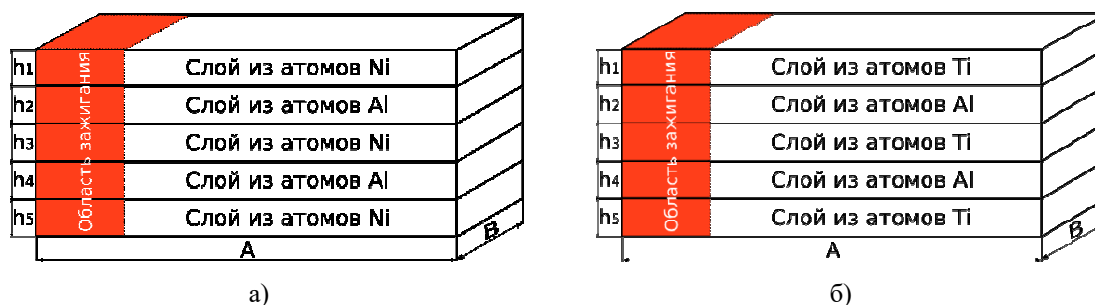


Рис.1. Изображения слоистых нанокристаллических композитных структур: (а) Ni–Al; (б) Ti–Al

Fig.1. Images of layered nanocrystalline composite structures: (a) Ni–Al; (b) Ti–Al

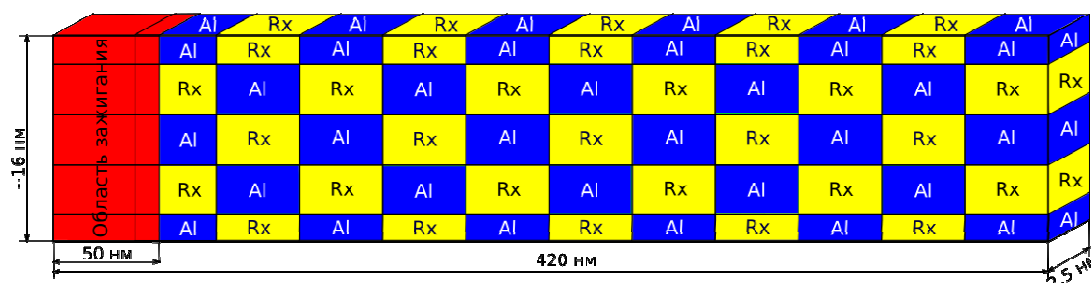


Рис.2. Изображение матричной (слоисто-блочной, шахматно-подобной) нанокристаллической композитной структуры Rx–Al: в первом случае реагентом Rx является Ni, а во втором – Ti

Fig.2. Image of a matrix (layer-block, chess-like) nanocrystalline composite structure Rx–Al: in the first case, the reagent Rx is Ni, and in the second, Ti

На 2-ом этапе в течение 0,1 нс и в пределах 50 нм (см. рис.1, 2) левая часть системы быстро нагревается по линейному закону от  $T_0$  до температуры воспламенения  $T_{ign}$  с соблюдением условий NVT-ансамбля, а в оставшейся части объема – условий NVE-ансамбля. Далее на 3-м этапе (позднее 0,5 нс) в системе фиксируются «свободные» граничные условия вдоль длины A (рис.1, на рис.2 вдоль длины 420 нм), а по оставшимся направлениям сохраняются периодические условия и условия NVE-ансамбля. В пределах 50 нм, начиная с 0,5 нс, инициируется волна горения СВС.

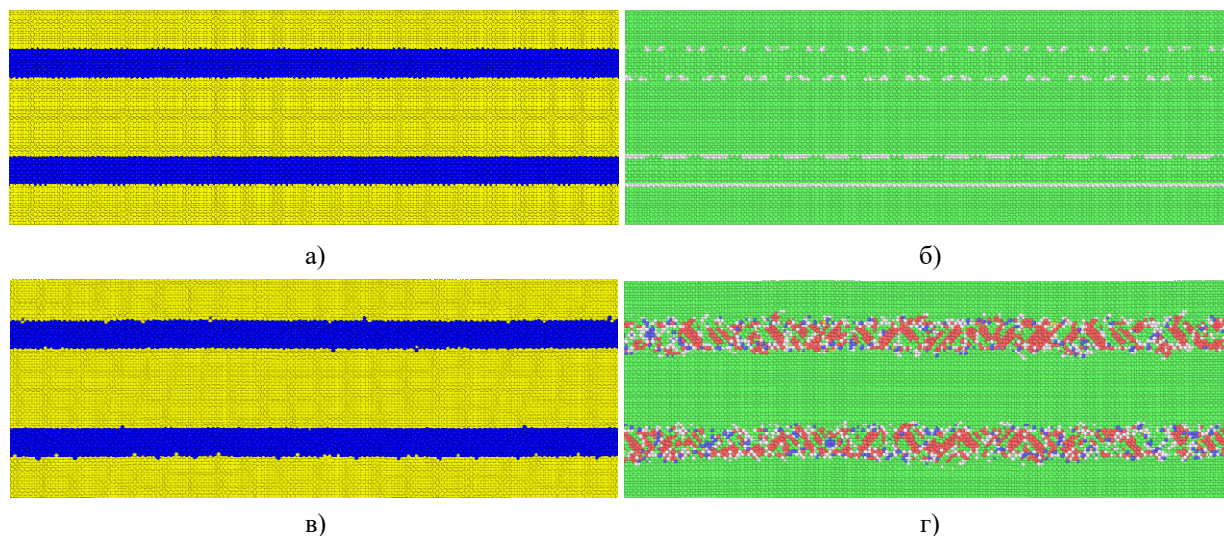
### Результаты и их обсуждение

В данной работе приведены результаты молекулярно-динамического исследования структурно-фазовых превращений в гетерофазных структурах слоистой системы Ni–Al (рис.1а), дополняющего результаты работы [16]. Исследование гетерофазной структуры слоистой системы Ti–Al (рис.1б), обнаруженной для стехиометрии  $N_{Ti}/N_{Al}=1,23$  (Al-55,16 ат. % Ti), достаточно

подробно отражено в [17] и здесь не приводится. Также приведены иллюстрации структурно-фазовых превращений и для матричных нанокompозитов двух систем с пояснениями.

Параметры слоистой системы Ni–Al (рис.1а) следующие:  $A=420$  нм,  $B=1,4$  нм,  $h_1=h_5=2,7$  нм,  $h_2=h_4=2$  нм,  $h_3=5,3$  нм и общая высота равна 14,7 нм. Общее число атомов составило 717410 атомов (число атомов Ni равно 572160, и 145250 атомов Al). Таким образом, стехиометрическое соотношение компонентов  $N_{Ni}/N_{Al}=3,94$  (Al-79,75 ат. % Ni) с учетом диаграммы состояния системы Ni–Al соответствует двухфазной области Ni+Ni<sub>3</sub>Al. На рис.3а,б показаны атомные структуры исходной системы, а на рис.3в,г – результаты предварительного этапа (применение q-алгоритма PRP для нее в пределах двух тысяч итераций) при  $T_0=600$  К.

Для визуализации типов структур (ГЦК, ОЦК, ГПУ и др.) в данной работе использовались два алгоритма пакета OVITO: «интервальный» CNA анализ (i-CNA) [12, 13] и Ackland-Jones анализ (AJ-анализ, [14]).



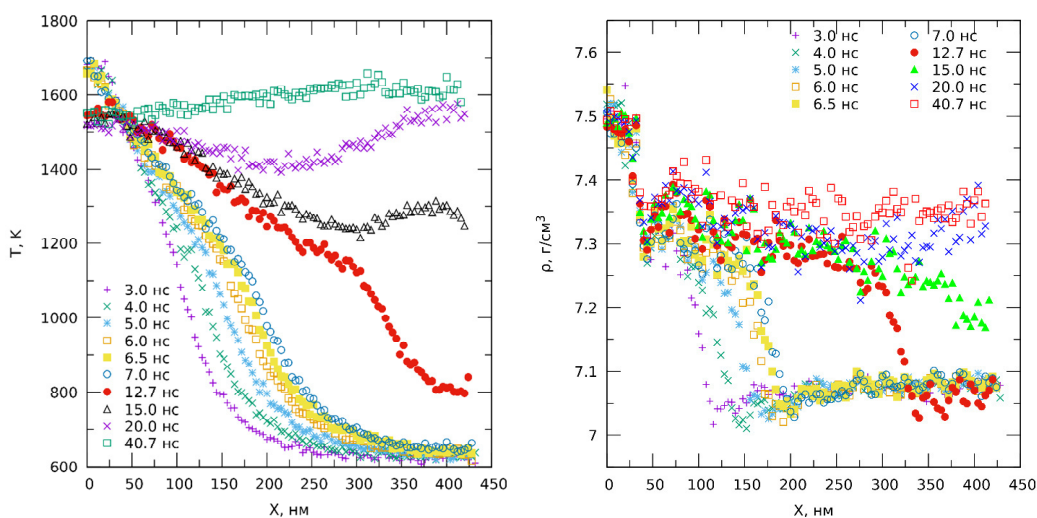
**Рис.3.** Слева: распределения атомов Ni (желтый цвет) и атомов Al (синий цвет) для исходной слоистой структуры Ni–Al (а) и в конце предварительного этапа (в). Справа: АЖ-анализ принадлежности атомов Ni и Al определенным типам кристаллических ячеек для исходной слоистой структуры Ni–Al (б) и в конце предварительного этапа (г): зеленый – ГЦК; красный – ГПУ; синий – ОЦК; светло-серый – тип не определен

**Fig.3.** On the left: the distributions of Ni atoms (yellow) and Al atoms (blue) for the initial Ni–Al layered structure (a) and at the end of the preliminary stage (c). On the right: AJ-analysis of the belonging of Ni and Al atoms to certain types of crystal cells for the initial Ni–Al layered structure (b) and at the end of the preliminary stage (d): green – fcc; red – hcp; blue – bcc; grey – type is undefined

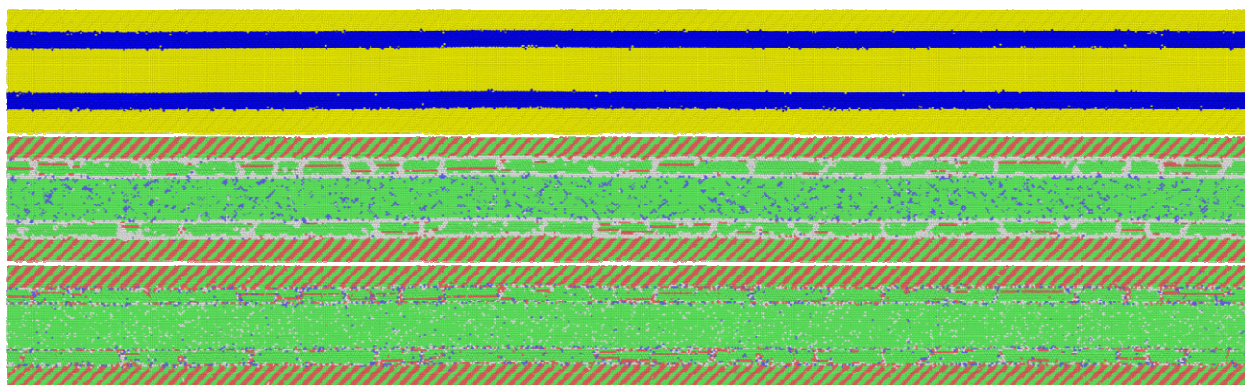
Металлы Ni и Al при нормальных условиях соответствуют ГЦК-структуре (подтверждается на рис.3б). На 4-х границах раздела слоев Ni и Al некоторые атомы Ni и Al (серый цвет) не распознаны как принадлежащие ГЦК-типу из-за несовпадения размеров их ячеек. На предварительном этапе слоистая система Ni–Al прогревается при  $T_0=600$  К (Al в состоянии твердой фазы), и производится оптимизация расстояний между слоями под действием ЕАМ-потенциала с учетом периодических условий по трем осям без применения канонических ансамблей. Как видно на рис.3г, ГЦК-структура слоев Ni осталась прежней, а в двух слоях Al образуются плоские дефекты упаковки в ГЦК-структуре за счет движения дислокаций в плоскости скольжения (111) [18]. Первоначальная ГЦК-структура перестраивается в структуру с наличием ГЦК- и ГПУ-прослоек. Кроме того, можно выделить дефекты в виде «двойников отжига» (угол порядка  $49,5-50^\circ$ ).

Продолжив этапы моделирования СВС, описанные выше (релаксация, зажигание СВС и этап движения волны СВС), были получены наборы профилей температуры и плотности вещества (рис.4) вдоль направления волны горения (вдоль длины  $A$ , рис.1а). Для расчета и построения профилей весь объем системы разбивался на последовательность блоков [18, 19] с размерами  $4 \times 1,4 \times 14,7$  нм (вдоль длины  $A$  с

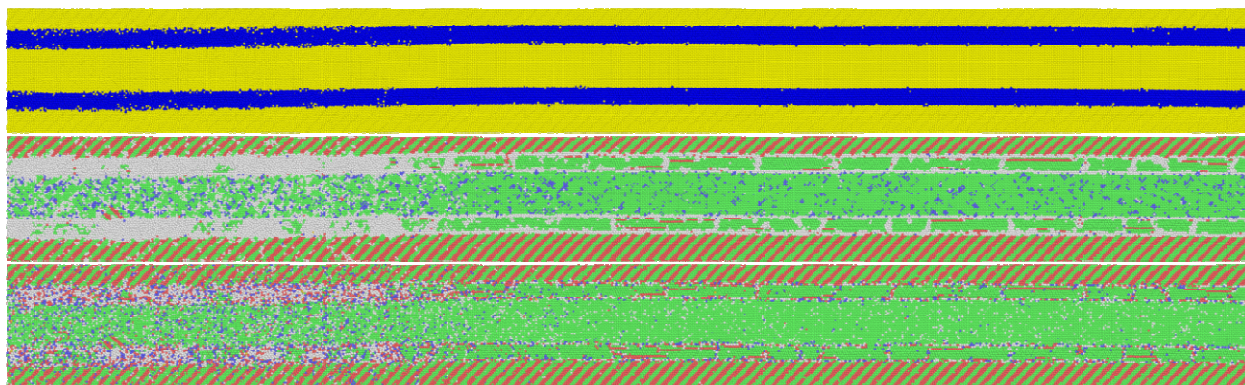
шагом 4 нм) и были получены два линейных массива по 105 значений. Как видно на рис.4, волна горения проходит 420 нм за 20 нс (скорость волны порядка 20 м/с), затем температура в системе выравнивается от 1450–1500 К до уровня 1600 К. К моменту времени 20 нс плотность вещества выравнивается на уровне  $7,3-7,35$  г/см<sup>3</sup> и позднее уровень поднимается до  $7,36-7,38$  г/см<sup>3</sup>. За все время процесса СВС в начальной зоне системы, в которой инициировалось зажигание СВС, плотность практически не меняется и равна порядка  $7,48-7,5$  г/см<sup>3</sup> (соответствует плотности смеси фаз Ni+Ni<sub>3</sub>Al). Значения  $7,36-7,38$  г/см<sup>3</sup> соответствуют плотности трехкомпонентной области Ni+Ni<sub>3</sub>Al+NiAl, подтверждаемой анализом последовательности структурно-фазовых превращений, показанных на фрагментах рис.5 и рис.6, начиная с фрагмента (а) и по фрагмент (ж). На всех фрагментах рис.5 и рис.6 показано по три снимка: первый – распределение атомов Ni (желтый цвет) и Al (синий цвет); второй – принадлежность атомов Ni и Al определенным типам кристаллических ячеек, определяемая алгоритмом i-CNA; третий – принадлежность атомов Ni и Al определенным типам кристаллических ячеек, определяемая алгоритмом АЖ-анализа. Для обоих алгоритмов распознавания типов ячеек верно сопоставление: зеленый – ГЦК; красный – ГПУ; синий – ОЦК; серый – тип не определен.



**Рис.4.** Набор температурных профилей (слева) и набор профилей плотности вещества (справа)  
**Fig.4.** Set of temperature profiles (left) and set of matter density profiles (right)



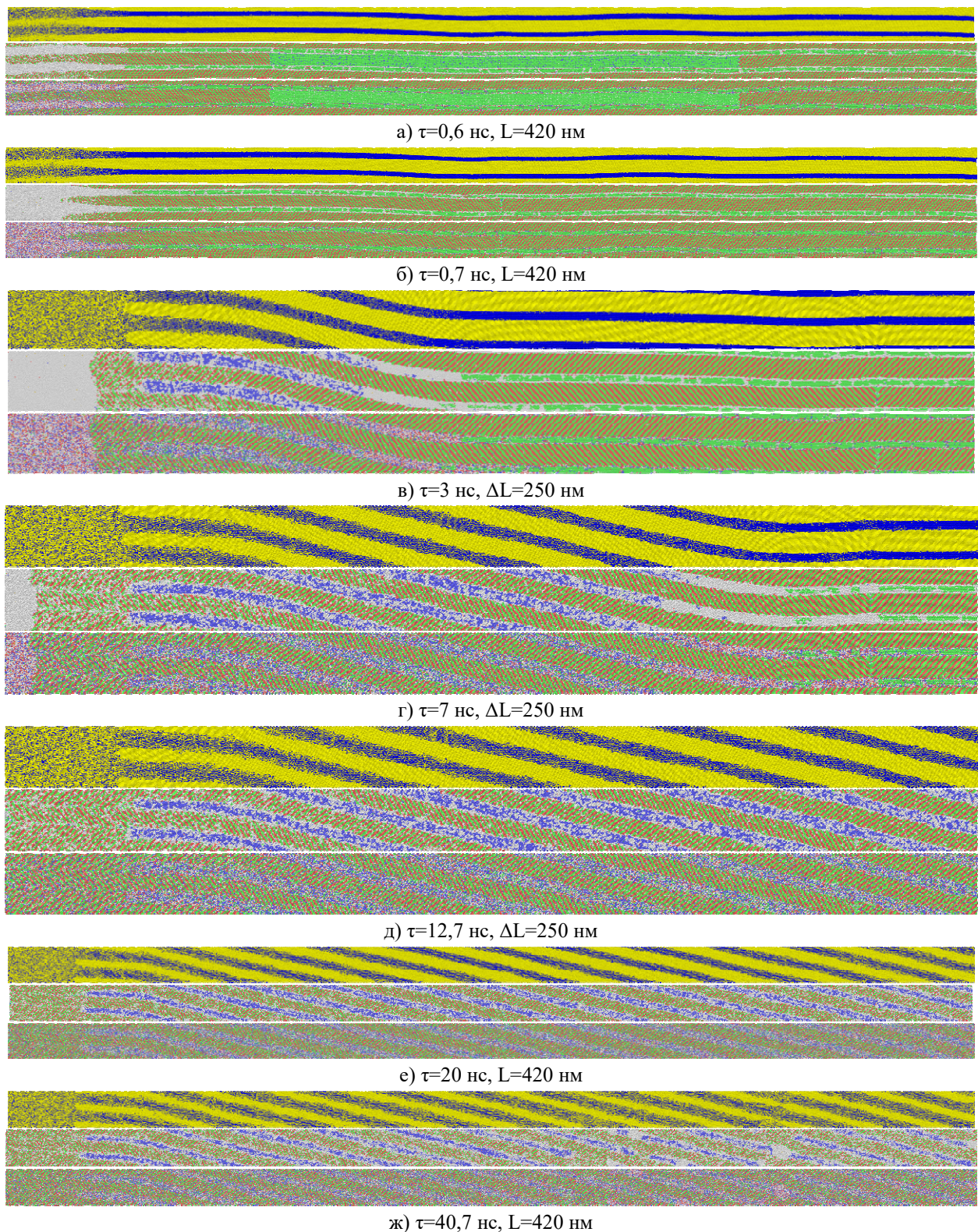
а)  $\tau=0,4$  нс – окончание первого этапа моделирования СВС (релаксация атомной структуры),  $\Delta L=150$  нм



б)  $\tau=0,5$  нс – окончание второго этапа моделирования СВС (зажигание СВС),  $\Delta L=150$  нм

**Рис.5.** Наборы снимков структуры Ni–Al в моменты окончания первого (а) и второго (б) этапов СВС. В каждом наборе снимков: верхний – распределение атомов Ni (желтый) и Al (синий) по слоям; средний (алгоритм i-CNA) и нижний (AJ-анализ) – распределения атомов по типам ячеек (зеленый – ГЦК; красный – ГПУ; синий – ОЦК; серый – тип не определен). Размер  $\Delta L=150$  нм отсчитан от начала структуры (слева)

**Fig.5.** Sets of snapshots of the Ni–Al structure at the end of the first (a) and second (b) SHS stages. In each set of snapshots: the upper one shows the distribution of Ni (yellow) and Al (blue) atoms over the layers; middle (i-CNA algorithm) and bottom (AJ-analysis) – distributions of atoms by cell types (green – fcc; red – hcp; blue – bcc; grey – type is undetermined). Size  $\Delta L=150$  nm counted from the beginning of the structure (left)



**Рис.6.** Наборы снимков структуры Ni–Al в последовательные моменты времени движения волны горения СВС. В каждом наборе описания верхнего, среднего и нижнего снимков аналогичны описаниям на рис.5. Размер  $\Delta L=250$  нм отсчитан от начала структуры (слева). Размер  $L=420$  нм – длина всей структуры Ni–Al

**Fig.6.** Sets of snapshots of the Ni–Al structure at successive moments of the motion of the SHS combustion wave. In each set, the descriptions of the top, middle, and bottom snapshots are similar to the descriptions in Fig.5. The size  $\Delta L=250$  nm is counted from the beginning of the structure (left). Size  $L=420$  nm – the length of the entire Ni–Al structure

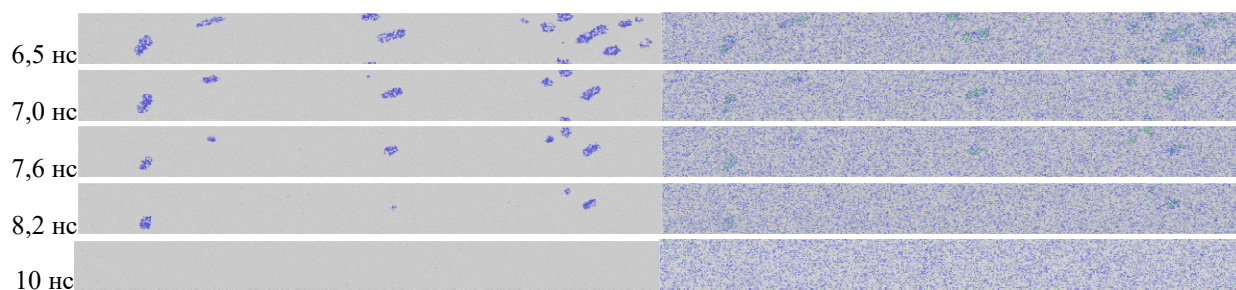
Сравнивая между собой два инструмента исследования структуро- и фазообразования в процессе СВС (алгоритм *i*-CNA и алгоритм AJ-анализа) по снимкам (рис.5, 6, 7) можно отметить, что алгоритм *i*-CAN немного лучше распознает кластеры ОЦК-атомов (синий цвет, нанозерна фазы В2–NiAl) по сравнению с AJ-анализом, но другие типы, например, ГПУ- и ГЦК-атомы (соответственно, красный и зеленый цвета) лучше распознает AJ-анализ (иногда *i*-CAN в этих случаях не определяет тип – серый цвет). Проведем краткий анализ рис.5 и 6.

В течение этапа релаксации (0,4 нс, рис.5а) в слоях твердофазного Al ( $T_0=600$  К) в условиях NPT-ансамбля восстанавливается ГЦК-структура, но в крайних Ni-слоях ГЦК-структура перестраивается в периодическую структуру с чередованием прослоек ГЦК/ГПУ, возникает плоский дефект упаковки за счет разделения дислокации  $\frac{1}{2}(110)$  на частичные дислокации Шокли в плоскости скольжения (111) [18]. Чередование прослоек ГЦК/ГПУ в крайних Ni-слоях сохраняется и далее по времени. В среднем же Ni-слое ГЦК-структура сохраняется до конца ( $\tau=0,5$  нс) второго этапа (зажигания СВС), но затем с двух концов в направлении к середине ( $X=210$  нм) она сокращается наполовину к моменту  $\tau=0,6$  нс. Вместо ГЦК-структуры в симметричных крайних зонах среднего Ni-слоя появляются зеркально отраженные относительно вертикальной (плоской) границы две структуры с чередованием прослоек ГЦК/ГПУ. К моменту  $\tau=0,7$  нс эти две зеркально-симметричные структуры сходятся на границе (угол между ними приблизительно  $99-100^\circ$ ), демонстрируя эффект «двойникования» (при температурном отжиге, [18]), который заметен даже на последнем фрагменте (рис.6ж). Кроме того, двойникование образует-

ся и с горизонтальными плоскими границами, проходящими по границам внутреннего Ni-слоя [18].

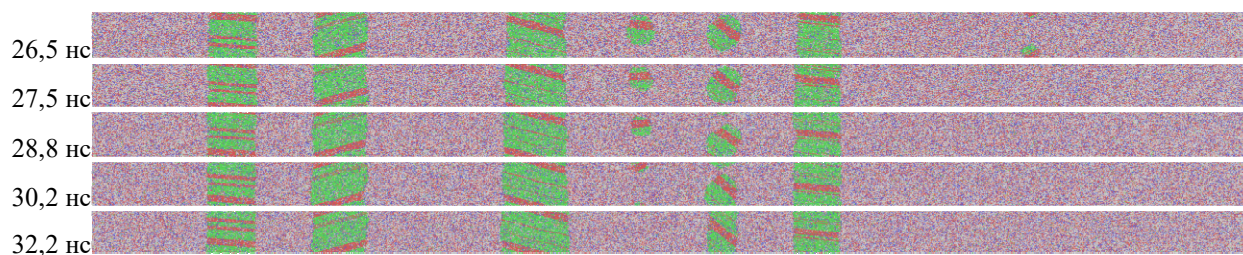
Анализируя температурную кинетику (рис.4) и сопоставляя ее с рис.6, можно выделить стадию реакционного растворения (в пределах 50 нм – в зоне зажигания СВС наблюдается сверхадиабатическая температура горения до 1700 К), в которой со временем (к 12,7 нс) формируется двухфазная область Ni+Ni<sub>3</sub>Al с периодической структурой упаковки (чередованием плоских прослоек ГЦК/ГПУ). В это же время в слоях Al (в тех зонах, где волна горения переводит Al в жидкое состояние) происходит интенсивное растворение (диффузия) атомов Ni с образованием нанокристаллических зародышей (нанозерен) В2–NiAl. Со временем толщина Ni-слоев уменьшается, а толщина слоев с фазой В2–NiAl растет, но не за счет роста размеров нанозерен В2–NiAl (толщина непосредственно самого внутреннего слоя фазы В2–NiAl при  $\tau>0,7$  нс практически не изменяется), а за счет того, что в утолщениях по обе стороны слоя фазы В2–NiAl нарастают примыкающие к ней два двухфазных слоя Ni+Ni<sub>3</sub>Al. В интервале времени от 20 и до 40,7 нс во второй половине системы (от  $X=250$  нм и до конца  $X=420$  нм) температура находится на максимальном уровне, приблизительно равного 1653 К (точка плавления фазы Ni<sub>3</sub>Al), поэтому для этого участка на рис.6ж в некоторых локальных местах заметно разрушение кристаллических структур В2–NiAl и Ni+Ni<sub>3</sub>Al.

Рассмотрим кинетику структурно-фазовых превращений (рис.7, 8) в матричных (слоистоблочных) нанокompозитных структурах Ni–Al и Ti–Al (рис.2) в кратком изложении с учетом опубликованных ранее работ [19, 20].



**Рис.7.** Наборы снимков структурно-фазовых превращений в слоисто-блочной системе Ni–Al в процессе СВС: слева – набор получен с помощью алгоритма *i*-CNA; справа – с помощью AJ-анализа

**Fig.7.** Sets of snapshots of structural-phase transformations in the Ni–Al layered-block system during SHS: on the left – the set was obtained using the *i*-CNA algorithm; on the right – the set was obtained using the AJ analysis



**Рис.8.** Набор снимков структурно-фазовых превращений в слоисто-блочной системе Ti–Al в процессе СВС для указанных моментов времени (набор получен с помощью алгоритма АЖ-анализа)

**Fig.8.** A set of snapshots of structural-phase transformations in the Ti–Al layered-block system during SHS for the indicated time points (the set was obtained using the AJ-analysis)

Для слоисто-блочной системы Ni–Al ( $N_{Ni}/N_{Al}=2,164$ , т.е. Ni % =68,4 % и Al % =31,6 %) выбраны снимки (рис.7). Общее количество атомов в системе равно 992340. Начальная температура  $T_0$  была равна 600 К, а температура зажигания  $T_{ign}$  равна 1200 К.

Температура горения (по времени до 6 нс) находилась в диапазоне 1630-1650 К [19] и из расплава кристаллизовались несколько нанозерен (см. рис.7) с фазами B2–NiAl (ОЦК-тип, синий цвет) и  $L1_2$ –Ni<sub>3</sub>Al (ГЦК-тип, зеленый цвет, АЖ-анализ). Затем температура немного возросла до 1660-1670 К и превысила точку плавления фазы Ni<sub>3</sub>Al ( $T=1653$  К), что и привело к разрушению структуры нанозерен.

Для слоисто-блочной системы Ti–Al ( $N_{Ti}/N_{Al}=1,242$ , т.е. Ti % =55,4 % и Al % =44,6 %) выбраны снимки (рис.8). Начальная температура  $T_0$  была равна 800 К, а температура зажигания  $T_{ign}=1400$  К. Общее количество атомов равно 1028175. Температура горения находилась в диапазоне 1440-1510 К [20]. В зонах с температурой горения, меньшей точки плавления фазы Ti<sub>3</sub>Al ( $T=1453$  К), сохранились пять устойчивых гетерофазных структур (рис.8). В них прожилки красного цвета (ГПУ-тип) соответствуют фазе Ti<sub>3</sub>Al, а область зеленого цвета (ГЦК-тип) – фазе  $\gamma$ -TiAl.

### Заключение

С помощью молекулярно-динамического моделирования процесса СВ-синтеза алюминидов никеля и титана проведено исследование структурно-фазовых превращений с образованием гетерофазных структур в процессе их синтеза. Для описания межатомных взаимодействий в системах Ni–Al и Ti–Al использовались ЕАМ-потенциалы [10, 11]. Для этих систем рассматривалось два типа исходных структур: слоистые и матричные нанокристаллические композитные структуры с различной стехиометрией компонентов и определенными темпе-

ратурными условиями инициирования (зажигания) СВС. При исследовании кинетики СВ-синтеза интерметаллидов двух систем были определены условия на стехиометрию и диапазоны температур горения, которые разграничивают между собой проявления гетерогенных механизмов протекания реакции СВС и структурообразования интерметаллидов. А именно: реакционное растворение происходит при концентрациях Al свыше 45 % и при высоких начальных температурах ( $T_0>400$ -500 К) и высоких температурах горения (приблизительно при  $T>1653$  К для системы Ni–Al, т.е. выше точки плавления Ni<sub>3</sub>Al; при  $T>1453$  К для системы Ti–Al, т.е. выше точки плавления Ti<sub>3</sub>Al). При пониженных  $T_0$  ( $T_0<400$  К) и температурах горения (соответственно, при  $T<1653$  К и  $T<1453$  К) с такой же концентрацией Al (свыше 45 %) происходит кристаллизация из расплава, что подтверждается работами [6, 7]. При  $T_0>400$  К и концентрации Al ниже 45 % (рис.6, фрагменты (б)-(ж)) в слое жидкого Al системы Ni–Al происходит зарождение и рост нанокристаллических зародышей фазы B2–NiAl (округлой или, чаще всего, хаотичной формы). Авторы работы [6] этому механизму дали название «мозаичного» растворения с зарождением нанокристаллических зародышей («нанозерен»). Кинетика в слоистой нанокompозитной структуре Ni–Al со стехиометрией Al-79,75 ат. % Ni подтверждает такой механизм и достаточно подробно иллюстрирует структурно-фазовые трансформации с указанием выявленных дефектов упаковки и дислокаций. Кроме того, выше приведены иллюстрации кинетики структурно-фазовых трансформаций и для матричных нанокompозитных структур двух систем.

### Список литературы

1. Yvon P., Carré F. Structural materials challenges for advanced reactor systems // J. Nucl. Mater. 2009. V. 385. P. 217–222.



2. Tetsui T. Manufacturing technology for gamma-TiAl alloy in current and future applications // *Rare Metals*. 2011. V. 30. P. 294–299.
3. Voisin T., Monchoux J.-P., Couret A. Near-net shaping of titanium-aluminum jet engine turbine blades by SPS // In book: *Spark Plasma Sintering of Materials*. 2019. P. 713–737.
4. Пячин С.А., Ершова Т.Б., Бурков А.А., Власова Н.М., Комарова В.С. Использование алюминидов титана для создания электроискровых покрытий // *Известия ВУЗов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. 2015. № 1. С. 55–61.
5. Аванесян Т.Ч. Особенности высокотемпературного окисления и микродугового оксидирования сплавов на основе  $\gamma$ -TiAl. Дисс. ... к.х.н.: 05.17.03. М., 2014. 159 с.
6. Turlo V., Politano O., Baras F. Microstructure evolution and self-propagating reactions in Ni-Al nanofolios: an atomic-scale description // *J. of Alloys and Compounds*. 2017. V. 708. P. 989–998.
7. Politano O., Baras F., Mukasyan A., Vadchenko S.G., Rogachev A.S. Microstructure development during NiAl intermetallic synthesis in reactive Ni–Al nanolayers: Numerical investigations vs TEM observations // *Surface & Coatings Technology*. 2013. V. 215, No. 25. P. 485–492.
8. Schwarz F., Spolenak R. The influence of premixed interlayers on the reaction propagation in Al-Ni multilayers – An MD approach // *J. Appl. Phys.* 2022. V. 131. P. 075107.
9. Plimpton S. Fast Parallel Algorithms for Short-Range Molecular Dynamics // *J. Comp. Phys.* 1995. No. 117. P. 1–19.
10. Purja P.G.P., Mishin Y. Development of an interatomic potential for the Ni-Al system // *Philosophical Magazine*. 2009. V. 89(34–36). P. 3245–3267.
11. Zope R.R., Mishin Y. Interatomic Potentials for Atomistic Simulations of the Ti–Al System // *Phys. Rev. B*. 2003. V. 68. P. 024102.
12. Stukowski A. Visualization and analysis of atomistic simulation data with OVITO – the Open Visualization Tool // *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*. 2010. V. 18. P. 015012.
13. Larsen P.M. Revisiting the Common Neighbour Analysis and the Centrosymmetry Parameter [Электронный ресурс] / Официальный сайт – <https://doi.org/10.48550/arXiv.2003.08879>. Дата обращения 19 Mar 2020.
14. Ackland G.J., Jones A.P. Applications of local crystal structure measures in experiment and simulation // *Phys. Rev. B*. 2006. V. 73(5). P. 054104.
15. Полетаев Г.М. Влияние ориентации межфазной границы Ti–Al и деформации Ti на скорость взаимной диффузии при температурах выше температуры плавления Al: молекулярно-динамическое исследование // *Фундаментальные проблемы современного материаловедения*. 2022. Т. 19, № 2. С. 188–196.
16. Шмаков И.А., Иордан В.И., Соколова И.Е. Компьютерное моделирование СВ-синтеза алюминидов никеля методом молекулярной динамики в пакете LAMMPS с использованием параллельных вычислений // *Высокопроизводительные вычислительные системы и технологии*. 2018. № 1(8). С. 48–54.
17. Jordan V.I. and Shmakov I.A. Reproducibility of a heterophase structure emergence effect when changing the ignition temperature of SHS in a layered nanosized nonstoichiometric Ti-Al system // *IOP Conf. Journal of Physics: Conf. Series*. 2019. V. 1281. P. 012030.
18. Келли А., Гровс Г. Кристаллография и дефекты в кристаллах. Пер. с англ. М.: Мир, 1974. 496 с.
19. Jordan V., Shmakov I. Thermal and Microstructural Analysis of Intermetallide Synthesis in the Ni–Al Layered-Block Atomic Structure Based on the Computer-Aided Simulation of SHS // *Communications in Computer and Information Science*. 2020. V. 1304. P. 43–61.
20. Иордан В.И., Шмаков И.А. 3D визуализация гетерофазных интерметаллидных структур на основе компьютерного моделирования СВС в наноразмерной слоисто-блочной структуре Ti–Al // *Программная инженерия*. 2022. Т. 13, № 10. С. 515–524.

#### Информация об авторах

В. И. Иордан – кандидат физико-математических наук, доцент, Алтайского государственного университета; ведущий математик Института теоретической и прикладной механики им. С. А. Христиановича СО РАН.

И. А. Шмаков – старший преподаватель Алтайского государственного университета.

#### References

1. Yvon, P. & Carré, F. (2009). Structural materials challenges for advanced reactor systems. *J. Nucl. Mater.*, 385, 217–222.
2. Tetsui, T. (2011). Manufacturing technology for gamma-TiAl alloy in current and future applications. *Rare Metals*, 30, 294–299.

3. Voisin, T., Monchoux, J.-P. & Couret, A. (2019). Near-net shaping of titanium-aluminum jet engine turbine blades by SPS. *In book: Spark Plasma Sintering of Materials*, 713–737.
4. Pyachin, S. A., Ershova, T. B., Burkov, A. A., Vlasova, N. M. & Komarova, V. S. (2015). Using titanium aluminides to create electrospark coatings. *Izvestiya vuzov. Powder metallurgy and functional coatings*, 1, 55–61. (In Russ.).
5. Avanesyan, T. Ch. (2014). Features of high-temperature oxidation and microarc oxidation of alloys based on  $\gamma$ -TiAl. *Diss. ... Ph.D.*: 05.17.03. M., 159 p.
6. Turlo, V., Politano, O. & Baras, F. (2017). Microstructure evolution and self-propagating reactions in Ni-Al nanofolios: an atomic-scale description. *J. of Alloys and Comp.*, 708, 989–998.
7. Politano, O., Baras, F., Mukasyan, A., Vadchenko, S. G. & Rogachev, A. S. (2013). Microstructure development during NiAl intermetallic synthesis in reactive Ni–Al nanolayers: Numerical investigations vs TEM observations. *Surface & Coatings Technology*, 215(25), 485–492.
8. Schwarz, F. & Spolenak, R. (2022). The influence of premixed interlayers on the reaction propagation in Al-Ni multilayers – An MD approach. *J. Appl. Phys.*, 131, 075107.
9. Plimpton, S. (1995). Fast parallel algorithms for short-range molecular dynamics. *J. Comp. Phys.*, 117, 1–19.
10. Purja, P. G. P. & Mishin, Y. (2009). Development of an interatomic potential for the Ni-Al system. *Philosophical Magazine*, 89(34–36), 3245–3267.
11. Zope, R. R. & Mishin, Y. (2003). Interatomic potentials for atomistic simulations of the Ti–Al system. *Phys. Rev. B.*, 68, 024102.
12. Stukowski, A. (2010). Visualization and analysis of atomistic simulation data with OVITO – the Open Visualization Tool. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 18, 015012.
13. Larsen P.M. Revisiting the Common Neighbour Analysis and the Centrosymmetry Parameter [Electronic resource] / Official site – <https://doi.org/10.48550/arXiv.2003.08879>. Date of the application 19 Mar 2020.
14. Ackland, G. J. & Jones, A. P. (2006). Applications of local crystal structure measures in experiment and simulation. *Phys. Rev. B.*, 73(5), 054104.
15. Poletaev, G. M. (2022). Effect of Ti-Al interfacial orientation and Ti deformation on the interdiffusion rate at temperatures above the melting point of Al: a molecular dynamics study. *Fundamental'nye problemy sovremennogo materialovedeniya (Basic Problems of Material Science (BPMS))*, 19(2), 188–196. (In Russ.).
16. Shmakov, I. A., Jordan, V. I. & Sokolova, I. E. (2018). Computer simulation of the SH-synthesis of nickel aluminide by the molecular dynamics method in the LAMMPS package using parallel computing. *High-Performance Computing Systems and Technologies*, 1(8), 48–54. (In Russ.).
17. Jordan, V. I. & Shmakov, I. A. (2019). Reproducibility of a heterophase structure emergence effect when changing the ignition temperature of SHS in a layered nanosized non-stoichiometric Ti-Al system. *IOP Conf. Journal of Physics: Conf. Series*, 1281, 012030.
18. Kelly A. & Groves G. (1974). Crystallography and crystal defects. Transl. from English. Moscow: Publishing House “Mir”. P. 496.
19. Jordan, V. & Shmakov, I. (2020). Thermal and Microstructural Analysis of Intermetallic Synthesis in the Ni–Al Layered-Block Atomic Structure Based on the Computer-Aided Simulation of SHS. *Communications in Computer and Information Science*, 1304, 43–61.
20. Jordan, V. I. & Shmakov, I. A. (2022). 3D visualization of heterophase intermetallic structures based on computer simulation of SHS in a nanosized Ti–Al layered-block structure. *Programmnyaya Ingeneriya*, 13(10), 515–524. (In Russ.).

#### Information about the authors

V. I. Jordan – Candidate of Physical and Mathematical Sciences, Associate Professor of the Altai State University; Leading Mathematician of the S.A. Khristianovich Institute of Theoretical and Applied Mechanics of the SB RAS.

I. A. Shmakov – Senior Lecturer of the Altai State University.

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.  
The authors declare that there is no conflict of interest.

Статья поступила в редакцию 21.06.2023; одобрена после рецензирования 03.07.2023; принята к публикации 17.07.2023.

The article was received by the editorial board on 21 June 23; approved after reviewing 03 July 23; accepted for publication 17 July 23.

Научная статья

1.3.8. Физика конденсированного состояния (физико-математические науки)

УДК 537.86, 530.182

doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.002

## ДИСКРЕТНЫЕ БРИЗЕРЫ В КВАДРАТНОЙ РЕШЕТКЕ ОСНОВАННЫЕ НА ДЕЛОКАЛИЗОВАННЫХ МОДАХ

Евгений Константинович Наумов<sup>1†</sup>, Юрий Владимирович Бебихов<sup>2</sup>,  
Сергей Владимирович Дмитриев<sup>3</sup>

<sup>1,3</sup> Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, ул. Степана Халтурина, 39450001, Уфа, Россия

<sup>2</sup> Северо-Восточный федеральный университет, Политехнический институт (филиал) в Мирном, ул. Тихонова, 5/1, 678170, Мирный, Саха (Якутия), Россия

<sup>3</sup> Институт физики молекул и кристаллов, Уфимский федеральный исследовательский центр РАН, пр. Октября, 71, 450054, Уфа, Россия

<sup>†</sup> naumov@kristallcom.ru<sup>†</sup>, <https://orcid.org/0000-0002-0320-2797>

<sup>2</sup> bebikhov.yura@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-8366-4819>

<sup>3</sup> dmitriev.sergey.v@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-6744-4445>

**Аннотация.** Интерес к нелинейным колебаниям решетки возрос в последние десятилетия из-за того, что кристаллические материалы подвергаются высокоамплитудным воздействиям во многих сферах деятельности человека. Один из эффектов нелинейности в дискретных периодических структурах заключается в возможности существования локализованных в пространстве колебаний большой амплитуды, называемых дискретными бризерами (ДБ) (или собственными локализованными модами). Довольно просто решается задача поиска ДБ в нелинейных цепочках, то есть, в одномерных кристаллах, поскольку разнообразие возможных ДБ в этом случае невелико. Однако для кристаллических решеток высокой размерности до сих пор не было разработано общих подходов к поиску ДБ. Такой подход появился благодаря работам Чечина и Сахненко с соавторами, где была разработана теория бушей нелинейных нормальных мод, которые позже, применительно к кристаллам, стали называть делокализованными нелинейными колебательными модами (ДНКМ). Относительно недавно было замечено, что все известные ДБ могут быть получены наложением локализующих функций на ДНКМ с частотой вне фононного спектра решетки. Поскольку теория Чечина и Сахненко позволяет найти все возможные ДНКМ, рассматривая симметрию решетки, появилась возможность постановки задачи нахождения всех возможных ДБ в заданной решетке. Данный подход был недавно с успехом применен к поиску ДБ в двумерной треугольной решетке. Изучение и описание ДБ в двумерной квадратной кристаллической решетке, полученных при помощи локализованной функции, является предметом представленной статьи. В результате были получены новые типы ДБ квадратной решетки, включая одномерные, то есть локализованные лишь в одном из двух ортогональных направлений, так и нульмерные, то есть локализованные в двух направлениях.

**Ключевые слова:** дискретный бризер, кристаллическая решётка, локализованные колебания, амплитуда колебаний.

**Благодарности:** Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда, грант № 21-12-00229.

---

**Для цитирования:** Наумов Е.К., Бебихов Ю.В., Дмитриев С.В. Дискретные бризеры в квадратной решетке основанные на делокализованных модах // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. 2023. Т. 20, № 3. С. 299–307. doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.002.

---

Original article

## DISCRETE BREATHERS IN A SQUARE LATTICE BASED ON DELOCALIZED MODES

Evgeniy K. Naumov<sup>1†</sup>, Yuriy V. Bebikhov<sup>2</sup>, Sergey V. Dmitriev<sup>3</sup><sup>1,3</sup> Institute for Metals Superplasticity Problems of RAS, Khalturin Str., 39, Ufa, 450001, Russia<sup>2</sup> Polytechnic Institute (Branch) in Mirny, North-Eastern Federal University, Tikhonova Str., 5/1, Mirny, Sakha Republic (Yakutia), 678170, Russia<sup>3</sup> Institute of Molecule and Crystal Physics, Ufa Federal Research Centre of RAS, Oktyabrya Pr., 71, Ufa, 450054, Russia<sup>†</sup> naumov@kristallcom.ru<sup>†</sup>, <https://orcid.org/0000-0002-0320-2797><sup>2</sup> bebikhov.yura@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-8366-4819><sup>3</sup> dmitriev.sergey.v@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-6744-4445>

**Abstract.** Interest in nonlinear lattice vibrations has increased in recent decades due to the fact that crystalline materials are subjected to high-amplitude effects in many areas of human activity. One of the effects of nonlinearity in discrete periodic structures is the possibility of the existence of large-amplitude oscillations localized in space, called discrete breathers (DBs) (or intrinsic localized modes). The problem of searching for DBs in nonlinear chains, that is, in one-dimensional crystals, is quite simply solved, since the variety of possible DBs in this case is small. However, for high-dimensional crystal lattices, no general approaches to the search for discrete breathers have been developed so far. This approach appeared due to the work of Chechin, Sakhnenko et al., where the theory of bushes of nonlinear normal modes was developed, which later, as applied to crystals, began to be called delocalized nonlinear vibrational modes (DNVM). Relatively recently, it was noticed that all known DBs can be obtained by superimposing localizing functions on DNVM with a frequency outside the phonon spectrum of the lattice. Since the Chechin and Sakhnenko theory makes it possible to find all possible DNVMs by considering the symmetry of the lattice, it became possible to formulate the problem of finding all possible DBs in a given lattice. This approach has recently been successfully applied to the search for DBs in a two-dimensional triangular lattice. The study and description of discrete breathers in a two-dimensional square crystal lattice obtained using a localized function is the subject of this article. As a result, new types of DBs of a square lattice were obtained, including one-dimensional, that is, localized only in one of two orthogonal directions, and zero-dimensional, that is, localized in two directions.

**Keywords:** discrete breather, crystal lattice, localized oscillations, oscillation amplitude.

**Acknowledgements:** The work was supported by the Russian Science Foundation, grant No. 21-12-00229.

**For citation:** Naumov, E. K., Bebikhov, Yu. V. & Dmitriev, S. V. (2023). Discrete breathers in a square lattice based on delocalized modes. *Fundamental'nye problemy sovremennogo materialovedeniya (Basic Problems of Material Science (BPMS))*, 20(3), 299–307. (In Russ.). doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.002.

## Введение

В дискретных нелинейных системах часто происходят пространственно – локализованные колебания большой амплитуды, называемые дискретными бризерами (ДБ) или внутренними локализованными модами. Сначала дискретные бризеры были обнаружены в нелинейных цепочках [1-3], а затем в решетках большей размерности [4, 5], а также в кристаллических решетках [6]. В решетках более высокой размерности могут существовать различные типы ДБ, и возникает проблема их поиска и классификации.

Делокализованные нелинейные колебательные моды (ДНКМ) [7-9], которые имеют частоты выше фононного спектра, помогают решить эту проблему. ДНКМ являются точными решениями уравнений движения частиц, ко-

торые могут быть найдены с учетом только симметрии решетки; первоначально они назывались бушами нелинейных нормальных мод [7-9]. В пределе малой амплитуды ДНКМ преобразуются в коротковолновые фононные моды. Поскольку, при выводе ДНКМ, рассматривается только симметрия решетки, они являются точными решениями независимо от типа межчастичных взаимодействий и для любой амплитуды. ДНКМ может иметь  $m$  компонентов, тогда он имеет  $m$  степеней свободы и может быть описан  $m$  связанными динамическими уравнениями.

Насколько нам известно, все ДБ, о которых сообщалось до сих пор, могут быть получены путем наложения функций локализации на ДНКМ, имеющие частоты выше фононного сектора. Этот факт говорит о том, что поиску ДБ должен предшествовать анализ ДНКМ в

рассматриваемой решетке. Этот подход был реализован для треугольной решетки, для которой все однокомпонентные и двухкомпонентные ДНКМ были проанализированы в [12]. Было показано, что три из них имеют частоты выше фононного спектра. Затем, в работе [11], были получены локализованные дискретные бризеры путем применения функций локализации к этим трем ДНКМ. Недавно Рябов и Чечин построили 16 однокомпонентных ДНКМ для квадратной решетки [13], используя теоретико-групповой подход, разработанный в [7-9]. Только две из них имеют частоты выше фононного спектра [13], что означает, что они могут быть использованы для получения пространственно локализованных колебательных мод путем применения локализирующих функций, и эта работа выполняется в настоящем исследовании.

Важно понимать мотивацию для поиска ДНКМ и ДБ в модельных решетках и в кристаллах. ДБ влияют на макроскопические свойства кристаллов [6, 15], рассеивают фононы и тем самым снижают теплопроводность [16], они так же могут инициировать образование и миграцию дефектов решетки [17-19]. ДНКМ и ДБ связаны друг с другом. ДНКМ использовались для поиска ДБ в скалярной квадратной решетке [20].

### Моделирование локализованных дискретных бризеров

В ходе исследования [13] было получено две однокомпонентные моды квадратной кристаллической решетки с частотой колебания выше фононного спектра. Из этих двух мод было образовано одиннадцать возможных локализованных ДБ.

Подчеркнем, что начальные условия, используемые для возбуждения ДБ, не всегда дают точных пространственно локализованных решений, но позволяют получать долгоживущие квазибризеры. Часть энергии, первоначально переданной в локализованную колебательную моду, излучается, и после переходного периода, колебания стабилизируются. Параметры функции локализации выбираются таким образом, чтобы энергия, выделяемая во время стабилизации квазибризеров, была минимальной. Такой квазибризер является прототипом исследуемого локализованного дискретного бризера.

### А. Стационарные одномерные дискретные бризеры

Одномерный ДБ локализован вдоль линии:

$$p_1 x + p_2 y + p_3 = 0, \quad (1)$$

что означает, что амплитуды колебаний частиц убывают экспоненциально с расстоянием от этой линии.

Это может быть достигнуто путем применения функции локализации:

$$a_{ij} = A / \cosh(\beta d_{ij}), \quad (2)$$

где  $a_{ij}$  – величина начального смещения частицы, имеющей положение решетки  $\xi_{i,j}$ ,  $A$  – амплитуда ДНКМ,  $\beta$  – параметр локализации,  $d_{ij}$  – расстояние от точки решетки  $i, j$  до линии локализации, оно может быть найдено следующим образом:

$$d_{ij} = \frac{(|p_1 x_{ij} + p_2 y_{ij} + p_3|)}{\sqrt{p_1^2 + p_2^2}}. \quad (3)$$

Предполагается, что  $p_1$  и  $p_2$  не равны нулю одновременно, а начальные скорости всех частиц равны нулю.

Далее представлено описание полученных результатов.

На рисунках 1 и 2 показаны примеры одномерных ДБ на основе ДНКМ I. Разница в том, что на рис.1 линия локализации ДБ (показана красным цветом) параллельна направлению колебаний частиц, в то время как на рис.2 она перпендикулярна этому направлению.

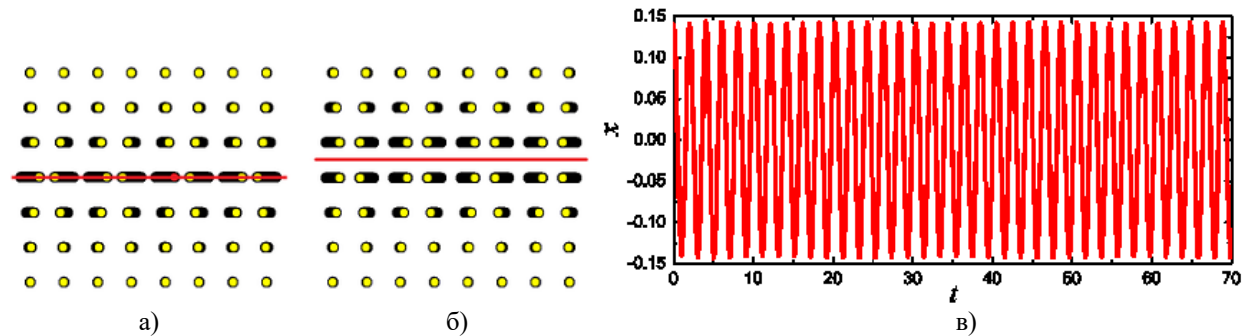
На панелях (а) линия локализации ДБ проходит через ряд атомов четырехугольной кристаллической решетки, а на панелях (б) она находится посередине между ближайшими рядами атомов четырехугольной кристаллической решетки. Параметры уравнений (1) и (2) перечислены в подписях к рисункам. Панели (в) показывают временную эволюцию координат  $x$  частиц, окрашенных в красный цвет на панелях (а). Можно видеть, что частицы совершают периодическое движение с постоянными амплитудами. Как упоминалось выше, параметр локализации  $\beta$  выбирается из условия минимизации энергии, выделяемой при стабилизации квазибризера.

Это проиллюстрировано на рис.3 для ДБ, показанного на рис.1а, путем построения графика временной эволюции полной энергии в системе, приведенной к энергии при  $t = 0$ . Полная энергия системы уменьшается со временем, поскольку энергия, излучаемая квазибризером, поглощается на границах вычислительной ячейки. После выделения части энергии ДБ

стабилизируется и колеблется с постоянной амплитудой, практически не излучая энергии. Наименьшие потери энергии наблюдаются при  $\beta = 1,48$  и увеличиваются при отклонении от этого значения вверх или вниз. Обратим внимание, что общая потеря энергии составляет всего около 0,1 % от начальной энергии.

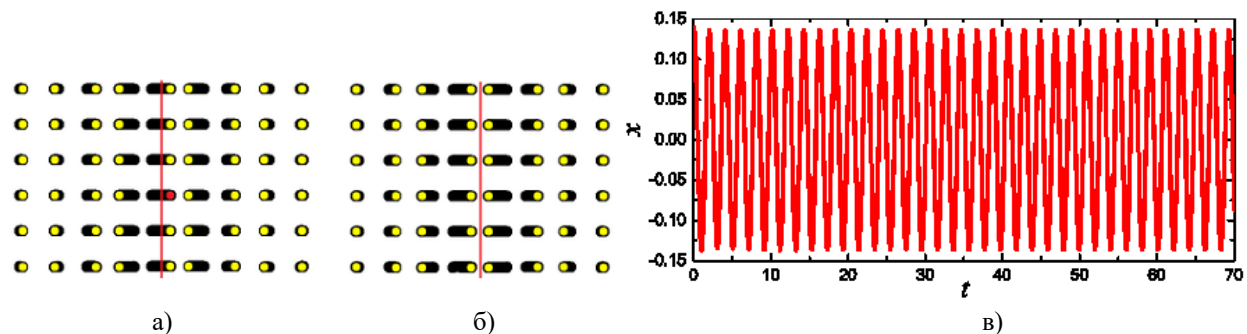
На рис.4 показаны ДБ на основе ДНКМ II. В этом случае одномерные ДБ, параллельные плотно упакованному направлению решетки, невозможны, но могут быть получены ДБ вдоль диагонального направления. На (а) линия локализации ДБ проходит через частицы, колеблю-

щиеся вдоль этой линии, а на (б) – вдоль частиц, колеблющихся в нормальном направлении. Параметры уравнений (1) и (2) перечислены в подписи к рисунку. На (в), приводится временная эволюция  $x$  – координаты частицы, окрашенной в красный и синий цвета на (б), они показаны как соответственно красной и синей линиями. Амплитуды колебаний не являются постоянными, и наблюдается квазипериодический обмен энергией между частицами, колеблющимися вдоль и перпендикулярно линии ДБ. Однако ДБ остается локализованным в течение длительного времени.



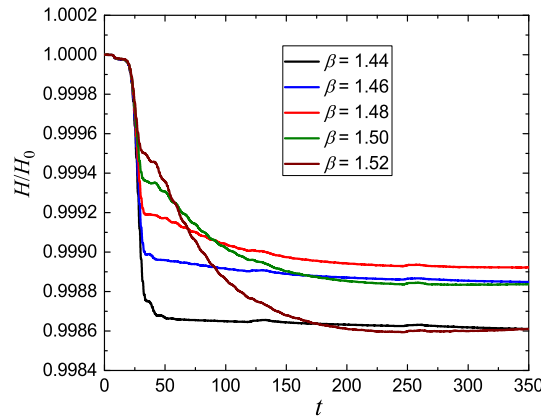
**Рис.1.** Стационарные одномерные ДБ, полученные путем наложения локализирующей функции (2) на ДНКМ I. Перемещения умножены на коэффициент 2. Параметры модели следующие: (а)  $p_1 = 0, p_2 = 1, p_3 = 0, A = 0,14, \beta = 1,48$ ; для (б)  $p_1 = 0, p_2 = 1, p_3 = h/2, A = 0,14, \beta = 1,45$ . Линии локализации ДБ показаны красным цветом. На (в) представлена временная эволюция  $x$ -компоненты смещения частицы, окрашенной на (а) в красный цвет

**Fig.1.** Stationary one-dimensional DBs obtained by imposing the localizing function (2) on DNVMI. The displacements are multiplied by a factor of 2. The model parameters are as follows: (a)  $p_1 = 0, p_2 = 1, p_3 = 0, A = 0.14, \beta = 1.48$ ; for (b)  $p_1 = 0, p_2 = 1, p_3 = h/2, A = 0.14, \beta = 1.45$ . DBs localization lines are shown in red. (c) shows the temporal evolution of the  $x$ -component of the displacement, which is colored red in (a)



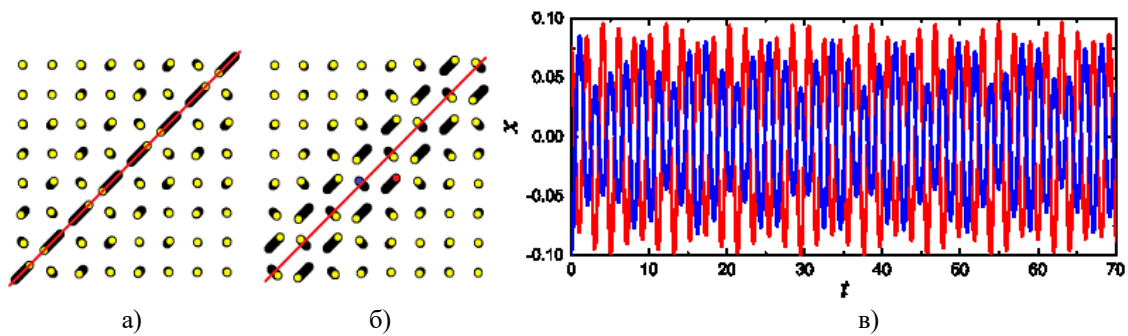
**Рис.2.** Стационарные одномерные ДБ, полученные путем наложения локализирующей функции (2) на ДНКМ I. Перемещения умножены на коэффициент 2. Параметры модели следующие: (а)  $p_1 = 0, p_2 = 1, p_3 = 0, A = 0,14, \beta = 1,48$ ; для (б)  $p_1 = 0, p_2 = 1, p_3 = h/2, A = 0,14, \beta = 1,45$ . Линии локализации ДБ показаны красным цветом. На (в) представлена временная эволюция  $x$ -компоненты смещения частицы, окрашенной в красный цвет

**Fig.2.** Stationary one-dimensional DBs obtained by imposing the localizing function (2) on DNVMI. The displacements are multiplied by a factor of 2. The model parameters are as follows: (a)  $p_1 = 0, p_2 = 1, p_3 = 0, A = 0.14, \beta = 1.48$ ; for (b)  $p_1 = 0, p_2 = 1, p_3 = h/2, A = 0.14, \beta = 1.45$ . DB localization lines are shown in red. (c) shows the time evolution of the  $x$ -component of the displacement of a red-colored particle



**Рис.3.** Полная энергия системы как функция времени, нормированная на начальную энергию, полученная для однокомпонентного ДБ, показанного на рис. 1а, с использованием различных значений параметра локализации  $\beta$ . Другими параметрами уравнений (1) и (2) являются  $p_1 = 0, p_2 = 1, p_3 = 0$  и  $A = 0,14$

**Fig.3.** The total energy of the system as a function of time, normalized to the initial energy, obtained for the one-component DB shown in Fig.1a using different values of the localization parameter  $\beta$ . The other parameters of equations (1) and (2) are  $p_1 = 0, p_2 = 1, p_3 = 0$  и  $A = 0.14$



**Рис.4.** Стационарные одномерные ДБ, полученные путем наложения локализирующей функции (2) на ДНКМ II. Перемещения умножаются на коэффициент 2. Параметры моделей следующие: (а)  $p_1 = -1, p_2 = 1, p_3 = 0, A = 0,14, \beta = 1,1$ ; (б)  $p_1 = -1, p_2 = 1, p_3 = h, A = 0,14, \beta = 1,1$ . Линии локализации ДБ показаны красным цветом. (в) – временная эволюция  $x$ -компоненты смещения частиц, окрашенных в красный и синий цвета на (б)

**Fig.4.** Stationary one-dimensional DB obtained by superimposing the localizing function (2) on DNVM II. The displacements are multiplied by a factor of 2. The model parameters are as follows: (a)  $p_1 = -1, p_2 = 1, p_3 = 0, A = 0.14, \beta = 1.1$ ; (b)  $p_1 = -1, p_2 = 1, p_3 = h, A = 0.14, \beta = 1.1$ . DBs localization lines are shown in red. (c) – time evolution of the  $x$ -component of the displacement of particles colored in red and blue in (b)

### В. Стационарные и движущиеся нульмерные дискретные бризеры

Стационарный и движущийся нульмерный ДБ локализован в точке пересечения двух ортогональных линий:

$$p_1 x + p_2 y + p_3 = 0, \quad (4)$$

$$p_2 x - p_1 y + p_4 = 0, \quad (5)$$

где  $p_1$  и  $p_2$  не равны нулю одновременно.

Точка пересечения двух линий имеет координаты

$$x_0 = \frac{-p_1 p_3 - p_2 p_4}{p_1^2 + p_2^2}, \quad y_0 = \frac{-p_1 p_3 - p_2 p_4}{p_1^2 + p_2^2}. \quad (6)$$

Для построения нульмерных ДБ, локализирующая функция принимается в виде

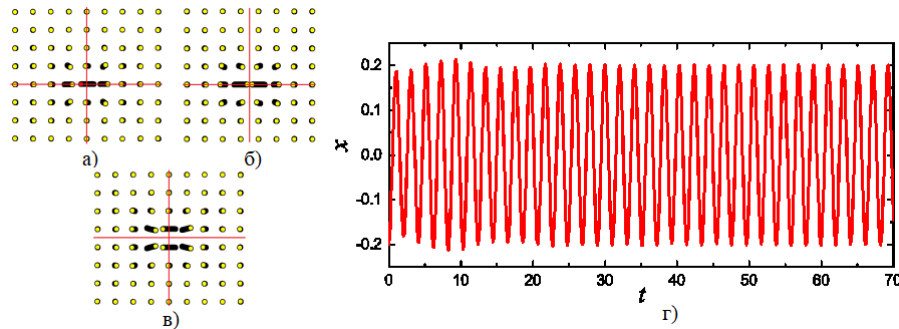
$$a_{ij} = A/\cosh(\beta_1 d_{ij}) \cosh(\beta_2 f_{ij}), \quad (7)$$

где  $a_{ij}$  – величина начального смещения частицы, имеющей положение решетки  $\zeta_{i,j}$ ,  $A$  – амплитуда ДНКМ,  $\beta_1$  и  $\beta_2$  – параметры локализации,  $d_{ij}$  – расстояние от точки решетки  $i, j$  – до линии (4), которое определяется уравнением (3),  $f_{ij}$  – расстояние от точки решетки  $i, j$  – до прямой (5), которое определяется как:

$$f_{ij} = \frac{(|p_2 x_{ij} + p_1 y_{ij} + p_4|)}{\sqrt{p_1^2 + p_2^2}}. \quad (8)$$

Примеры нульмерных ДБ, возбуждаемых наложением функции локализации (7) на ДНКМ I и ДНКМ II, показаны на рисунках с 5 по 9. ДБ локализованы на пересечении двух красных линий. ДБ представлены с различным положением центра локализации. На рис.5 ДБ локализован (а) на узле решетки, (б) сдвинут на вектор  $(h/2, 0)$  от узла решетки и (в) сдвинут на вектор  $(0, h/2)$  от узла решетки. Если центр локализации находится в точке  $(h/2, h/2)$ , ДНКМ I создает ДБ, показанный на рис.6а, как если бы

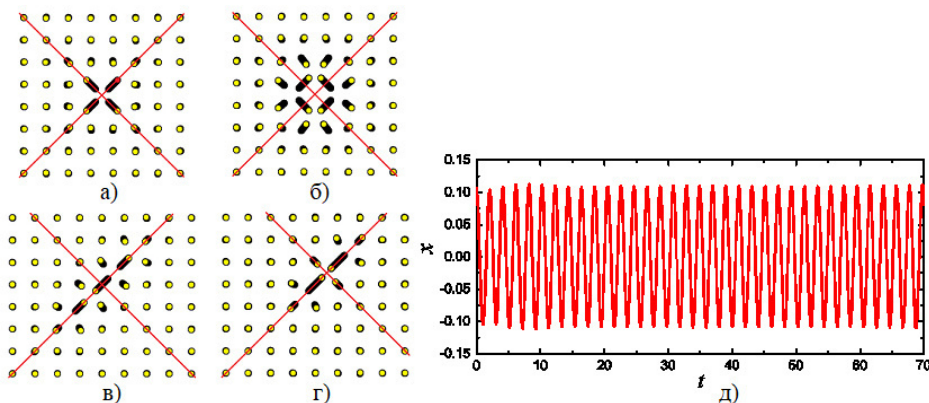
использовался ДНКМ II. На рис.6 ДБ локализован (в) на узле решетки, (а, г) сдвинут на вектор  $(h/2, h/2)$  от узла решетки и (б) сдвинут на вектор  $(3h/2, h/2)$  от узла решетки. Панели (г) на рис.5 и (д) на рис.6 показывают эволюцию во времени  $x$ -компоненты смещения частицы, окрашенной в красный цвет на панели (а). Можно видеть, что стационарные ДБ с постоянной амплитудой колебаний формируются после переходного периода, составляющего около 20 единиц времени или десяти периодов колебаний.



**Рис.5.** Стационарные нуль-мерные ДБ, полученные приложением локализующей функции (7) на ДНКМ I. Перемещения умножены на коэффициент 2. Параметры модели следующие: (а)  $p_1 = 1, p_2 = 0, p_3 = 0, p_4 = 0, A = 0,2, \beta_1 = 1,05, \beta_2 = 1,5$ ; (б)  $p_1 = 1, p_2 = 0, p_3 = h/2, p_4 = 0, A = 0,2, \beta_1 = 1,05, \beta_2 = 1,5$ ; (в)  $p_1 = 1, p_2 = 0, p_3 = 0, p_4 = h/2, A = 0,25, \beta_1 = 1,05, \beta_2 = 1,5$ . ДБ локализованы на пересечении красных линий.

На (г) показана временная эволюция  $x$ -компоненты смещения частицы, окрашенной в красный цвет на (а)

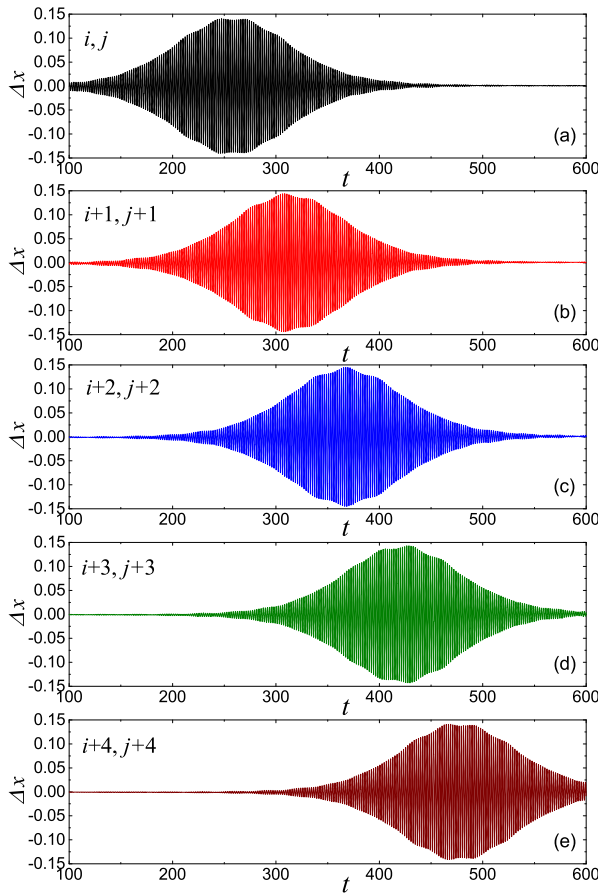
**Fig.5.** Stationary zero-dimensional DBs obtained by applying the localizing function (7) to DNVМ I. The displacements are multiplied by a factor of 2. The model parameters are as follows: (a)  $p_1 = 1, p_2 = 0, p_3 = 0, p_4 = 0, A = 0,2, \beta_1 = 1,05, \beta_2 = 1,5$ ; (b)  $p_1 = 1, p_2 = 0, p_3 = h/2, p_4 = 0, A = 0,2, \beta_1 = 1,05, \beta_2 = 1,5$ ; (c)  $p_1 = 1, p_2 = 0, p_3 = 0, p_4 = h/2, A = 0,25, \beta_1 = 1,05, \beta_2 = 1,5$ . DBs are localized at the intersection of the red lines. (d) shows the time evolution of the  $x$ -component of the displacement of the particle colored red in (a)



**Рис.6.** Стационарные нуль-мерные ДБ, полученные путем наложения локализующей функции (7) на ДНКМ II. Перемещения умножены на коэффициент 2. Параметры модели следующие: (а)  $p_1 = -1, p_2 = 1, p_3 = 0, p_4 = h, A = 0,2, \beta_1 = \beta_2 = 1,11$ ; (б)  $p_1 = -1, p_2 = 1, p_3 = h, p_4 = 0, A = 0,25, \beta_1 = \beta_2 = 1,12$ . ДБ локализованы на пересечении красных линий; (в)  $p_1 = -1, p_2 = 1, p_3 = 0, p_4 = 0, A = 0,2, \beta_1 = 1,3, \beta_2 = 1,12$ ; (г)  $p_1 = -1, p_2 = 1, p_3 = 0, p_4 = h, A = 0,2, \beta_1 = 1,8, \beta_2 = 0,6$ . В (д), показана временная эволюция  $x$ -компоненты смещения частицы, окрашенной в красный цвет для панели (а)

**Fig.6.** Stationary zero-dimensional DBs obtained by superimposing the localizing function (7) on DNVМ II. The displacements are multiplied by a factor of 2. The model parameters are as follows: (a)  $p_1 = -1, p_2 = 1, p_3 = 0, p_4 = h, A = 0,2, \beta_1 = \beta_2 = 1,11$ ; (b)  $p_1 = -1, p_2 = 1, p_3 = h, p_4 = 0, A = 0,25, \beta_1 = \beta_2 = 1,12$ . DBs are localized at the intersection of red lines; (c)  $p_1 = -1, p_2 = 1, p_3 = 0, p_4 = 0, A = 0,2, \beta_1 = 1,3, \beta_2 = 1,12$ ; (d)  $p_1 = -1, p_2 = 1, p_3 = 0, p_4 = h, A = 0,2, \beta_1 = 1,8, \beta_2 = 0,6$ . In (e), the time evolution of the  $x$ -component of the displacement of a particle colored red for panel (a) is shown





**Рис.7.** Перемещение нуль-мерного ДБ, полученного с помощью наложения функции локализации (7) на ДНКМ II. Показана временная эволюция x-компоненты смещения частиц, где: (а)  $i, j$ , (б)  $i + 1, j + 1$ , (в)  $i + 2, j + 2$ , (г)  $i + 3, j + 3$ , (д)  $i + 4, j + 4$ . Параметры модели следующие:  $p_1 = -1, p_2 = 1, p_3 = 0, p_4 = h/2, A = 0,2, \beta_1 = 1,3, \beta_2 = 1,12$

**Fig.7.** Movement of a zero-dimensional DB obtained by imposing the localization function (7) on DNVM II.

The time evolution of the particle displacement x-component is shown, where: (a)  $i, j$ , (b)  $i + 1, j + 1$ , (c)  $i + 2, j + 2$ , (d)  $i + 3, j + 3$ , (e)  $i + 4, j + 4$ .

The model parameters are as follows:  $p_1 = -1, p_2 = 1, p_3 = 0, p_4 = h/2, A = 0,2, \beta_1 = 1.3, \beta_2 = 1.12$

Стационарные ДБ получаются, когда центр локализации находится в высокосимметричном положении решетки. Если центр локализации смещен из высокосимметричного положения решетки, может образоваться движущийся ДБ.

Мы пробовали различные смещения центра локализация для всех полученных одномерных и нульмерных ДБ, и только в одном случае получили движущийся ДБ. Это случай ДБ, показанный на рис.6в, когда центр локализации смещен из положения решетки вдоль линии  $y = x$ . ДБ перемещается вдоль этой линии, как показано на рис.7, на котором представлена x-

составляющая смещения частиц (а)  $i, j$ , (б)  $i + 1, j + 1$ , (в)  $i + 2, j + 2$ , (г)  $i + 3, j + 3$ , (д)  $i + 4, j + 4$ .

Можно видеть, что ДБ проходит через эти частицы по очереди. ДБ, показанные на рис.6в и (г), представляют собой версии движущегося ДБ, локализованные на частице и между двумя соседними частицами, соответственно.

### Заключение

В представленном исследовании нульмерные и одномерные ДБ в квадратной решетке  $\beta$ -FPUT построены путем наложения локализирующих функций к ДНКМ I и II. Эти две ДНКМ входят в число 16 однокомпонентных ДНКМ, полученных Рябовым и Чечиным в [13], и их отличительной особенностью является то, что они имеют частоты выше фононного спектра. Одномерные ДБ локализованы вдоль линии (1), в то время как амплитуды колебаний частиц экспоненциально уменьшаются с удалением от этой линии в соответствии с уравнением (2).

Нульмерные ДБ экспоненциально локализованы на пересечении двух ортогональных линий (4), (5) в соответствии с уравнением (7). Стационарные ДБ получаются путем выбора точки локализации в высокосимметричных точках решетки. Параметры, определяющие степень пространственной локализации, выбираются таким образом, чтобы минимизировать энергию, излучаемую ДБ в течение переходного периода (см. рис.3). Были получены четыре одномерных ДБ на основе ДНКМ I, два из них параллельны линии  $x = \text{const}$ , а два других параллельны линии  $y = \text{const}$ . Были получены два одномерных ДБ на основе ДНКМ II, параллельные линии  $y = x$ , см. рис.4. Были получены три нульмерных ДБ на основе ДНКМ I, локализованные на пересечении линий  $x = \text{const}$  и  $y = \text{const}$  (см. рис.5). Были получены четыре нульмерных ДБ на основе ДНКМ II, локализованных на пересечении линий  $y = x$  и  $y = -x$  (см. рис.6).

Если центр локализации ДБ смещен из высокосимметричного положения решетки, может образоваться движущийся ДБ. Нам удалось привести в движение только один ДБ, показанный на рис.6в, сдвинув точку локализации из положения решетки вдоль линии  $y = x$ .

В целом, в этом исследовании были представлены следующие новые результаты. Впервые метод построения дискретных бризеров был применен к квадратной решетке. В результате впервые были описаны одномерные дис-

кретные бризеры в квадратной решетке. Также было построено несколько новых нульмерных ДБ, включая движущийся ДБ.

Наша работа демонстрирует, что долгоживущие квазибризеры могут быть легко получены путем наложения локализирующих функций к ДНКМ, которые имеют частоты за пределами фононного спектра. Этот метод может быть применен и к трехмерным решеткам.

### Список литературы

1. Dolgov A.S. On localization of oscillations in nonlinear crystal structure // *Sov. Phys. Solid State*. 1986. V. 28. P. 907.
2. Sievers A.J., Takeno S. Intrinsic localized modes in anharmonic crystals // *Phys. Rev. Lett.* 1988. V. 61. P. 970.
3. Page J.B. Asymptotic solutions for localized vibrational modes in strongly anharmonic periodic systems // *Phys. Rev. B*. 1990. V. 41. P. 7835.
4. Flach S., Willis C.R. Discrete breathers // *Phys. Rep.* 1998. V. 295. P. 181–264.
5. Flach S., Gorbach A.V. Discrete breathers – Advances in theory and applications // *Phys. Rep.* 2008. V. 467, Is. 1–3. P. 1–116.
6. Dmitriev S.V., Korznikova E.A., Baimova J.A., Velarde, M.G. Discrete breathers in crystals // *Phys.* 2016. *Usp.* V. 59. P. 446.
7. Sakhnenko V.P., Chechin G.M. Symmetrical selection rules in nonlinear dynamics of atomic systems // *Phys. Dokl.* 1993. V. 38. P. 219.
8. Sakhnenko V.P., Chechin G.M. Bushes of modes and normal modes for nonlinear dynamical systems with discrete symmetry // *Phys. Dokl.* V. 1994. V. 39. P. 625.
9. Chechin G.M., Sakhnenko V.P. Interactions between normal modes in nonlinear dynamical systems with discrete symmetry. Exact results // *Physica D*. 1998. V. 117. P. 43.
10. Krylova K.A., Lobzenko I.P., Semenov A.S., Kudreyko A.A., Dmitriev S.V. Spherically localized discrete breathers in bcc metals V and Nb // *Comp. Mater. Sci.* 2020. V. 180. P. 109695.
11. Babicheva R.I., Semenov A.S., Soboleva E.G., Kudreyko A.A., Zhou K., Dmitriev S.V. Discrete breathers in a triangular  $\beta$ -Fermi-Pasta-Ulam-Tsingou lattice // *Phys. Rev. E*. 2021. V. 103. P. 052202.
12. Ryabov D.S., Chechin G.M., Upadhyaya A., Korznikova E.A., Dubinko V.I., Dmitriev S.V. Delocalized nonlinear vibrational modes of triangular lattices // *Nonlinear Dyn.* 2020. V. 102. P. 2793–2810.
13. Ryabov D.S., Chechin G.M., Naumov E.K., Bebikhov Yu.V., Korznikova E.A., Dmitriev S.V. One-component delocalized nonlinear vibrational modes of square lattices // *Nonlinear Dyn.* 2023. V. 111. P. 8135–8153.
14. Chechin G.M., Dzhelauhova G.S., Mehonoshina E.A. Quasibreathers as a generalization of the concept of discrete breathers // *Phys. Rev. E*. 2006. V. 74. P. 036608.
15. Manley M.E. Impact of intrinsic localized modes of atomic motion on materials properties // *Acta. Mater.* 2010. V. 58. P. 2926–2935.
16. Xiong D., Wang J., Zhang Y., Zhao H. Nonuniversal heat conduction of one-dimensional lattices // *Phys. Rev. E*. 2012. V. 85. P. 020102(R).
17. Cuevas J., Archilla J.F.R., S'anchez-Rey B., Romero F.R. Interaction of moving discrete breathers with vacancies // *Physica D*. 2006. V. 216. P. 115–120.
18. Shimada T., Shirasaki D., Kitamura T.: Stone-Wales transformations triggered by intrinsic localized modes in carbon nanotubes // *Phys. Rev. B*. 2010. V. 81. P. 035401.
19. Terentyev D.A., Dubinko A.V., Dubinko V.I., Dmitriev S.V., Zhurkin, E.E., Sorokin, M.V.: Interaction of discrete breathers with primary lattice defects in bcc Fe // *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.* 2015. V. 23. P. 085007.
20. Bezuglova G.S., Chechin G.M., Goncharov P.P. Discrete breathers on symmetry-determined invariant manifolds for scalar models on the plane square lattice // *Phys. Rev. E*. 2011. V. 84. P. 036606.

### Информация об авторах

Е. К. Наумов – аспирант Института проблем сверхпластичности металлов РАН.

Ю. В. Бебихов – кандидат физико-математических наук, доцент Политехнического института (филиала) в г. Мирном, Северо-Восточный федеральный университет.

С. В. Дмитриев – доктор физико-математических наук, профессор, заведующий лабораторией «Нелинейная динамика молекул и кристаллов» Института физики молекул и кристаллов Уфимского федерального исследовательского центра.

### References

1. Dolgov, A. S. (1986). On localization of oscillations in nonlinear crystal structure. *Sov. Phys. Solid State*, (28), 907.

2. Sievers, A. J. & Takeno, S. (1988). Intrinsic localized modes in anharmonic crystals. *Phys. Rev. Lett.*, (61), 970.
3. Page, J. B. (1990). Asymptotic solutions for localized vibrational modes in strongly anharmonic periodic systems. *Phys. Rev. B*, (41), 7835.
4. Flach, S. & Willis, C. R. (1998). Discrete breathers. *Phys. Rep.*, (295), 181–264.
5. Flach, S. & Gorbach, A. V. (2008). Discrete breathers – Advances in theory and applications. *Phys. Rep.*, (467), 1–116.
6. Dmitriev, S. V., Korznikova, E. A., Baimova, J. A. & Velarde, M. G. (2016). Discrete breathers in crystals. *Phys. Usp.*, (59), 446.
7. Sakhnenko, V. P. & Chechin, G. M. (1993). Symmetrical selection rules in nonlinear dynamics of atomic systems. *Phys. Dokl.*, (38), 219.
8. Sakhnenko, V. P. & Chechin, G. M. (1994). Bushes of modes and normal modes for nonlinear dynamical systems with discrete symmetry. *Phys. Dokl.*, (39), 625.
9. Chechin, G. M. & Sakhnenko, V. P. (1998). Interactions between normal modes in nonlinear dynamical systems with discrete symmetry. Exact results. *Physica D*, (117), 43.
10. Krylova, K. A., Lobzenko, I. P., Semenov, A. S., Kudreyko, A. A. & Dmitriev, S. V. (2020). Spherically localized discrete breathers in bcc metals V and Nb. *Comp. Mater. Sci.*, (180), 109695.
11. Babicheva, R. I., Semenov, A. S., Soboleva, E. G., Kudreyko, A. A., Zhou, K. & Dmitriev, S. V. (2021). Discrete breathers in a triangular  $\beta$ -Fermi-Pasta-Ulam-Tsingou lattice. *Phys. Rev. E*, (103), 052202.
12. Ryabov, D. S., Chechin, G. M., Upadhyaya, A., Korznikova, E. A., Dubinko, V. I. & Dmitriev, S. V. (2020). Delocalized nonlinear vibrational modes of triangular lattices. *Nonlinear Dyn.*, (102), 2793–2810.
13. Ryabov, D. S., Chechin, G. M., Naumov, E. K., Bebikhov, Yu. V., Korznikova, E. A. & Dmitriev, S. V. (2023). One-component delocalized nonlinear vibrational modes of square lattices. *Nonlinear Dyn.*, (111), 8135–8153.
14. Chechin, G. M., Dzhelauhova, G. S. & Mehonoshina, E. A. (2006). Quasibreathers as a generalization of the concept of discrete breathers. *Phys. Rev. E*, (74), 036608.
15. Manley, M. E. (2010). Impact of intrinsic localized modes of atomic motion on materials properties. *Acta Mater.*, (58), 2926–2935.
16. Xiong, D., Wang, J., Zhang, Y. & Zhao, H. (2012). Nonuniversal heat conduction of one-dimensional lattices. *Phys. Rev. E*, (85), 020102(R).
17. Cuevas, J., Archilla, J. F. R., S´anchez-Rey, B. & Romero, F. R. (2006). Interaction of moving discrete breathers with vacancies. *Physica D*, (216), 115–120.
18. Shimada, T., Shirasaki, D. & Kitamura, T. (2010). Stone-Wales transformations triggered by intrinsic localized modes in carbon nanotubes. *Phys. Rev. B*, (81), 035401.
19. Terentyev, D. A., Dubinko, A. V., Dubinko, V. I., Dmitriev, S. V., Zhurkin, E. E. & Sorokin, M. V. (2015). Interaction of discrete breathers with primary lattice defects in bcc Fe. *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.*, (23), 085007.
20. Bezuglova, G. S., Chechin, G. M. & Goncharov, P. P. (2011). Discrete breathers on symmetry-determined invariant manifolds for scalar models on the plane square lattice. *Phys. Rev. E*, (84), 036606.

### Information about the authors

*E. K. Naumov – Graduate-Student, Institute for Metals Superplasticity Problems of RAS.*

*Yu. V. Bebikhov – Candidate of Physical and Mathematical Sciences, Associate Professor, Polytechnic Institute (branch) in Mirny, North-Eastern Federal University.*

*S. V. Dmitriev – Doctor of Physical and Mathematical Sciences, Professor, Head of the Laboratory «Nonlinear Dynamics of Molecules and Crystals», Institute of Molecule and Crystal Physics, Ufa Federal Research Center.*

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.  
The authors declare that there is no conflict of interest.

Статья поступила в редакцию 21.06.2023; одобрена после рецензирования 03.07.2023; принята к публикации 17.07.2023.

The article was received by the editorial board on 21 June 23; approved after reviewing 03 July 23; accepted for publication 17 July 23.

Научная статья

1.3.8. Физика конденсированного состояния (физико-математические науки)

УДК 669.056.91+621.45.038.72

doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.003

**МОРФОЛОГИЯ И СВОЙСТВА Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-СОДЕРЖАЩИХ ПЭО-ПОКРЫТИЙ  
НА СПЛАВЕ МАГНИЯ МА8****Игорь Михайлович Имшинецкий<sup>1</sup>, Виктория Викторовна Кашепа<sup>2†</sup>,  
Константинэ Вахтангович Надараиа<sup>3</sup>, Дмитрий Валерьевич Машталяр<sup>4</sup>,  
Александр Юрьевич Устинов<sup>5</sup>, Сергей Леонидович Синебрюхов<sup>6</sup>,  
Сергей Васильевич Гнеденков<sup>7</sup>**<sup>1, 2, 3, 4, 5, 6, 7</sup> Институт химии ДВО РАН, просп. 100-летия Владивостока, 159, 690022, Владивосток, Россия<sup>1</sup> igorimshin@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-5055-1834><sup>2</sup> kashepavv@gmail.com<sup>†</sup>, <https://orcid.org/0000-0002-1610-095X><sup>3</sup> nadaraiakv@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-7835-2231><sup>4</sup> madiva@inbox.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9645-4936><sup>5</sup> all\_vl@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-4562-017X><sup>6</sup> sls@ich.dvo.ru, <https://orcid.org/0000-0002-0963-0557><sup>7</sup> svg21@hotmail.com, <https://orcid.org/0000-0003-1576-8680>

**Аннотация.** В работе представлены результаты исследования морфологии, состава и свойств покрытий на магниевом сплаве МА8, полученных методом плазменного электролитического оксидирования (ПЭО) в дисперсных электролитах, содержащих наночастицы пентаоксида тантала ( $\beta$ -Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) в различной концентрации. Методами рентгенофазового анализа и рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии в составе покрытий было установлено наличие Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, что говорит об успешном внедрении в покрытие наночастиц из электролита. Установлено, что при повышении концентрации наночастиц в электролите до 8 г/л, наблюдается увеличение толщины покрытий от (42 ± 4) до (56 ± 7) мкм и параметра шероховатости R<sub>a</sub> от (2,5 ± 0,3) до (4,7 ± 0,7) мкм. Наибольшие значения микротвёрдости (3,4 ± 0,4) ГПа и модуля Юнга (80 ± 12) ГПа были продемонстрированы покрытиями, полученными в электролите, содержащем Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> в концентрации 4 г/л, данные значения существенно превышают величины, полученные для базового ПЭО слоя (2,5 ± 0,3) ГПа и (59 ± 10) ГПа, соответственно.

**Ключевые слова:** плазменное электролитическое оксидирование, пентаоксид тантала, защитные покрытия.

**Благодарности:** Работа выполнена в рамках гранта Российского научного фонда № 22-23-00937.

**Для цитирования:** Имшинецкий И.М., Кашепа В.В., Надараиа К.В., Машталяр Д.В., Устинов А.Ю., Синебрюхов С.Л., Гнеденков С.В. Морфология и свойства Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-содержащих ПЭО-покрытий на сплаве магния МА8 // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. 2023. Т. 20, № 3. С. 308–316. doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.003.

Original article

**MORPHOLOGY AND PROPERTIES OF Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-CONTAINING PEO-COATINGS  
ON MA8 MAGNESIUM ALLOY****Igor M. Imshinetskiy<sup>1</sup>, Victoria V. Kashepa<sup>2†</sup>, Konstantine V. Nadaraia<sup>3</sup>, Dmitry V. Mashtalyar<sup>4</sup>,  
Alexander Yu. Ustinov<sup>5</sup>, Sergey L. Sinebryukhov<sup>6</sup>, Sergey V. Gnedenkov<sup>7</sup>**<sup>1, 2, 3, 4, 5, 6, 7</sup> Institute of Chemistry, FEB RAS, 100th anniversary of Vladivostok Ave., 159, Vladivostok, 690022, Russia<sup>1</sup> igorimshin@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-5055-1834><sup>2</sup> kashepavv@gmail.com<sup>†</sup>, <https://orcid.org/0000-0002-1610-095X><sup>3</sup> nadaraiakv@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-7835-2231><sup>4</sup> madiva@inbox.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9645-4936>

<sup>5</sup> all\_vl@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-4562-017X>

<sup>6</sup> sls@ich.dvo.ru, <https://orcid.org/0000-0002-0963-0557>

<sup>7</sup> svg21@hotmail.com, <https://orcid.org/0000-0003-1576-8680>

**Abstract.** In the present study, the morphology, composition, and properties of coatings obtained on magnesium alloy MA8 by plasma electrolytic oxidation (PEO) in disperse electrolytes containing nanoparticles of tantalum pentoxide ( $\beta$ -Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) in various concentrations are studied. The presence of the tantalum oxide in the coatings was confirmed by X-Ray diffraction analysis and X-Ray photoelectron spectroscopy, which indicates the successful incorporation of nanoparticles from electrolyte into the coatings. It was found that with an increase in the concentration of nanoparticles in the electrolyte up to 8 g/l, an increase in the thickness from  $(42 \pm 4)$  to  $(56 \pm 7)$   $\mu\text{m}$  and roughness parameter  $R_a$  from  $(2.5 \pm 0.3)$  up to  $(4.7 \pm 0.7)$   $\mu\text{m}$  of coatings is observed. The highest values of microhardness  $(3.4 \pm 0.4)$  GPa and Young's modulus  $(80 \pm 12)$  GPa were demonstrated by coatings obtained in an electrolyte containing 4 g/l of Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, these values significantly exceed the values obtained for the base PEO-layer:  $(2.5 \pm 0.3)$  GPa and  $(59 \pm 10)$  GPa, respectively.

**Keywords:** plasma electrolytic oxidation, tantalum pentoxide, protective coatings.

**Acknowledgements:** The work is carried out within the framework of the project of the Russian Science Foundation No. 22-23-00937.

**For citation:** Imshinetskiy, I. M., Kashepa, V. V., Nadaraia, K. V., Mashtalyar, D. V., Ustinov A. Yu., Sinebryukhov, S. L. & Gnedenkov, S. V. (2023). Morphology and properties of Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-containing PEO-coatings on MA8 magnesium alloy. *Fundamental'nye problemy sovremennoy materialovedeniya (Basic Problems of Material Science (BPMS))*, 20(3), 308–316. (In Russ.). doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.003.

## Введение

Сплавы магния находят применение во множестве отраслей промышленности за счет своих уникальных свойств. Низкая плотность делает магниевые сплавы одним из перспективных материалов при проектировании и изготовлении облегченных конструкций и деталей машин [1]. Помимо общеинженерных областей использования, магниевые сплавы также представляют интерес в качестве материала для биоразлагаемых имплантатов в медицине [2].

Независимо от области применения данного металла и сплавов на его основе, существует ряд ограничений, обусловленных электрохимической активностью этих материалов. Одним из наиболее существенных недостатков является высокая химическая активность магния и его сплавов, и как следствие, повышенная скорость коррозии. Помимо этого, магниевые сплавы характеризуются низкой износостойкостью, что также ограничивает их использование.

Наиболее эффективным подходом к решению вышеупомянутых проблем является нанесение функциональных покрытий различного состава. В частности, такие поверхностные слои могут обеспечивать антифрикционные [3], антикоррозионные [4] и биоактивные свойства [5]. Одним из методов формирования покрытий, обеспечивающих создание антикоррозионных износостойких слоев, является плазменное электролитическое оксидирование (ПЭО).

Данный метод позволяет получать керамикоподобные гетерооксидные покрытия, свойства которых могут варьироваться в зависимости от состава подложки и химического состава используемых электролитов, а также условий протекания процесса. Одним из направлений в создании многофункциональных ПЭО-покрытий основано на использовании различных наноматериалов в составе формирующего электролита, что позволяет формировать слои с различными свойствами: фотокаталитическими [6], антибактериальными [7], остеоиндуктивными [8].

Пентаоксид тантала широко изучается в биомедицине в качестве антибактериального [9] и стимулирующего остеогенез [10] компонента. В связи с чем особенный научный интерес представляют ПЭО-покрытия на магниевых сплавах, содержащие Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Такие покрытия перспективны в качестве защитных слоев для биоразлагаемых имплантатов, способных снизить скорость протекания коррозионных процессов, улучшить их остеоинтеграцию, снизить вероятность развития воспаления. Таким образом, исследования ПЭО-покрытий, модифицированных наночастицами пентаоксида тантала, представляют практическую значимость для современной биомедицины и медицинского материаловедения.

В статье излагаются результаты исследования морфологической структуры и свойств

ПЭО-покрытий, полученных в электролитах, содержащих наночастицы пентаоксида тантала.

### Материалы и методика исследования

В качестве подложки использовались пластины из магниевого сплава МА8 (в масс. %: 1,30 Mn; 0,15 Ce; остальное – Mg) размером  $20 \times 15 \times 2$  мм. Унификация поверхности проводилась с помощью ее обработки на шлифовально-полировальном станке с постепенным уменьшением зернистости абразива наждачной бумаги от P600 до P1200. Отшлифованные образцы очищались в ультразвуковой ванне, заполненной деионизированной водой, затем обезжиривались изопропиловым спиртом.

Основываясь на положительных результатах предыдущих исследований [11, 12], в качестве базового электролита был выбран водный раствор NaF (5 г/л) и  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  (20 г/л). В работе использовались наночастицы  $\beta\text{-Ta}_2\text{O}_5$  с ромбической сингонией размером до 200 нм (CAS № 1314-61-0, Редкийметалл.рф), которые добавлялись в базовый электролит в концентрации 0, 2, 4, 6, и 8 г/л. В этой связи, образцы с ПЭО-покрытиями далее по тексту обозначены T0, T2, T4, T6 и T8, соответственно. В качестве стабилизирующего агента использовался додецилсульфат натрия ( $\text{Na}_2\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{SO}_4$ ) в концентрации 0,25 г/л. Диспергирование наночастиц пентаоксида тантала осуществлялось с помощью ультразвукового гомогенизатора Sonopulse HD 3200 (Bandelin, Германия).

Процесс формирования покрытий проводился в двухстадийном биполярном режиме ПЭО, суммарное время окислирования составляло 800 с. На первой стадии продолжительностью 200 с анодная компонента была зафиксирована гальваностатически при плотности тока  $0,8 \text{ A/cm}^2$ , катодная компонента – потенциостатически при -30 В. На второй стадии длительностью 600 с анодная компонента была также зафиксирована гальваностатически при той же плотности тока, а катодная компонента изменялась потенциодинамически от -30 В до -10 В со скоростью  $0,03 \text{ В/с}$ . Частота поляризующего сигнала составляла 300 Гц. Температура электролита поддерживалась на уровне  $10^\circ\text{C}$  при помощи чиллера Smart H150-3000 (LabTech, Италия).

Анализ морфологии полученных покрытий проводился с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) Sigma 300 (Carl

Zeiss, Германия) в режимах фиксации обратно рассеянных электронов (ОРЭ) и вторичных электронов (ВЭ).

Параметр шероховатости покрытий ( $R_a$ ) был определен с помощью метода оптической лазерной профилометрии на установке M370 (Princeton Applied Research, США).

Элементный состав полученных покрытий исследовали методом энергодисперсионного рентгенофлуоресцентного анализа на спектрометре EDX-800HS (Shimadzu, Япония). Элементное картирование поверхности осуществлялось с помощью энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС) на аналитической приставке INCA X-act (Oxford Instruments, США).

Фазовый состав полученных покрытий определялся методом рентгенофазового анализа (РФА) на рентгеновском дифрактометре Bruker D8 ADVANCE (Bruker, США). Дифрактограммы регистрировали в диапазоне  $5\text{-}90^\circ$  ( $2\theta$ ) с шагом  $0,02^\circ/\text{с}$  с использованием  $\text{CuK}\alpha$ -излучения, при напряжении на 40 кВ и токе 40 мА.

Оценка химического состояния элементов, входящих в состав полученных покрытий проводилась методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС). Для получения РФЭС-спектра использовался спектрометрический комплекс с установкой RHOIBOS-150 (SPECS, Германия) с использованием  $\text{AlK}\alpha$ -излучения. При получении обзорных спектров ширина энергетического окна составляла 50 эВ, шаг съемки  $0,1 \text{ эВ}$ . Для спектров высокого разрешения ширина энергетического окна была снижена до  $1 \text{ эВ}$ . Калибровка энергетической шкалы осуществлялась по пикам углеводов  $\text{C } 1s$  ( $E_b = 285,0 \text{ эВ}$ ). Для послойного анализа покрытия использовалось травление ионами  $\text{Ar}^+$  с энергией 5000 эВ в течение 5 минут. Толщина стравливаемого слоя составляла около  $10 \text{ \AA}$ .

Микротвёрдость ( $H_\mu$ ) и модуль Юнга поперечных шлифов покрытий были установлены с помощью динамического ультрамикротвердомера DUN-W201 (Shimadzu, Япония), оснащенного трехгранной алмазной пирамидой Берковича с углом при вершине  $115^\circ$ .

### Результаты и их обсуждение

Анализ СЭМ-изображений ПЭО-покрытий (рис.1) показывает, что морфология поверхности имеет характерный для ПЭО-слоев внеш-

ний вид, отличительной особенностью которых являются «кратерообразные» разрядные каналы. Поверхность базового ПЭО-покрытия не имеет заметных включений, что следует из изображений, снятых как в режиме регистрации ОРЭ, так и ВЭ. На изображениях покрытий, полученных в электролитах с Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, в режиме регистрации ОРЭ наблюдаются участки с различной яркостью (рис.1б,г,е,з,к), что, вероятно всего, обусловлено различием состава исследуемых покрытий. Более светлые области, предположительно, соответствуют агломератам Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, как фазе, содержащей наиболее тяжелые элементы, в сравнении с базовым ПЭО-слоем, состоящим преимущественно из оксида более легкого магния.

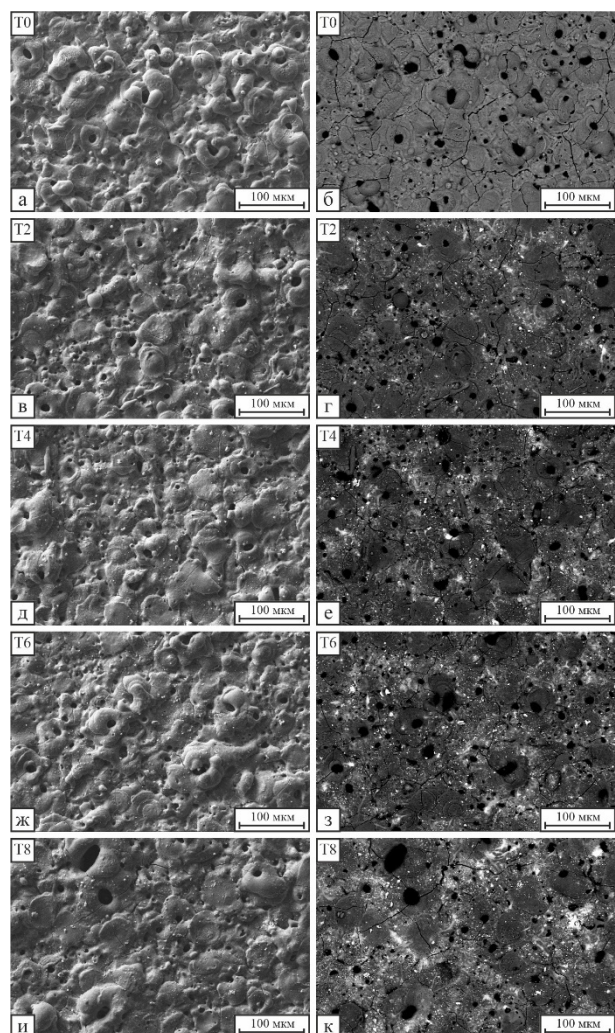


Рис.1. СЭМ-изображение поверхности образцов в ВЭ (а, в, д, ж, и) и ОРЭ (б, г, е, з, к) режимах

Fig.1. SEM images of the samples surfaces in SE (a, в, д, ж, и) and BSE (b, г, е, з, к) modes

Содержание более тяжелой фазы на поверхности покрытий постепенно возрастает на образцах от Т2 до Т8, что обусловлено ростом интенсивности внедрения наночастиц Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> в гетерооксидный слой с увеличением их концентрации в электролите. В свою очередь, областей со схожей контрастностью на поверхности покрытия Т0 (рис.1б), не наблюдается, что связано с отсутствием в составе покрытий более тяжелых фаз.

Исходя из анализа изображений поперечных шлифов (рис.2), полученные покрытия характеризуются большим количеством пор и полостей. Стоит отметить, что шероховатость, как и толщина (таблица 1), возрастают для исследуемых слоев с увеличением концентрации наночастиц Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> в электролите.

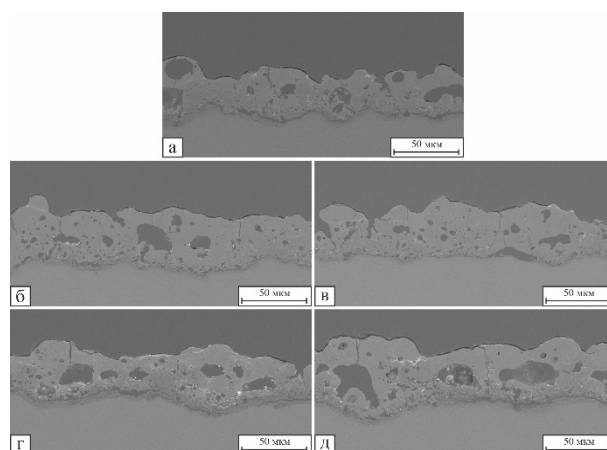


Рис.2. СЭМ-изображение поперечных шлифов полученных покрытий Т0(а), Т2(б), Т4(в), Т6(г), Т8(д)

Fig.2. SEM-images of cross-sections of the T0(a), T2(b), T4(c), T6(d), T8(e) coatings

Таблица 1. Шероховатость ( $R_a$ ) и толщина полученных покрытий

Table 1. Roughness ( $R_a$ ) and thickness of the obtained coatings

Образец	$R_a$ , мкм	Толщина, мкм
T0	$2,5 \pm 0,3$	$42 \pm 4$
T2	$3,5 \pm 0,6$	$45 \pm 5$
T4	$4,0 \pm 0,3$	$47 \pm 7$
T6	$4,3 \pm 0,4$	$51 \pm 6$
T8	$4,7 \pm 0,7$	$56 \pm 7$

Полученные значения шероховатости согласуются с выводами, сделанными при анализе СЭМ-изображений: наибольшие значения  $R_a$  наблюдаются для покрытий, сформированных в

электролитах с высоким содержанием пентаоксида тантала (Т4 – Т8), что обусловлено внедрением наночастиц в поверхностные слои и их влиянием на протекание ПЭО-процесса. Включение наночастиц пентаоксида тантала в процессе оксидирования приводит к повышению сопротивления слоя и, как следствие, к более высокому формовочному напряжению. Что приводит к увеличению энергии плазменных разрядов, толщины, пористости и шероховатости ПЭО-покрытий.

В таблице 2 представлены результаты элементного анализа полученных покрытий. Основными компонентами полученных слоев являются Mg, O и Si. Магний составляет основу

используемой подложки, в то время как кремний и кислород входят в состав силикатов и оксида магния, которые являются продуктами взаимодействия подложки с компонентами базового электролита. Наличие тантала обусловлено внедрением частиц  $Ta_2O_5$  в покрытие в ходе ПЭО. Его содержание последовательно увеличивается при повышении концентрации наночастиц в электролите, что согласуется с данными, полученными методом СЭМ в режиме регистрации (ОРЭ). Присутствие марганца связано с его наличием в составе сплава МА8 в качестве легирующего элемента. Содержание натрия на поверхности покрытий обусловлено его сорбцией из электролита [13].

Таблица 2. Элементный состав полученных покрытий

Table 2. The elemental composition of the obtained coatings

Образец	Концентрация элементов, ат. %						
	O	Mg	Si	Na	Ta	Mn	Другие
T0	54,8	28,7	11,1	2,4	0,0	0,7	2,3
T2	54,6	27,5	11,5	2,1	0,9	0,7	2,7
T4	55,7	25,9	11,8	2,7	1,6	0,6	1,7
T6	57,0	24,8	13,0	2,5	1,7	0,7	0,3
T8	55,8	24,1	12,5	2,8	1,9	0,8	2,1

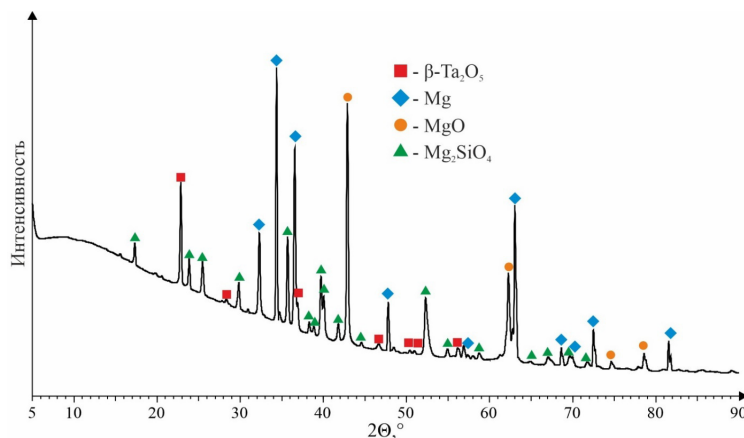


Рис.3. Рентгеновская дифрактограмма образца Т8

Fig.3. The X-ray diffraction pattern of the T8 sample

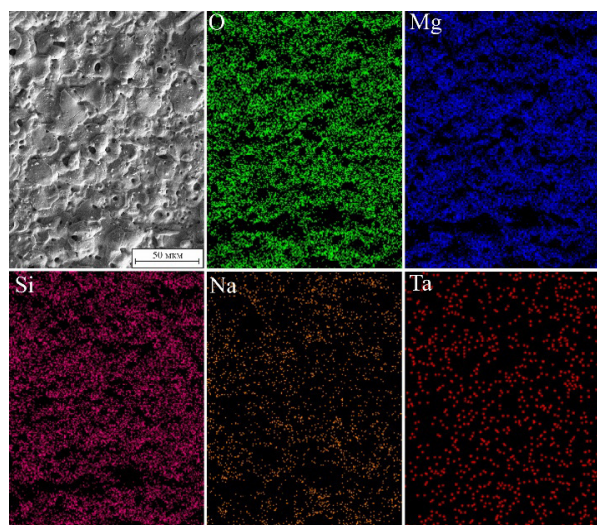
На дифрактограмме образца Т8 (рис.3) наиболее интенсивные рефлексы соответствуют магнию, а также основным компонентам ПЭО-слоя: MgO и  $Mg_2SiO_4$ . Присутствие магния на рентгенограмме обусловлено составом подложки и связано с низкой отражательной способностью рентгеновских лучей материалом покрытия. Металлический Mg в покрытии отсутствует, что обусловлено жесткими условиями, реализуемыми в каналах плазменных пробоев при ПЭО (температура достигает 10000 К,

давление 100 МПа), и согласуется с результатами предшествующих работ [14]. Наибольший интерес представляют пики, соответствующие ромбической сингонии  $\beta-Ta_2O_5$ , которые подтверждают успешное внедрение наночастиц в материал покрытия. Следует отметить, что кристаллическая структура  $Ta_2O_5$  не претерпела изменений в ходе ПЭО процесса.

Карты распределения элементов по поверхности образца Т6 представлены на рис.4. При сопоставлении СЭМ-изображения и карты



распределения тантала можно сделать вывод, что области с повышенной концентрацией тантала, отвечают агломератам на поверхности ПЭО-слоя.



**Рис.4.** СЭМ-изображение и карты распределения элементов по поверхности образца Т6

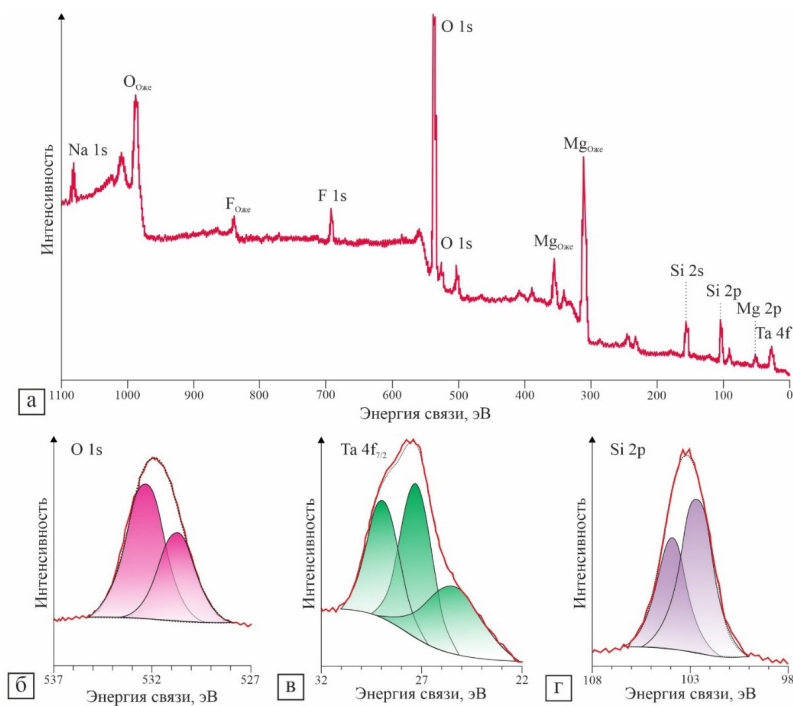
**Fig.4.** SEM image and maps of the elements' distribution over the surface of the T6 sample

На рис.5 представлены результаты, полученные методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии. Согласно значениям энер-

гии связи, кислород входит в состав оксидных соединений (таблица 3). Содержание кремния в верхней части покрытия достигает 16,3 ат. %, его состояние характеризуется степенью окисления +4 ( $E_{св}$  Si 2p = 103,1 эВ). В таком химическом состоянии Si может присутствовать в форме SiO<sub>4</sub><sup>2-</sup>. Значительное количества магния, судя по энергии связи, присутствует в виде MgO и силикатов [15]. Тантал в покрытии присутствует в виде оксида Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Наличие углерода обусловлено сорбцией его соединений из атмосферы и наличием органических загрязнений. Также фиксируется наличие натрия и фтора, вероятно, в составе NaF, сорбированного на поверхности из электролита.

После стравливания верхнего слоя наблюдаемые спектры не претерпевают существенных изменений, содержание элементов и их состояния практически не отличаются от таковых в верхнем слое, за исключением углерода, основная масса соединений которого удаляется вместе с верхним слоем покрытия.

Основываясь на представленных данных, можно сделать вывод, что покрытие состоит преимущественно из MgO и Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>, а также небольшого количества Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Соединения натрия и углерода присутствуют в следовом виде на поверхности.



**Рис.5.** Обзорный РФЭС-спектр образца Т6 после травления (а), РФЭС-спектры высокого разрешения для полос O 1s (б), Ta 4f (в), и Si 2p (г)

**Fig.5.** The survey XPS spectrum of the T6 sample after etching (a), high-resolution XPS spectra for bands O 1s (b), Ta 4f (c), and Si 2p (d)

**Таблица 3.** Энергия связи (эВ) и относительное содержание элементов (ат. %) на поверхности образца Т8 до и после  $\text{Ar}^+$ -травления**Table 3.** Banding energy (eV) of elements and their content (at. %) before and after the  $\text{Ar}^+$ -etching of the T8 sample

Образец	Фотоэлектронная линия	Na (1s)	F (1s)	O (1s)	C (1s)	Ta ( $4d_{5/2}$ )	Si (2p)	Mg (2p)	Ta ( $4f_{7/2}$ )
до травления	Энергия связи, эВ	1071,6	685,1	532,4 530,9	288,7 286,4 285,0	230,9	103,1	50,9	28,5
	Содержание, ат. %	5,9	3,6	32,1 18,1	0,5 2,2 11,0	0,7	16,3	9,6	–
после травления $\text{Ar}^+$	Энергия связи, эВ	1071,5	685,0	532,3 530,8	– – 285,0 283,4	230,6	103,1	51,0	28,2
	Содержание, ат. %	4,2	4,7	33,6 22,4	– – 1,3 0,9	1,0	19,8	12,1	–
	Форма нахождения элемента	$\text{Na}^+$	$\text{M}^*\text{Fx}$	$\text{O}^{2-}$ $\text{M}^*\text{Ox}$	OCO COC CC MCx	$\text{Ta}_2\text{O}_5$	$\text{Si}^{4+}$	$\text{Mg}^{2+}$	$\text{Ta}_2\text{O}_5$

\*М – металлы

Образцы, содержащие наночастицы, показали более высокие значения микротвердости и модуля упругости (таблица 4). Основной причиной данной тенденции является частичное запечатывание пор ПЭО-покрытий и присутствие твердой фазы пентаоксида тантала.

**Таблица 4.** Микротвердость и модуль Юнга полученных покрытий**Table 4.** Microhardness and Young's modulus of the obtained coatings

Образец	$H_{\mu}$ , ГПа	Модуль Юнга, ГПа
T0	$2,5 \pm 0,3$	$59 \pm 10$
T2	$2,7 \pm 0,4$	$63 \pm 12$
T4	$3,3 \pm 0,4$	$79 \pm 15$
T6	$3,4 \pm 0,6$	$80 \pm 12$
T8	$3,1 \pm 0,5$	$74 \pm 13$

Для образцов Т8 наблюдается снижение микротвердости и модуля Юнга, обусловленное увеличением пористости формируемых покрытий, на что также указывают СЭМ изображения поперечных шлифов (рис.2).

### Заключение

В настоящей работе были сформированы ПЭО-покрытия в электролитах, содержащих наночастицы пентаоксида тантала.

Успешное внедрение наночастиц было подтверждено методами СЭМ, РФА, ЭДС и РФЭС. В частности, содержание тантала, вхо-

дящего в состав соединений покрытия, сформированного в электролите с содержанием 8 г/л наночастиц  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ , достигает 1,95 ат. %. Интенсивность внедрения наночастиц в покрытие возрастает с увеличением их концентрации в электролите.

Добавление наночастиц пентаоксида тантала в рабочий электролит оказывает влияние на морфологию, толщину, шероховатость и механические характеристики получаемых покрытий. Внедрение наночастиц и их агломератов, приводит к увеличению параметра шероховатости ( $R_a$ ) поверхности: данный параметр возрос от ( $2,5 \pm 0,3$ ) мкм для покрытия, сформированного в электролите без наночастиц, до ( $4,7 \pm 0,7$ ) мкм для покрытия, сформированного в электролите, содержащем 8 г/л пентаоксида тантала, соответственно. Толщина покрытий также возрастает в ряду Т0–Т8, от ( $42 \pm 4$ ) мкм до ( $56 \pm 7$ ) мкм.

Наибольшую микротвердость и модуль Юнга продемонстрировали покрытия, полученные в электролите, содержащем 6 г/л  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ . Значения микротвердости по сравнению с базовым ПЭО-слоем возросли от ( $2,5 \pm 0,3$ ) ГПа до ( $3,4 \pm 0,6$ ) ГПа, в свою очередь значения модуля Юнга возросли от ( $59 \pm 10$ ) ГПа до ( $80 \pm 12$ ) ГПа.

Покрытия, полученные в данной работе, перспективны в качестве защитных слоев для магниевых имплантатов благодаря их развитой морфологии и значительному содержанию пентаоксида тантала.

## Список литературы

1. Kulekci M.K. Magnesium and its alloys applications in automotive industry // *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2008. V. 39, N 9–10. P. 851–865.
2. Bairagi D., Mandal S. A comprehensive review on biocompatible Mg-based alloys as temporary orthopaedic implants: Current status, challenges, and future prospects // *Journal of Magnesium and Alloys*. 2022. V. 10, N 3. P. 627–669.
3. Mashtalyar D.V., Nadaraia K.V., Belov E.A., et al. Features of Composite Layers Created Using an Aqueous Suspension of a Fluoropolymer // *Polymers*. 2022. V. 14, N 21. P. 4667.
4. Rotella G., Candamano S. Fabrication and characterization of zeolite coatings on aluminum and magnesium alloys // *Engineering Science and Technology, an International Journal*. 2020. V. 23, N 5. P. 1273–1278.
5. Seitz J.-M., Bormann U., Collier K., et al. Application of a Bioactive Coating on Resorbable, Neodymium Containing Magnesium Alloys, and Analyses of their Effects on the In Vitro Degradation Behavior in a Simulated Body Fluid // *Advanced Engineering Materials*. 2012. V. 14, N 6. P. B311–B321.
6. Mashtalyar D.V., Imshinetskiy I.M., Nadaraia K.V., et al. Effect of  $TiO_2$  nanoparticles on the photocatalytic properties of PEO coatings on Mg alloy // *Journal of Magnesium and Alloys*. 2022. V. 11, Is. 2. P. 735–752.
7. Mashtalyar D.V., Nadaraia K.V., Plekhova N.G., et al. Antibacterial Ca/P-coatings formed on Mg alloy using plasma electrolytic oxidation and antibiotic impregnation // *Materials Letters*. 2022. V. 317. P. 132099.
8. Lederer S., Sankaran S., Smith T., Fürbeth W. Formation of bioactive hydroxyapatite-containing titania coatings on CP-Ti 4+ alloy generated by plasma electrolytic oxidation // *Surface and Coatings Technology*. 2019. V. 363. P. 66–74.
9. Huang H.-L., Tsai M.-T., Lin Y.-J., Chang Y.-Y. Antibacterial and biological characteristics of tantalum oxide coated titanium pretreated by plasma electrolytic oxidation // *Thin Solid Films*. 2019. V. 688. P. 137268.
10. Lu T., Wen J., Qian S., et al. Enhanced osteointegration on tantalum-implanted polyetheretherketone surface with bone-like elastic modulus // *Biomaterials*. 2015. V. 51. P. 173–183.
11. Mashtalyar D.V., Sinebryukhov S.L., Imshinetskiy I.M., et al. Hard wearproof PEO-coatings formed on Mg alloy using  $TiN$  nanoparticles // *Applied Surface Science*. 2020. V. 503. P. 144062.
12. Gnedenkov S.V., Khrisanova O.A., Zavidnaya A.G., et al. PEO coatings obtained on an Mg–Mn type alloy under unipolar and bipolar modes in silicate-containing electrolytes // *Surface and Coatings Technology*. 2010. V. 204, N 14. P. 2316–2322.
13. Barati Darband G., Aliofkhaeizadeh M., Hamghalam P., Valizade N. Plasma electrolytic oxidation of magnesium and its alloys: Mechanism, properties and applications // *Journal of Magnesium and Alloys*. 2017. V. 5, N 1. P. 74–132.
14. Hussein R.O., Nie X., Northwood D.O., et al. Spectroscopic study of electrolytic plasma and discharging behaviour during the plasma electrolytic oxidation (PEO) process // *Journal of Physics D: Applied Physics*. 2010. V. 43, N 10. P. 105203.
15. Ardizzone S., Bianchi C.L., Fadoni M., Vercelli B. Magnesium salts and oxide: an XPS overview // *Applied Surface Science*. 1997. V. 119, N 3–4. P. 253–259.

## Информация об авторах

И. М. Имшинецкий – кандидат химических наук, старший научный сотрудник Института химии ДВО РАН.

В. В. Кашепа – инженер I категории Института химии ДВО РАН.

К. В. Надараия – кандидат химических наук, старший научный сотрудник Института химии ДВО РАН.

Д. В. Масhtаляр – доктор химических наук, заведующий лабораторией композиционных покрытий биомедицинского назначения Института химии ДВО РАН.

А. Ю. Устинов – доктор физико-математических наук, заведующий лабораторией электронного строения и квантовохимического моделирования Института химии ДВО РАН.

С. Л. Синебрюхов – член-корреспондент РАН, доктор химических наук, заместитель директора Института химии ДВО РАН.

С. В. Гнеденков – член-корреспондент РАН, доктор химических наук, директор Института химии ДВО РАН.

## References

1. Kulekci, M. K. (2008). Magnesium and its alloys applications in automotive industry. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 39(9–10), 851–865.

2. Bairagi, D. & Mandal, S. (2022). A comprehensive review on biocompatible Mg-based alloys as temporary orthopaedic implants: Current status, challenges, and future prospects. *Journal of Magnesium and Alloys*, 10(3), 627–669.

3. Mashtalyar, D. V., Nadaraia, K. V., Belov,

- E. A., Imshinetskiy, I. M., Sinebrukhov, S. L. & Gnedenkov, S. V. (2022). Features of Composite Layers Created Using an Aqueous Suspension of a Fluoropolymer. *Polymers*, 14(21), 4667.
4. Rotella, G. & Candamano, S. (2020). Fabrication and characterization of zeolite coatings on aluminum and magnesium alloys. *Engineering Science and Technology, an International Journal*, 23(5), 1273–1278.
5. Seitz, J.-M., Bormann, U., Collier, K., Wulf, E., Eifler, R. & Bach, F. W. (2012). Application of a Bioactive Coating on Resorbable, Neodymium Containing Magnesium Alloys, and Analyses of their Effects on the In Vitro Degradation Behavior in a Simulated Body Fluid. *Advanced Engineering Materials*, 14(6), B311–B321.
6. Mashtalyar, D. V., Imshinetskiy, I. M., Nadaraia, K. V., Gnedenkov, A. S., Suchkov, S. N., Opra, D. P., Pustovalov, E. V., Ustinov, A. Yu., Sinebryukhov, S. L. & Gnedenkov, S. V. (2022). Effect of TiO<sub>2</sub> nanoparticles on the photocatalytic properties of PEO coatings on Mg alloy. *Journal of Magnesium and Alloys*, 11(2), 735–752.
7. Mashtalyar, D. V., Nadaraia, K. V., Plekhova, N. G., Imshinetskiy, I. M., Piatkova, M. A., Pleshkova, A. I., Kislova, S. E., Sinebryukhov, S. L. & Gnedenkov, S. V. (2022). Antibacterial Ca/P-coatings formed on Mg alloy using plasma electrolytic oxidation and antibiotic impregnation. *Materials Letters*, 317, 132099.
8. Lederer, S., Sankaran, S., Smith, T. & Fürbeth, W. (2019). Formation of bioactive hydroxyapatite-containing titania coatings on CP-Ti 4+ alloy generated by plasma electrolytic oxidation. *Surface and Coatings Technology*, 363, 66–74.
9. Huang, H.-L., Tsai, M.-T., Lin, Y.-J. & Chang, Y.-Y. (2019). Antibacterial and biological characteristics of tantalum oxide coated titanium pretreated by plasma electrolytic oxidation. *Thin Solid Films*, 688, 137268.
10. Lu, T., Wen, J., Qian, S., Cao, H., Ning, C., Pan, X., Jiang, X., Liu, X. & Chu, P. K. (2015). Enhanced osteointegration on tantalum-implanted polyetheretherketone surface with bone-like elastic modulus. *Biomaterials*, 51, 173–183.
11. Mashtalyar, D. V., Sinebryukhov, S. L., Imshinetskiy, I. M., Gnedenkov, A. S., Nadaraia, K. V., Ustinov, A. Y. & Gnedenkov, S. V. (2020). Hard wearproof PEO-coatings formed on Mg alloy using TiN nanoparticles. *Applied Surface Science*, 503, 144062.
12. Gnedenkov, S. V., Khrisanfova, O. A., Zavidnaya, A. G., Sinebryukhov, S. L., Egorkin, V. S., Nistratova, M. V., Yerokhin, A. & Matthews, A. (2010). PEO coatings obtained on an Mg–Mn type alloy under unipolar and bipolar modes in silicate-containing electrolytes. *Surface and Coatings Technology*, 204(14), 2316–2322.
13. Barati Darband, G., Aliofkhaeaei, M., Hamghalam, P. & Valizade, N. (2017). Plasma electrolytic oxidation of magnesium and its alloys: Mechanism, properties and applications. *Journal of Magnesium and Alloys*, 5(1), 74–132.
14. Hussein, R. O., Nie, X., Northwood, D. O., Yerokhin, A. & Matthews, A. (2010). Spectroscopic study of electrolytic plasma and discharging behaviour during the plasma electrolytic oxidation (PEO) process. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 43(10), 105203.
15. Ardizzone, S., Bianchi, C. L., Fadoni, M. & Vercelli, B. (1997). Magnesium salts and oxide: an XPS overview. *Applied Surface Science*, 119(3–4), 253–259.

#### Information about the authors

I. M. Imshinetskiy – Candidate of Chemical Sciences, Senior Research Officer of the Institute of Chemistry, FEB RAS.

V. V. Kashepa – Engineer of the 1<sup>st</sup> category of the Institute of Chemistry, FEB RAS.

K. V. Nadaraia – Candidate of Chemical Sciences, Senior Research Officer of the Institute of Chemistry, FEB RAS.

D. V. Mashtalyar – Doctor of Sciences in Chemistry, Head of the Laboratory of composite coatings for biomedical applications of the Institute of Chemistry, FEB RAS.

A. Yu. Ustinov – Doctor of Sciences in Physics and Mathematics, Head of the Laboratory of the electronic structure and quantum-chemical modeling of the Institute of Chemistry, FEB RAS.

S. L. Sinebryukhov – Corresponding Member of the Russian Academy of Sciences, Doctor of Sciences in Chemistry, Deputy Director of the Institute of Chemistry, FEB RAS.

S. V. Gnedenkov – Corresponding Member of the Russian Academy of Sciences, Doctor of Sciences in Chemistry, Director of the Institute of Chemistry, FEB RAS.

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.  
The authors declare that there is no conflict of interest.

Статья поступила в редакцию 06.03.2023; одобрена после рецензирования 15.05.2023; принята к публикации 30.06.2023.

The article was received by the editorial board on 06 Mar. 23; approved after reviewing 15 May 23; accepted for publication 30 June 23.

Научная статья

1.3.8. Физика конденсированного состояния (физико-математические науки)

УДК 669.112:539.4:669.539.382

doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.004

## ФОРМИРОВАНИЕ МИКРО- И НАНОСТРУКТУР ПРИ ЭЛЕКТРОВЗРЫВНОМ КАРБОБОРИРОВАНИИ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ ПО МЕХАНИЗМУ ГИДРОДИНАМИЧЕСКИХ НЕУСТОЙЧИВОСТЕЙ

Сергей Андреевич Невский<sup>1†</sup>, Владимир Дмитриевич Сарычев<sup>2</sup>,  
Алексей Юрьевич Грановский<sup>3</sup>, Людмила Петровна Башенко<sup>4</sup>, Виктор Евгеньевич Громов<sup>5</sup>

<sup>1, 2, 3, 4, 5</sup> Сибирский государственный индустриальный университет, ул. Кирова, 42, 654007, Новокузнецк, Россия

<sup>1</sup> nevskiy.sergei@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0001-7032-9029>

<sup>2</sup> sarychev\_vd@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-4861-0778>

<sup>3</sup> legatokun@gmail.com, <https://orcid.org/0009-0006-4583-8431>

<sup>4</sup> luda.baschenko@gmail.com, <http://orcid.org/0000-0003-1878-909X>

<sup>5</sup> gromov@physics.sibsiu.ru, <https://orcid.org/0000-0002-5147-5343>

**Аннотация.** Проведено исследование формирования микро- и нанокристаллических поверхностных слоев сплавов при воздействии гетерогенных плазменных потоков по механизму возникновения и развития неустойчивости Кельвина-Гельмгольца на примере систем Ti–B и Ti–C–B. Особое внимание уделялось начальной стадии ее развития, когда возмущения границы раздела сред считались синусоидальными. Течение первой и второй среды считались вязко-потенциальными. Из дисперсионного уравнения возмущений границы раздела сред была получена зависимость скорости роста возмущений от волнового числа. Ее анализ показал, что в плоскости параметров ( $\epsilon$ ,  $m$ ) существует восемь областей, в которых она может быть аппроксимирована приближенными зависимостями:  $\alpha_{I-IV}$ ,  $\alpha'_{I-IV}$ . Из данных зависимостей получены связи волнового числа, на которое приходится максимум скорости роста возмущений и характеристик материала, параметров внешнего воздействия. Показано, что в зависимости от поперечной скорости второго слоя, соотношения вязкостей и плотностей слоев относительные погрешности этих приближений составляют 1–12 %. Максимумы скорости роста возмущений поверхности раздела сред делятся на два типа: гидродинамический и вязкостно-обусловленный. Гидродинамический максимум, который возникает вследствие взаимного скольжения слоев, существует во всех областях на плоскости параметров ( $\epsilon$ ,  $m$ ). Вязкостно-обусловленный максимум возникает в областях II и III при условии  $m > 0,4767$ , а также в II' и III' при  $m < 0,4767$ . В области I при условии  $m > 4\sqrt{\epsilon}/(1+2\epsilon)$  гидродинамический и вязкостно-обусловленный максимум существуют одновременно. Полученные результаты были применены для процессов электровзрывного борирования и карбоборирования титана. Установлено, что на границе раздела титана и бора выполняется приближенная аналитическая зависимость  $x_{12m} = 2/3 - \left(8\left(6\epsilon - \sqrt{\epsilon(27-12\epsilon)}\right)/9(16\epsilon-9)\right)$  с погрешностью 1 %, а максимум имеет гидродинамическое происхождение. Это же приближение выполняется и в случае карбоборирования на границе раздела «плазма/расплав».

**Ключевые слова:** дисперсионное уравнение, неустойчивость Кельвина-Гельмгольца, коротковолновое приближение, титан, карбоборирование.

**Благодарности:** Работа выполнена при финансовой поддержке гранта Российского научного фонда (проект № 22-79-10229). Ссылка на информацию о проекте: <https://rscf.ru/project/22-79-10229>.

**Для цитирования:** Невский С.А., Сарычев В.Д., Грановский А.Ю., Башенко Л.П., Громов В.Е. Формирование микро- и наноструктур при электровзрывном карбоборировании титановых сплавов по механизму гидродинамических неустойчивостей // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. 2023. Т. 20, № 3. С. 317–328. doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.004.

Original article

## FORMATION OF MICRO- AND NANO- IN ELECTROEXPLOSIVE CARBOBORIZATION OF TITANIUM ALLOYS BY THE MECHANISM HYDRODYNAMIC INSTABILITIES

Sergey A. Nevskii<sup>1†</sup>, Vladimir D. Sarychev<sup>2</sup>, Alexey Yu. Granovsky<sup>3</sup>,  
Lyudmila P. Bashchenko<sup>4</sup>, Victor E. Gromov<sup>5</sup>

<sup>1, 2, 3, 4, 5</sup> Siberian State Industrial University, Kirov Str., 42, Novokuznetsk, 654007, Russia

<sup>1</sup>nevskiy.sergei@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0001-7032-9029>

<sup>2</sup>sarychev\_vd@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-4861-0778>

<sup>3</sup>legatokun@gmail.com, <https://orcid.org/0009-0006-4583-8431>

<sup>4</sup>luda.baschenko@gmail.com, <http://orcid.org/0000-0003-1878-909X>

<sup>5</sup>gromov@physics.sibsiu.ru, <https://orcid.org/0000-0002-5147-5343>

**Abstract.** A study of the formation of micro- and nanocrystalline surface layers of alloys under the action of heterogeneous plasma flows according to the mechanism of occurrence and development of Kelvin-Helmholtz instability on the example of Ti–B and Ti–C–B systems was carried out. Special attention was paid to the initial stage of its development, when the disturbances of the interface were considered sinusoidal. The course of the first and second environments were considered visco-potential. The dependence of the growth rate of perturbations on the wave number was obtained from the dispersion equation of perturbations of the interface of media. Its analysis showed that in the parameter plane ( $\varepsilon$ ,  $m$ ) there are eight regions in which it can be approximated by approximate dependencies:  $\alpha_{I-IV}$ ,  $\alpha'_{I-IV}$ . From these dependencies, the relationships of the wave number, which accounts for the maximum of the growth rate of disturbances and the characteristics of the material, the parameters of external influence, are obtained. It is shown that, depending on the transverse velocity of the second layer, the ratio of viscosities and densities of layers, the relative errors of these approximations are 1-12 %. The maxima of the growth rate of disturbances at the interface of the media are divided into two types: hydrodynamic and viscosity-conditioned. The hydrodynamic maximum, which arises due to the mutual sliding of the layers, exists in all regions on the parameter plane ( $\varepsilon$ ,  $m$ ). The viscosity-conditioned maximum occurs in regions II and III under the condition  $m > 0.4767$ , as well as in II' and III' at  $m < 0.4767$ . In region I on condition  $m > 4\sqrt{\varepsilon}/(1+2\varepsilon)$ , the hydrodynamic and viscosity-conditioned maximum exist simultaneously. The results obtained were applied to the processes of electro-explosive boron and carboboration of titanium. It is established that an approximate analytical dependence  $x_{12m} = 2/3 - \left(8 \left(6\varepsilon - \sqrt{\varepsilon(27-12\varepsilon)}\right) / 9(16\varepsilon - 9)\right)$  with an error of 1 % is performed at the interface of titanium and boron, and the maximum has a hydrodynamic origin. The same approximation is also performed in the case of carboboration at the plasma/melt interface.

**Keywords:** dispersion equation, Kelvin-Helmholtz instability, short wave approximation, titanium, carboboration.

**Acknowledgements:** The research was financially supported by the grant Russian Scientific Foundation (No. 22-79-10229). Link to information about the project: <https://rscf.ru/project/22-79-10229>.

**For citation:** Nevskii, S. A., Sarychev, V. D., Granovsky, A. Yu., Bashchenko, L. P. & Gromov, V. E. (2023). Formation of micro- and nano- in electroexplosive carboboration of titanium alloys by the mechanism hydrodynamic instabilities. *Fundamental'nye problemy sovremennogo materialovedeniya (Basic Problems of Material Science (BPMS))*, 20(3), 317–328. (In Russ.). doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.004.

### Введение

Поверхностное легирование металлических материалов с использованием электрического взрыва проводников приводит к многократному повышению их физико-механических свойств, таких как твердость, износостойкость [1, 2]. Особенно это относится к сплавам на основе титана, которые обладают низкой износостойкостью, высокой склонностью к налипанию, большим коэффициентом трения в паре практически со всеми материалами [3]. К на-

стоящему времени достоверно установлено, что электровзрывное легирование титана углеродом и бором приводит к формированию многослойной структуры, имеющей градиентный характер [4]. Она включает в себя многофазное покрытие ( $\alpha$ -титан,  $\beta$ -титан, графит, частицы бориды TiB и карбида TiC титана). Под данным покрытием располагается слой жидкофазного легирования, структура которого представлена ячейками высокоскоростной кристаллизации размерами порядка 100 нм и закономерным образом зависит от расстояния до поверхности

обработки [4, 5]. На границе раздела поверхностного и переходного слоев выявлено формирование тонкого промежуточного слоя, обладающего структурой ячеистой (размеры ячеек 150-300 нм) и дендритной кристаллизации, на границах которой располагаются наноразмерные частицы карбида титана [5].

Полученные данные свидетельствуют о том, что взаимодействие плазменного потока с поверхностью титанового сплава носит сложный и многофакторный характер. При воздействии плазмы на обрабатываемое изделие происходят плавление поверхностного слоя, воздействие ударной волны, внедрение конденсированных частиц взрываемого проводника и последующая высокоскоростная кристаллизация. В расплавленных слоях при различных условиях возникают разного рода гидродинамические неустойчивости, которые приводят к образованию вихрей. Эти вихри являются предвестниками образования градиентной структуры [6].

Среди гидродинамических неустойчивостей, протекающих в жидких слоях, особую роль играет неустойчивость Кельвина-Гельмгольца. Она является мощным триггером, вызывающим нестабильность и турбулентность: либо внутри одной жидкости посредством сдвига скорости, либо вдоль границы раздела нескольких жидкостей [7-9]. Для выявления условий ее возникновения в микро- и нанодиапазоне длин волн целесообразно рассмотреть начальную стадию, когда колебания границы раздела «плазма/расплав» можно считать синусоидальными. Анализ этой стадии покажет, возмущения с какой длиной волны (волновым числом) будут иметь наибольшую вероятность образования. Для ответа на этот вопрос необходимо получить дисперсионное уравнение, из которого найти длину волны (волновое число), при которой будет наблюдаться максимум зависимости скорости роста возмущений от длины волны (волнового числа). Именно эти возмущения будут иметь наибольшую вероятность преобразовываться в вихри, которые, как уже говорилось выше, являются предвестниками образования, микро- и наноструктур при воздействии плазменных потоков и других явлений. Эта задача решена в работах [10, 11] путем численного анализа дисперсионного уравнения и показано, что зависимость скорости роста от длины волны имеет два максимума в микро- и нанодиапазоне, однако условия их проявления существования не найдены.

Целью настоящей работы является поиск условий существования двухмодовой неустойчивости Кельвина-Гельмгольца и, как следствие, появления структуры с бимодальным характером распределения структурных элементов. Для достижения поставленной цели необходимо решить задачу поиска приближенных аналитических зависимостей скорости роста от волнового числа и границ их применимости в плоскости параметров внешнего воздействия и характеристик веществ.

### Анализ дисперсионного уравнения

Рассмотрим линейную устойчивость границы раздела между полубесконечными слоями вязких жидкостей. Первая жидкость с плотностью  $\rho_1$  и кинематической вязкостью  $\nu_1$  является неподвижной. Вторая жидкость с плотностью  $\rho_2$  и кинематической вязкостью  $\nu_2$  движется в продольном направлении со скоростью  $u_0$ . Возмущения будем представлять в виде пропорциональном  $\exp(\omega t - ikx)$ , где  $\omega = \alpha + i\Omega$  – комплексная циклическая частота;  $k$  – волновое число;  $x$  – координата;  $t$  – время;  $\alpha$  – скорость роста;  $\Omega$  – циклическая частота колебаний границы раздела. Такое представление является оправданным, если амплитуда колебаний границы раздела много меньше поперечного размера слоев. Неустойчивость наступает тогда в случае, когда действительная часть циклической комплексной частоты  $\text{Re}(\omega) > 0$ . Получение дисперсионного уравнения и его анализ для данного случая является сложной и нетривиальной задачей [12, 13], так как необходимо знать формы профилей скоростей в жидкостях. Для параболического профиля аналитическое решение дисперсионного уравнения невозможно [13]. Поэтому прибегают к приближениям различного рода. Одним из наиболее интересных приближений является вязко-потенциальное [14, 15]. Согласно данному приближению, сдвиговые напряжения на границе раздела жидкостей отсутствуют, а вязкость учитывается только в уравнении баланса нормальных напряжений, так как волны на поверхности раздела индуцируются данными напряжениями [14]. Решение уравнений Навье-Стокса для каждого слоя, занимаемого жидкостью, проводится с учетом только потенциальной составляющей вектора скорости. Дисперсионное уравнение, полученное в работах [14, 15-17], имеет вид:

$$\omega^2 + 2\omega(a - ib) + c - ic_1 = 0; \quad a = \frac{(v_1 + \mu v_2)k^2}{(1 + \mu)}; \quad b = \frac{\mu k u_0}{1 + \mu}; \quad c = \frac{\omega_0^2 - k^2 u_0^2 \mu}{1 + \mu}; \quad c_1 = \frac{2u_0 k^3 \mu v_2}{(1 + \mu)}, \quad (1)$$

где  $\omega_0 = \sigma_0 k^3 / R_1$ ,  $\sigma_0$  – межфазное поверхностное натяжение;  $\mu = \rho_2 / \rho_1$ . Отметим, что дисперсионное уравнение (2) в случае  $v_2$ , равным нулю, совпадает с дисперсионным уравнением, полученным в работах [11, 16] с использованием приближения коротких волн. Решения (1) имеют вид:

$$\omega_{1,2} = -a + ib \pm \sqrt{a^2 - b^2 - c + i(c_1 - 2ab)}. \quad (2)$$

Действительная часть (2) будет определять скорость роста возмущений поверхности раздела. Отделяя ее и выбирая такие решения (2), которые удовлетворяют условию  $\text{Re}(\omega) > 0$ , получим:

$$\alpha = -a + \sqrt{(\delta + \sqrt{\delta^2 + 4\delta_1^2})ab / 2}, \quad (3)$$

где  $\delta = \frac{a^2 - b^2 - c}{ab}$ ,  $\delta_1 = 1 - \frac{c_1}{2ab}$ . Для удобства дальнейшего анализа, также как и в работе [18], введем безразмерные переменные  $\tilde{x} = k/k_0$ ,

$\tilde{\alpha} = \alpha/\alpha_0$ , где  $k_0 = \frac{\mu \rho_1 u_0^2}{\sigma_0(1 + \mu)}$ ,  $\alpha_0 = \frac{\rho_1 u_0^3 \mu^{3/2}}{(1 + \mu)^2 \sigma_0}$ . В

результате зависимость (3) примет вид:

$$\alpha = x \sqrt{\frac{f(x) + \sqrt{f(x)^2 + g(x)^2}}{2}} - x^2 \sqrt{\varepsilon}, \quad (4)$$

где  $m = 2 \frac{1 - v}{1 + \mu v} \sqrt{\varepsilon \mu}$ ,  $\varepsilon = \mu \left( \frac{\rho_1 v_1 u_0 (1 + \mu v)}{\sigma_0 (1 + \mu)} \right)^2$ ,

$g(x) = mx$ ,  $f(x) = \varepsilon x^2 - x + 1$ ,  $v = v_2/v_1$  – соотношение кинематических вязкостей. Здесь и далее знак « $\sim$ » будем опускать. Функция (4) обращается в нуль при  $x_0 = 1 + m^2 / 4\varepsilon$ . Это предельное волновое число, при котором еще реализуется неустойчивость. Для определения условий существования одного или двух максимумов уравнения (4) необходимо получение аналитической зависимости волнового числа, на которое приходится его максимум, от характеристик материала и параметров внешнего воздействия. Это является нетривиальной задачей. Поиск нулей производной (4) по  $x$  в общем случае приводит к алгебраическому уравнению 9-й степени, решение которого возможно только численными методами. Поэтому прибегнем к поиску приближенных зависимостей  $\alpha$  от  $x$ . Для этого воспользуемся предложенным в работе [18] подходом, основанным на изучении

взаимного расположения функций  $f(x)$ ,  $|f(x)|$  и  $g(x)$ .

На рис.1 представлены возможные варианты этого расположения. Они зависят от значения  $\varepsilon$  и знака  $m$ , определяемого соотношением кинематических вязкостей. Если  $\varepsilon$  находится в интервале от 0 до 1/4, то уравнение  $f(x) = 0$  имеет действительные корни в точках  $x_{1,2} = (1 \pm \sqrt{1 - 4\varepsilon}) / 2\varepsilon$ , и реализуются ситуации, представленные на рис.1а-б. Если  $\varepsilon > 1/4$ , то  $f(x) > 0$ , тогда реализуются ситуации на рис.1в-г.

Функции  $g(x)$  и  $|f(x)|$  пересекаются в точках

$$x_{m1,2} = \frac{1 - m \pm \sqrt{(1 - m)^2 - 4\varepsilon}}{2\varepsilon}, \quad \text{а } g(x) \text{ и } f(x) \text{ в точках}$$

$$x_{p1,2} = \frac{1 + m \pm \sqrt{(1 + m)^2 - 4\varepsilon}}{2\varepsilon}. \quad \text{Условие касания прямой } g(x) \text{ параболы } -f(x) \text{ имеет вид:}$$

$$\varepsilon_1(m) = (1 - m)^2 / 4. \quad (5)$$

При  $\varepsilon > 1/4$  (или  $m < 0$ ) условие касания прямой  $g(x)$  параболы  $f(x)$  имеет вид:

$$\varepsilon_2(m) = (1 + m)^2 / 4. \quad (6)$$

Графики зависимостей (5) и (6) представлены на рис.2, где область I –  $0 < \varepsilon < \varepsilon_1(m)$ ; область I' –  $0 < \varepsilon < \varepsilon_2(m)$ ; область II –  $\varepsilon_1(m) < \varepsilon < 0,25$ ; область II' –  $\varepsilon_2(m) < \varepsilon < 0,25$ ; область III –  $0,25 < \varepsilon < \varepsilon_2(m)$ ; область III' –  $0,25 < \varepsilon < \varepsilon_1(m)$ ; область IV –  $\varepsilon > \varepsilon_2(m)$ ; область IV' –  $\varepsilon > \varepsilon_1(m)$ . Из данного рисунка следует, что существует восемь областей, в которых зависимость скорости роста от волнового числа (4) можно заменить различными приближениями. Из этих приближенных зависимостей будут определены волновые числа, на которые приходятся их максимумы.

*Области I и I'*

В области I (рис.1а) функция  $g(x)$  пересекает график функции  $|f(x)|$  в точках  $x_{p1}$ ,  $x_{m1}$ ,  $x_{m2}$ ,  $x_{p2}$ . Если  $0 < x < x_{p1}$ , то  $g(x) < |f(x)|$  и (5) можно заменить следующим приближением:

$$\alpha_{12} = x \sqrt{f(x)} - x^2 \sqrt{\varepsilon}. \quad (7)$$

В интервале  $x_{p1} < x < x_{m1}$  справедлива функция  $g(x) > |f(x)|$ , тогда (4) можно аппроксимировать следующим уравнением:

$$\alpha_{22} = x \sqrt{g(x)} (1 + f(x) / 2g(x)) - x^2 \sqrt{\varepsilon}. \quad (8)$$



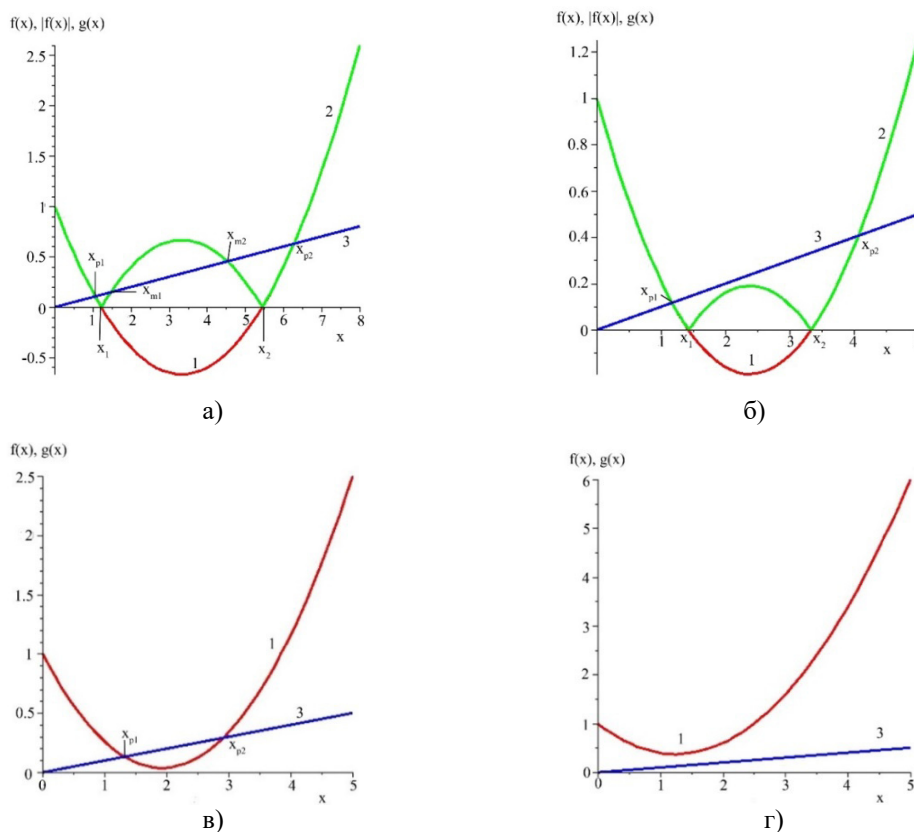


Рис.1. Взаимное расположение функций  $f(x)$ ,  $|f(x)|$  и  $g(x)$  при  $0 < \varepsilon < 1/4$  (а – б) и при  $\varepsilon > 1/4$  (в – г):  
1 –  $f(x)$ ; 2 –  $|f(x)|$ ; 3 –  $g(x)$

Fig.1. The relative position of the functions  $f(x)$ ,  $|f(x)|$  and  $g(x)$  at  $0 < \varepsilon < 1/4$  ((a – г) and at  $\varepsilon > 1/4$  (д – ж):  
1 –  $f(x)$ ; 2 –  $|f(x)|$ ; 3 –  $g(x)$

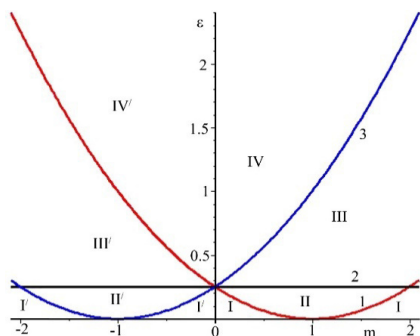


Рис.2. Зависимости  $\varepsilon$  от  $m$ :  
1 – кривая (6); 2 –  $\varepsilon = 1/4$ ; 3 – кривая (7)

Fig.2. Dependences of  $\varepsilon$  on  $m$ :  
1 – curve (6); 2 –  $\varepsilon = 1/4$ ; 3 – curve (7)

В интервале  $x_{m1} < x < x_{m2}$  уравнение (4) аппроксимируется с помощью функции

$$\alpha_{11}(x) = xg(x) / (2\sqrt{|f(x)|}) - x^2\sqrt{\varepsilon}. \quad (9)$$

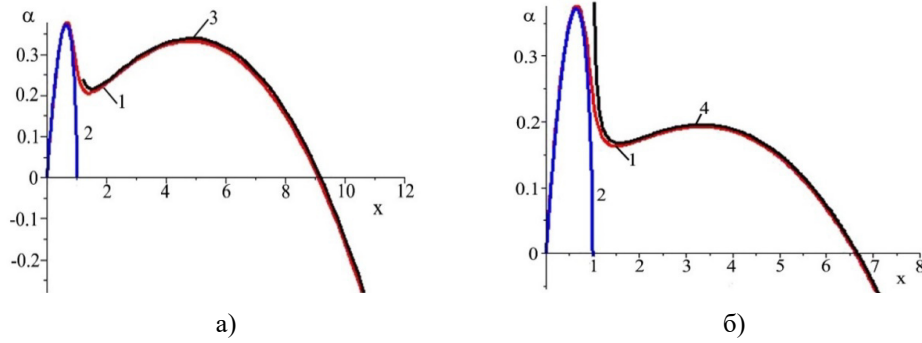
В интервале  $x_{m2} < x < x_{p2}$  уравнение (4) аппроксимируется (9), а в интервале  $x > x_{p2}$  урав-

нением (7). Таким образом, аппроксимирующая функция будет иметь вид:

$$\alpha_I = \begin{cases} \alpha_{12}(x); & 0 < x < x_{p1}, |f| > g, f > 0; \\ \alpha_{22}(x); & x_{p1} < x < x_{m1}, |f| < g; \\ \alpha_{11}(x); & x_{m1} < x < x_{m2}, |f| > g, f > 0; \\ \alpha_{22}(x); & x_{m2} < x < x_{p2}, |f| < g; \\ \alpha_{12}(x); & x > x_{p2}, |f| > g, f > 0. \end{cases} \quad (10)$$

Данные зависимости представлены рис.3а. Функция (4) имеет два максимума: первый максимум аппроксимируется функцией (7), а второй – функцией (9). В области I' функция  $g(x)$  пересекает  $f(x)$  в точках  $x_{p1}$  и  $x_{p2}$ . Если  $0 < x < x_{p1}$ , то  $g(x) < f(x)$  и функцию (4) можно заменить приближением (7), а в интервале  $x_{p1} < x < x_{p2}$  –  $g(x) > f(x)$  приближение (8) не применимо, так как  $m < 0$ . Тогда  $g(x)$  необходимо заменить на  $|g(x)|$ . Приближенная зависимость скорости роста от волнового числа будет иметь вид:

$$\bar{\alpha}_{22} = x\sqrt{|g(x)|} \left( 1 - \frac{f(x)}{2g(x)} \right) - x^2\sqrt{\varepsilon}. \quad (11)$$



**Рис.3.** Зависимости безразмерной скорости роста возмущений от безразмерного волнового числа при условиях: а –  $0 < \varepsilon < \varepsilon_1(m); m > 0$ ; б –  $0 < \varepsilon < \varepsilon_2(m); m < 0$ ; 1 – зависимость (4); 2 – зависимость  $\alpha_{12}(x)$ ; 3 – зависимость  $\alpha_{11}(x)$ ; 4 – зависимость  $\bar{\alpha}_{11}(x)$

**Fig.3.** Dependences of the dimensionless growth rate of disturbances on the dimensionless wave number under the conditions: а –  $0 < \varepsilon < \varepsilon_1(m); m > 0$ ; б –  $0 < \varepsilon < \varepsilon_2(m); m < 0$ ; 1 dependence (4); 2 – dependence  $\alpha_{12}(x)$ ; 3 – dependence  $\alpha_{11}(x)$ ; 4 – dependence  $\bar{\alpha}_{11}(x)$

Тогда аппроксимирующая функция будет иметь вид:

$$\alpha_{I'} = \begin{cases} \alpha_{12}(x); & 0 < x < x_{p1}, f > g \\ \bar{\alpha}_{22}(x); & x_{p1} < x < x_{p2}, f < g; \\ \alpha_{12}(x); & x > x_{p2}, f > g. \end{cases} \quad (12)$$

Проверка с помощью уравнения (4) показывает, что при  $m = -0,39$  и  $\varepsilon = 0,01$  зависимость скорости роста от волнового числа имеет два максимума (рис.3б), а уравнение (12) может спрогнозировать значение первого максимума и минимума функции (4). Для нахождения аппроксимирующей функции, которая соответствует второму максимуму, заменим в (9)  $f(x)$  на  $|f(x)|$ . Эта замена приводит к случаю, рассмотренному выше. С учетом вышеуказанных фактов зависимость (12) будет иметь такой же вид, как и (10), только  $g(x)$  необходимо заменить на  $|g(x)|$ . На рис.3б показано, что также как и в случае области I второй максимум (4) аппроксимируется функцией (14). Отметим, что при  $m > 1$  или при  $m < -1$  значения  $x_{p1}, x_{m1}, x_{m2}, x_{p2}$  меньше нуля и эти приближения неприменимы.

*Области II и II'*

Функция  $g(x)$  пересекает  $|f(x)|$  в области II только в двух точках  $x_{p1}$  и  $x_{p2}$  (рис.1б). Приближенная зависимость  $\alpha$  от  $x$  в данном случае может быть представлена в виде:

$$\alpha_{II} = \begin{cases} \alpha_{12}(x); & 0 < x < x_{p1}, |f| > g, f > 0, \\ \alpha_{22}(x); & x_{p1} < x < x_{p2}, |f| < g, \\ \alpha_{12}(x); & x > x_{p2}, |f| > g, f > 0. \end{cases} \quad (13)$$

В области II' функции  $g(x)$  и  $f(x)$  не пересекаются (рис.1 г), тогда зависимость (4) может быть приближена функцией  $\alpha_{12}$ .

*Области III и III'*

Функция  $f(x)$  в этих областях больше нуля (рис.1в) и не имеет точек пересечения с осью абсцисс. В области III она пересекается с функцией  $g(x)$  в точках  $x_{p1}$  и  $x_{p2}$ . Тогда уравнение (4) аппроксимируется функцией (13), только  $|f(x)|$  необходимо заменить на  $f(x)$ :

$$\alpha_{III} = \begin{cases} \alpha_{12}(x); & 0 < x < x_{p1}, f > g, f > 0, \\ \alpha_{22}(x); & x_{p1} < x < x_{p2}, f < g, \\ \alpha_{12}(x); & x > x_{p2}, f > g, f > 0. \end{cases} \quad (14)$$

В области III' функция  $g(x)$  не имеет точек пересечения с функцией  $f(x)$ , а ее модуль  $|g(x)|$  пересекает  $f(x)$  в точках

$$x'_{p1,2} = \left( 1 - m \pm \sqrt{(1 - m)^2 - 4\varepsilon} \right) / 2\varepsilon.$$

В этом случае уравнение (4) аппроксимируется следующей функцией (14), только  $\alpha_{22}(x)$  заменяется на  $\bar{\alpha}_{22}(x)$ , а  $x_{p1,2}$  на  $x'_{p1,2}$ .

*Области IV и IV'*

В областях IV и IV' функции  $f(x)$ ,  $g(x)$  и  $|g(x)|$  не пересекаются (рис.1г). Функция (4) аппроксимируется функцией (7). Заметим, что при больших значениях  $\varepsilon \sim 10^8 \div 10^{10}$  приближение (7) также является применимым.

**Поиск зависимостей  $x_{ijm}$  от характеристик материала и параметров внешнего воздействия**

*Зависимость (7)*

Перейдем к нахождению приближенных аналитических зависимостей волнового числа, при которых наблюдаются максимумы зависимостей от параметров внешнего воздействия и

характеристик материала в областях I и IV. Для этого сначала найдем максимум функции (7). Если  $\varepsilon = 0$ , то функция примет вид:  $\alpha_{12} = x\sqrt{1-x}$ , а ее максимум будет приходиться на волновое число  $x_m = 2/3$ . Учет вязкости приводит к тому, что для нахождения нулей производной (7) необходимо воспользоваться уравнением:  $8\varepsilon x^3 - (3x - 2)^2 = 0$ . При  $\varepsilon > 1/4$  это уравнение имеет один действительный корень, соответствующий максимуму  $\alpha_{12}(x)$ . Для нахождения его приближенного значения подставим в него выражение  $x = (2/3) - \Delta x$  (где  $\Delta x$  – малая поправка) и разложим в ряд по  $\Delta x$ . Отбрасывая члены высокого порядка малости, получим:

$$x_{12_m} = \frac{2}{3} - \frac{8}{9} \left( \frac{6\varepsilon - \sqrt{\varepsilon(27 - 12\varepsilon)}}{16\varepsilon - 9} \right). \quad (15)$$

При  $m = 0,1$  и  $\varepsilon = 0,8$  (область IV) значение  $x_{12_m}$  равно 0,4166, тогда как максимум (4) при-

$$m < (32\varepsilon^2 - 84\varepsilon + 27) / 3(16\varepsilon - 9) + (50\varepsilon - 64\varepsilon^2 - 243) / (6(24\varepsilon - 25 + 4\sqrt{\varepsilon(27 - 12\varepsilon)}). \quad (16)$$

При  $\varepsilon \gg 1$  производную ( $\alpha'_{12}$  необходимо разложить в ряд по большим значениям  $\varepsilon$  и ограничиться только первыми членами разложе-

$$x_{12_m} = \left( 1/4\varepsilon + \sqrt{3(2 + 27\varepsilon) / 256\varepsilon^3} \right)^{1/3} + \left( 1/4\varepsilon - \sqrt{3(2 + 27\varepsilon) / 256\varepsilon^3} \right)^{1/3}. \quad (17)$$

При  $\varepsilon = 10^4$  значение  $x_{12_m}$  равно 0,037, тогда как максимум (4) приходится на волновое число  $x_m = 0,035$ . Относительная погрешность составляет 6 %.

#### Зависимость (9)

Функция (9), как показывает рис. 3, аппроксимирует участок зависимости (4), соответствующий второму вязкостно-обусловленному максимуму. Найдем условие его существования. Продифференцируем  $\alpha_{11}(x)$  и приравняем производную к нулю. В итоге получим:

$$\frac{2\varepsilon x^2 - 3x + 4}{(-\varepsilon x^2 + x - 1)^{3/2}} + \beta = 0, \quad (18)$$

где  $\beta = 8\sqrt{\varepsilon} / m$ . Уравнение (18) сводится к уравнению шестой степени относительно  $x$  с двумя параметрами  $\varepsilon$  и  $\beta$ , исследование которого трудоемко. Рассмотрим другой подход, основанный на однопараметрическом исследовании первого слагаемого уравнения (18). Для

ходится на волновое число  $x_m = 0,4301$ . Относительная погрешность приближения (15) составляет 3 %. Этот максимум является гидродинамическим, так как при исчезающей вязкости он совпадает с максимумом скорости роста возмущений поверхности идеальной жидкости. Приближение (15) адекватно и в случае  $\varepsilon < 1/4$ , например, при  $\varepsilon = 0,2$  и  $m = 0,01$  (область I на рис.2) значение  $x_{12_m}$  составляет 0,5106, тогда как максимум (4) приходится на волновое число 0,5121. Относительная погрешность составляет 0,3 %. Таким образом, следует заключить, что максимум функции (7) обусловлен взаимным скольжением слоев. Вязкость вносит лишь незначительную поправку в значение  $x_{12_m}$ . Приближение (15) сохраняет свою адекватность и в областях I' и IV' (рис.3б). Оно позволяет с помощью неравенств  $0 < x < x_{p_1}$  и  $x > x_{p_2}$  определить область в плоскости параметров  $(\varepsilon, m)$ , где реализуется этот максимум:

Тогда приближенное значение будет иметь вид:

этого рассмотрим функцию, заданную на прямоугольнике  $[x_{m_1}, x_{m_2}] \times [0, 0,25]$ :

$$F(x, \varepsilon) = \frac{-2\varepsilon x^2 + 3x - 4}{(-\varepsilon x^2 + x - 1)^{3/2}}. \quad (19)$$

Ее анализ показал, что при  $\varepsilon = 0,01$  и в интервале  $0,75 < F < 2,05$  решение уравнения (18) содержит три корня, соответствующие первому максимуму, минимуму и второму максимуму.

Таким образом, задача определения границы в области параметров, отделяющей области, где существует один и три корня, сводится к параметрическому анализу зависимости  $F(x, \varepsilon)$ . Дифференцирование зависимости (19) по  $x$  и последующие преобразования приводят к следующему:

$$4\varepsilon^2 x^3 - 10\varepsilon x^2 + 16\varepsilon x + 3x - 6 = 0. \quad (20)$$

Корни уравнения (20) можно записать в виде разложения:

$$x_{01} = 2 + \frac{8}{3}\varepsilon + O(\varepsilon^2), \quad x_{02} = \frac{0,3486}{\varepsilon} - 0,168 + 1,085\varepsilon + O(\varepsilon^2), \quad x_{03} = \frac{2,1514}{\varepsilon} - 1,832 - 3,751\varepsilon + O(\varepsilon^2). \quad (21)$$

Это позволяет вычислить  $\beta_i = F(x_i, \varepsilon)$ :

$$\begin{aligned} \beta_1 &= 2 + 4\varepsilon; \quad \beta_2 = 7,42\varepsilon^{1/2} + 12,041\varepsilon^{3/2}; \\ \beta_3 &= 0,057\varepsilon^{3/2} + 0,134\varepsilon^{5/2}. \end{aligned} \quad (22)$$

Так как корень  $x_{03} > x_0$ , то значение  $\beta_3$  не принимаем во внимание. Тогда (22) примет вид:

$$m_1 = \frac{4\sqrt{\varepsilon}}{1+2\varepsilon}, \quad m_2 = \frac{8\sqrt{\varepsilon}}{7,42\varepsilon^{1/2} + 12,041\varepsilon^{3/2}}. \quad (23)$$

Как уже говорилось выше, кривая (5) является верхним ограничением для приближения  $\alpha_{11}$ . Сравнение второго уравнения (23) и (5) показало, что кривая  $m_2$  лежит выше кривой (5) и не может служить критерием перехода от одномодовой зависимости  $\alpha(x)$  к двухмодовой. Кривая  $m_1$  напротив, является границей области совместного существования гидродинамического и вязкостно-обусловленного максимума. Для поиска приближенного значения волнового числа, которое соответствует второму максимуму, заменим функцию (19) приближенным выражением:

$$F(x) = \beta_2 + \frac{(\beta_1 - \beta_2)(x - x_{02})^6}{(x_{01} - x_{02})^6}, \quad (24)$$

где  $x_{01}, x_{02}$  – нули функции (19). В интервале  $x_{01} \leq x \leq x_{02}$  уравнение (18) примет вид:

$$\beta = \beta_2 + F(x). \quad (25)$$

Решение имеет вид:

$$x_{11\max} = (x_{02} - x_{01})\sqrt[6]{\frac{\beta - \beta_2}{\beta_2 - \beta_1}} + x_{02}. \quad (26)$$

Данное решение соответствует максимуму зависимости  $\alpha_{11}(x)$ . При  $\varepsilon = 0,01$  и  $m = 0,5$  значение  $x_{11\max} = 4,2295$ , тогда как второй максимум (4) наблюдается при  $x_m = 3,7573$ . Относительная погрешность приближения (30) составляет 12,57 %. Алгоритм поиска максимума (9) при  $m < 0$  аналогичный. Условие одновременного существования гидродинамического и вязкостно-обусловленного максимума имеет

вид:  $m_1 < -(4\sqrt{\varepsilon})/(1+2\varepsilon)$ . Приближенное значение максимума также описывается выражением (26).

### Зависимость (8)

Проанализируем области II ( $\varepsilon_1(m) < \varepsilon < 0,25$ ) и III ( $0,25 < \varepsilon < \varepsilon_2(m)$ ). Как указывалось выше, в них приближенная зависимость  $\alpha$  от  $x$  может быть представлена в виде (15). Сначала рассмотрим область III. В этом случае зависимость (8) примет вид:

$$\alpha_{22} \approx x\sqrt{g(x)/2}(1 + (\delta f(x)/2g(x)) - x^2\sqrt{\varepsilon}), \quad (27)$$

здесь  $\delta$  – параметр, введенный для удобства расчетов. Для корня производной  $d\alpha_2/dx = 0$  получим уравнение:

$$\begin{aligned} \delta(5\varepsilon x^2 - 3x + 1) &= T(x), \\ T(x) &= -6mx + 8x^{3/2}\sqrt{2\varepsilon m}; \end{aligned} \quad (28)$$

Решение (28) при  $\delta = 0$  имеет вид:

$x_{02m} = 9m/32\varepsilon$ . Аппроксимируем функцию  $T(x)$  рядом Тейлора вблизи  $x_{02m}$ , тогда:

$$\begin{aligned} T(x) &= k_1(x - x_{02m}) + k_2(x - x_{02m})^2/2 + \dots; \\ k_1 &= 3m, \quad k_2 = 16\varepsilon. \end{aligned} \quad (29)$$

Ограничимся первыми двумя слагаемыми в зависимости (29), тогда (28) преобразуется к виду ( $\delta = 1$ ):

$$\varepsilon x^2 - (0,5m - 1) - 9m^2/128\varepsilon - 1/3. \quad (30)$$

Его положительный корень имеет вид:

$$\begin{aligned} x_{22m} &= ((m - 2) + \\ &+ \sqrt{(m - 2)^2 + 1,125m^2 + 16\varepsilon/3})/4\varepsilon. \end{aligned} \quad (31)$$

Выражение (31) является важным, так как, во-первых, позволяет заключить, что единственный максимум в зависимости  $\alpha_{22}(x)$  является вязкостно-обусловленным, и, во-вторых, даёт возможность решить аналитически неравенства  $x_{p_1} < x_{22m}$  и  $x_{22m} < x_{m_1}$  ( $x_{22m} > x_{m_2}$  и  $x_{22m} < x_{p_2}$ ), что определит область в плоскости параметров  $(\varepsilon, m)$ , где реализуется этот максимум. Решение данных неравенств имеет вид:

$$\begin{aligned} \varepsilon_4 < \varepsilon < \varepsilon_5; \quad \varepsilon_4 &= (3/64 - 9/256)\sqrt{64 - 32m + 58m^2} - (3/8)(1 - m) - (63/512)m^2; \\ \varepsilon_5 &= \left[ 33m^2 + 192(m - 1) \right] / 512 + \left[ 3(m + 4)\sqrt{154m^2 - 160m + 64} \right] / 256. \end{aligned} \quad (32)$$

В области  $\varepsilon \geq 0,25$ , используя (27), получим, что для параметра  $m$  выполняется неравенство  $m \geq 0,749$ . Подставляя в уравнение (31)  $\varepsilon = 0,28$  и  $m = 0,8$ , получим  $x_{2m} = 0,6352$ , тогда как максимум функции (4) приходится на волновое число  $0,6245$ , что составляет  $1,7\%$ . Приближение (31) выполняется и в области II ( $\varepsilon_1(m) < \varepsilon < 0,25$ ), при  $m \geq 0,4767$ . Действительно, если подставить  $\varepsilon = 0,07$  и  $m = 0,5$ , то  $x_{2m} = 0,7296$ , а максимум (4) приходится на волновое число  $0,6557$ , что составляет  $10,1\%$ .

$$x_{22m} = -(m/2 + 1) + \sqrt{(m/2 + 1)^2 - 9m^2/32 - 4\varepsilon/3} / 2\varepsilon. \quad (33)$$

Условие существования данного максимума будет иметь вид:

$$\varepsilon < \varepsilon_5; \quad \varepsilon_5 = \left[ 33m^2 - 192(m+1) \right] / 512 + \left[ 3(4-m)\sqrt{154m^2 + 160m + 64} \right] / 256. \quad (34)$$

Неравенство (34) выполняется в области II' при условии  $m < -0,4767$ , а в области III' – при  $m < -0,749$ .

Таким образом, решена задача нахождения приближенных аналитических зависимостей волнового числа, на которое приходится максимум скорости роста возмущений от параметров внешнего воздействия и характеристик материала, найдены границы их применимости.

### Условия формирования микро и наноструктур при электровзрывной обработке по механизму неустойчивости Кельвина-Гельмгольца

Применим результаты, полученные в предыдущем разделе, к образованию микро и наноструктур в титановом сплаве, подвергнутому электровзрывному легированию углеродом и бором. В таблице 1 представлены параметры материала подложки и взрывааемых проводников (плотность  $\rho$ , кинематическая вязкость  $\nu$ , поверхностное натяжение  $\sigma$ ).

Таблица 1. Физические характеристики материалов [19-22]

Table 1. Physical characteristics of materials

Характеристика	Ti	C	B
$\rho$ , кг/м <sup>3</sup>	4120	1200	2468
$\nu \cdot 10^{-7}$ , м <sup>2</sup> /с	10,7	–	10,5
$\sigma$ , Н/м	1,402	0,34	1,2

В таблице 2 приведен режим обработки, при котором получена градиентная структура.

Следует заметить, что хорошее согласие со значением волнового числа, на которое приходится максимум (4), в данной области наблюдается при  $\varepsilon > \varepsilon_4(m)$ . Если подставить  $\varepsilon = 0,2$  и  $m = 0,5$ , то  $x_{2m} = 0,496$ , а  $x_m = 0,5617$ , что составляет  $13,2\%$ .

Аналогичный вывод проводится и для областей II' и III'. Приближенная аналитическая зависимость  $x_{22m}$  от параметров задачи будет иметь вид:

Таблица 2. Режимы электровзрывного легирования [23]

Table 2. Modes of electro-explosive alloying [23]

Параметр, единица измерения	Значение
Емкость конденсаторной батареи, мкФ	1008
Время импульса, мкс	100
Диаметр сопла, мм	20
Расстояние от сопла до поверхности, мм	20
Зарядное напряжение, кВ	2,2

Сначала рассмотрим процесс электровзрывного борирования титана. По данным таблицы 1 кинематические вязкости титана и бора примерно одинаковы, поэтому их соотношение  $\nu \approx 1$ . Межфазное поверхностное натяжение составляет  $0,202$  Н/м, а  $\mu \approx 0,6$ . Неустойчивость Кельвина-Гельмгольца в нанодиапазоне возможна при  $u_0 > 36,2$  м/с, а в микродиапазоне при  $u_0 > 11,43$  м/с. В этом случае  $m = 0$  и будет выполняться приближенная зависимость (7), которая будет иметь один максимум. При  $u_0 \sim 40$  м/с  $\varepsilon = 0,45$  и будет выполняться приближение (15). Согласно этому  $x_{12m} = 0,4593$  ( $k_{12m} = 5,62 \cdot 10^6$  м<sup>-1</sup>), тогда как численное решение уравнения (5) показало, что  $x_m = 0,4647$  ( $k_{12m} = 5,68 \cdot 10^6$  м<sup>-1</sup>), то есть относительная погрешность составляет  $1\%$ .

Перейдем к изучению электровзрывного карбоборирования титана. Будем рассматривать границу раздела плазмы и расплава титана, легированного углеродом и бором. Считаем, что основное влияние углерода и бора проявляется в изменении поверхностного натяжения титана.

В первом приближении поверхностное натяжение определим по правилу смеси:  $\sigma_0 = \alpha_1 \sigma_1 + \alpha_2 \sigma_2 + \alpha_3 \sigma_3$ , где  $\alpha_i$  и  $\sigma_i$  – относительное содержание  $i$ -го компонента и его поверхностное натяжение. Плотность плазмы считаем равной  $1 \text{ кг/м}^3$ , вязкость плазмы считаем равной нулю. Соотношение плотностей  $\mu = 2,43 \cdot 10^{-4} \ll 1$ . Поперечную составляющую скорости определим с помощью решения вспомогательной задачи растекания плазмы по поверхности образца [25]. Для режима обработки, указанного в таблице 2, она составляет  $\sim 697 \text{ м/с}$ . В этом случае  $\varepsilon \approx 0,0023$ , а  $m \approx 0,001$  (область I на рис.2) и  $x_{12_m} = 0,6404$  ( $k_{12_m} = 3,11 \cdot 10^5 \text{ м}^{-1}$  ( $\lambda_{12_m} = 20,2 \text{ мкм}$ )). Размеры элементов структуры на поверхности обработки [4, 5] имеют такой же порядок. Таким образом, следует заключить, что представленная модель является адекватной.

### Заключение

Изучено формирование микро- и наноструктур в титановом сплаве при воздействии плазмы электрического взрыва углеродного волокна с навеской из порошка бора, на основе представлений о возникновении и развитии неустойчивости Кельвина-Гельмгольца. Проведено исследование начальной стадии этой неустойчивости для вязко-потенциального течения двух сред, на основе результатов которого сделаны следующие выводы:

1. С помощью предложенного в работе [19] метода анализа зависимости скорости роста возмущений от волнового числа установлено существование в плоскости параметров  $\varepsilon$  и  $m$  восьми областей, в которых зависимость (4) может быть заменена на приближения (10), (12) – (14).

2. Определены приближенные зависимости волнового числа, при котором наблюдается наиболее быстро растущая мода колебаний границы раздела сред от параметров внешнего воздействия и установлены границы их применимости. Показано, что зависимость (15) выполняется во всех областях вне зависимости от знака  $m$ . Приближенная зависимость (26) выполняется в областях I и I' при выполнении условия  $m > 4\sqrt{\varepsilon} / (1 + 2\varepsilon)$  (область I) или  $m < -4\sqrt{\varepsilon} / (1 + 2\varepsilon)$  (область I'). В свою очередь, приближение (37) выполняется в областях II и III, а приближение (33) – в областях II' и III'.

Установлена граница одновременного существования гидродинамического и вязкостно

обусловленного максимума:  $m = 4\sqrt{\varepsilon} / (1 + 2\varepsilon)$  (область I) или  $m = -4\sqrt{\varepsilon} / (1 + 2\varepsilon)$  (область I').

### Список литературы

1. Sneddon S., Xu Ya., Dixon M., Rugg D., Li P., Mulvihill D.M. Sensitivity of material failure to surface roughness: A study on titanium alloys Ti64 and Ti407 // *Materials & Design*. 2021. V. 200. Article 109438.
2. Korobkova A., Kazakbiev A., Zhukova Yu., Sheremetyev V., Dubinskiy S., Filonov M. Surface treatment of bulk and porous materials based on superelastic titanium alloys for medical implants // *Materials Today: Proceedings*. 2017. V. 4, Is. 3. Part B. P. 4664–4669.
3. Bai H., Zhong L., Kang L., Liu J., Zhuang W., Liu Z., Xu Y. A review on wear-resistant coating with high hardness and high toughness on the surface of titanium alloy // *Journal of Alloys and Compounds*. 2021. V. 882. Article 160645.
4. Бащенко Л.П., Иванов Ю.Ф., Будовских Е.А. Модификация структуры поверхностных слоев титана ВТ1-0 при электровзрывном карбоборировании и электронно-пучковой обработке // *Известия вузов. Черная металлургия*. 2013. № 3. С. 68–70.
5. Бащенко Л.П., Райков С.В., Иванов Ю.Ф., Будовских Е.А., Громов В.Е. Структурно-фазовые состояния зоны упрочнения технически чистого титана ВТ1-0 после электровзрывного карбоборирования и электронно-пучковой обработки // *Вестник Тамбов. ун-та. Сер. Естеств. и техн. науки*. 2013. Т. 18, Вып. 4. С. 1719–1720.
6. Reitz R.D. Modeling atomization processes in high-pressure vaporizing sprays // *Atomisation Spray Technology* 1987. V. 3, N 4. P. 309–337.
7. Petrarolo A., Kobald M., Schlechtriem S. Understanding Kelvin-Helmholtz instability in paraffin-based hybrid rocket fuels // *Exp. Fluids*. 2018. V. 59. P. 62.
8. Anna S.L. Droplets and bubbles in microfluidic devices // *Annu. Rev. Fluid Mech*. 2016. V. 48. P. 285–309.
9. Pouryazdan M., Kaus B.J.P., Rack A., Ershov A., Hahn H. Mixing instabilities during shearing of metals // *Nature Communication*. 2017. V. 8. P. 1611-1–1611-6.
10. Li X., Tankin R.S. On the temporal instability of a two-dimensional viscous liquid sheet // *Journal of Fluid Mechanics*. 1991. V. 226. P. 425–443.
11. Granovskii A.Y., Sarychev V.D., Gromov V.E. Model of formation of inner nanolayers in

shear flows of material // *Technical Physics*. 2013. V. 58. P. 1544–1547.

12. Logvinov O.A. Linear Stability of Stratified Flow of Two Viscous Fluids // *Moscow Univ. Mech. Bull.* 2022. V. 77. P. 117–126.

13. Barreras F., Lozano A., Dopazo C. Linear instability analysis of the viscous longitudinal perturbation on an air-blasted liquid sheet // *Atomization and Sprays*. 2001. V. 11. P. 139–154.

14. Funada T., Joseph D.D. Viscous potential flow analysis of Kelvin-Helmholtz instability in a channel // *J. Fluid Mech.* 2001. V. 445. P. 263.

15. Bilgili S., Ugarte O., Akkerman V. Interplay of Kelvin-Helmholtz instability with acoustics in a viscous potential flow // *Physics of Fluids*. 2020. V. 32. Article 084108.

16. Левич В.Г. Физико-химическая гидродинамика. Ижевск: Издательство «ИКИ», 2016. 708 с.

17. Sarychev V.D., Nevskii S.A., Kormyshev V.E., Yuriev A.A., Gromov V.E. Model of Nanostructural Layer Formation during Long-Term Operation of Rails // *Steel Transl.* 2020. V. 50. P. 665–671.

18. Сарычев В.Д., Невский С.А., Кормышев В.Е., Громов В. Е. Механизм формирования микро- и наноструктурных состояний рельсовой стали при интенсивной пластической деформации // *Деформация и разрушение материалов*. 2022. № 6. С. 20–27.

19. Ниженко В.И., Флока Л.С. Поверхностное натяжение жидких металлов и сплавов. М.: Металлургия, 1981. 208 с.

20. Okada J.T., Ishikawa T., Watanabe Yuki, Paradis P.-F., Watanabe Ya., Kaoru K. Viscosity of liquid boron // *Physical review B*. 2010. V. 81. Article 140201R.

21. Millot F., Rifflet J.C., Sarou-Kanian V., Wille G. High-Temperature Properties of Liquid Boron from Contactless Techniques // *International Journal of Thermophysics*. 2002. V. 23, N 5. P. 1185–1195.

22. Warlimont H., Martienssen W. *Springer Handbook of Materials Data*. Springer, Berlin, 2018. 1140 p.

23. Багаутдинов А.Я., Будовских Е.А., Иванов Ю.Ф., Громов В.Е. Физические основы электровзрывного легирования металлов и сплавов. Новокузнецк: Изд-во СибГИУ, 2007. 131 с.

#### Информация об авторах

С. А. Невский – доктор технических наук, доцент кафедры естественнонаучных дисциплин им. проф. В.М. Финкеля Сибирского государственного индустриального университета.

В. Д. Сарычев – кандидат технических наук, доцент кафедры естественнонаучных дисциплин им. проф. В.М. Финкеля Сибирского государственного индустриального университета.

А. Ю. Грановский – кандидат технических наук, старший научный сотрудник Сибирского государственного индустриального университета.

Л. П. Бащенко – кандидат технических наук, доцент кафедры теплоэнергетики и экологии Сибирского государственного индустриального университета.

В. Е. Громов – доктор физико-математических наук, профессор, заведующий кафедрой естественнонаучных дисциплин им. проф. В.М. Финкеля Сибирского государственного индустриального университета.

#### References

1. Sneddon, S., Xu, Ya., Dixon, M., Rugg, D., Li, P. & Mulvihill, D. M. (2021). Sensitivity of material failure to surface roughness: A study on titanium alloys Ti64 and Ti407. *Materials & Design*, 200, 109438.

2. Korobkova, A., Kazakbiev, A., Zhukova, Yu., Sheremetyev, V., Dubinskiy, S. & Filonov, M. (2017). Surface treatment of bulk and porous materials based on superelastic titanium alloys for medical implants. *Materials Today: Proceedings*, 4(3), 4664–4669.

3. Bai, H., Zhong, L., Kang, L., Liu, J., Zhuang, W., Lv, Z. & Xu, Y. (2021). A review on wear-resistant coating with high hardness and high toughness on the surface of titanium alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 882, 160645.

4. Bashchenko, L. P., Ivanov, Yu. F. & Budovskikh, E. A. (2013). Modification of the structure of the surface layers of titanium VT1-0 during electroexplosive carboboration and electron beam processing. *Izvestiya VUZov. Chernaya metallurgiya*, 3, 68–70. (In Russ.).

5. Bashchenko L. P., Raikov S. V., Ivanov Yu. F., Budovskikh E. A. & Gromov V. E. (2013). Structural-phase states of the hardening zone of commercially pure titanium VT1-0 after electroexplosive carboboration and electron-beam processing. *Vestnik Tambov. university Ser. natural and tech. Sciences*, 18(4), 1719–1720. (In Russ.).

6. Reitz, R. D. (1987). Modeling atomization processes in high-pressure vaporizing sprays. *Atomisation Spray Technology*, 3(4), 309–337.

7. Petrarolo, A., Kobald, M. & Schlechtriem, S. (2018). Understanding Kelvin-Helmholtz instability in paraffin-based hybrid rocket fuels. *Exp. Fluids*, 59, 62.
8. Anna, S. L. (2016). Droplets and bubbles in microfluidic devices. *Annu. Rev. Fluid Mech.*, 48, 285–309.
9. Pouryazdan, M., Kaus, B. J. P., Rack, A., Ershov, A. & Hahn, H. (2017). Mixing instabilities during shearing of metals. *Nature Communication*, 8, 1611-1–1611-6.
10. Li, X. & Tankin, R. S. (1991). On the temporal instability of a two-dimensional viscous liquid sheet. *Journal of Fluid Mechanics*, 226, 425–443.
11. Granovskii, A. Y., Sarychev, V. D. & Gromov, V. E. (2013). Model of formation of inner nanolayers in shear flows of material. *Technical Physics*, 58, 1544–1547.
12. Logvinov, O. A. (2022). Linear Stability of Stratified Flow of Two Viscous Fluids. *Moscow Univ. Mech. Bull.*, 77, 117–126.
13. Barreras, F., Lozano, A. & Dopazo, C. (2001). Linear instability analysis of the viscous longitudinal perturbation on an air-blasted liquid sheet. *Atomization and Sprays*, 11, 139–154.
14. Funada, T. & Joseph, D. D. (2001). Viscous potential flow analysis of Kelvin-Helmholtz instability in a channel. *J. Fluid Mech.*, 445, 263.
15. Bilgili, S., Ugarte, O. & Akkerman, V. (2020). Interplay of Kelvin-Helmholtz instability with acoustics in a viscous potential flow. *Physics of Fluids*, 32, 084108.
16. Levich, V. G. (2016). Physico-chemical hydrodynamics. Izhevsk: Izdatel'stvo «IKI». P. 708. (In Russ.).
17. Sarychev, V. D., Nevskii, S. A., Kormyshev, V. E., Yuriev, A. A. & Gromov, V. E. (2020). Model of Nanostructural Layer Formation during Long-Term Operation of Rails. *Steel Transl.*, 50, 665–671.
18. Sarychev, V. D., Nevskii, S. A., Kormyshev, V. E. & Gromov, V. E. (2022). Mechanism of formation of micro- and nanostructural states of rail steel under intense plastic deformation. *Deformation and destruction of materials*, 6, 20–27. (In Russ.).
19. Nizhenko, V. I. & Floka, L. I. (1981). Surface tension of liquid metals. Moscow: Metallurgiya. P. 208. (In Russ.).
20. Okada, J. T., Ishikawa, T., Watanabe, Yuki, Paradis, P.-F., Watanabe, Ya. & Kaoru, K. (2010). Viscosity of liquid boron. *Physical review B*, 81, 140201R.
21. Millot, F., Rifflet, J. C., Sarou-Kanian, V. & Wille, G. (2002). High-Temperature Properties of Liquid Boron from Contactless Techniques. *International Journal of Thermophysics*, 23(5), 118–1195.
22. Warlimont, H. & Martienssen, W. (2018). Springer Handbook of Materials Data. Springer, Berlin. P. 1140.
23. Bagautdinov, A. Ya., Budovskikh, E. A., Ivanov, Yu. F. & Gromov, V. E. (2007). Physical bases of electro-explosive alloying of metals and alloys. Novokuznetsk: SibGIU Publishing House. P. 131. (In Russ.).

#### Information about the authors

S. A. Nevskii – Doctor of Technical Sciences, Docent of Natural Science Department, Siberian State Industrial University.

V. D. Sarychev – Candidate of Technical Sciences, Docent of Natural Science Department, Siberian State Industrial University.

A. Yu. Granovsky – Candidate of Technical Sciences, Senior Researcher of Siberian State Industrial University.

L. P. Bashchenko – Candidate of Technical Sciences, Docent of Department of Thermal Power Engineering and Ecology, Siberian State Industrial University.

V. E. Gromov – Doctor of Physical and Mathematical Sciences, Professor, Head of the Department of Natural Sciences named after prof. V.M. Finkel, Siberian State Industrial University.

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.  
The authors declare that there is no conflict of interest.

Статья поступила в редакцию 29.03.2023; одобрена после рецензирования 30.05.2023; принята к публикации 30.06.2023.

The article was received by the editorial board on 06 Mar. 23; approved after reviewing 30 May 23; accepted for publication 30 June 23.



Научная статья

1.3.8. Физика конденсированного состояния (физико-математические науки)

УДК 537.622.4

doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.005

## МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССА РАСПРОСТРАНЕНИЯ ЭЛЕКТРОМАГНИТНЫХ ВОЛН В РАДИОПОГЛОЩАЮЩИХ Ni–Zn ФЕРРИТАХ

Светлана Евгеньевна Игошина<sup>1†</sup>, Денис Александрович Мухаев<sup>2</sup>, Егор Игоревич Крупкин<sup>3</sup>,  
Андрей Андреевич Карманов<sup>4</sup>

<sup>1, 2, 3, 4</sup> Пензенский государственный университет, ул. Красная, 40, 440026, Пенза, Россия

<sup>1</sup> sigoshina@mail.ru<sup>†</sup>, <https://orcid.org/0009-0001-7636-7461>

<sup>2</sup> muxaev008778@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0003-0892-8903>

<sup>3</sup> egor.krupkin99@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0001-0027-4744>

<sup>4</sup> starosta07km1@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-8318-8149>

**Аннотация.** Никель-цинковые (Ni–Zn) и магний-цинковые ферриты (Mg–Zn), а также композиты на их основе, являются одним из наиболее перспективных радиопоглощающих материалов, которые могут эффективно поглощать электромагнитное излучение в диапазоне частот от нескольких МГц до единиц ГГц. Многие вопросы, связанные с радиопоглощающими свойствами данных материалов, остаются открытыми до сих пор, что является следствием влиянием параметров образца, как на частотные зависимости магнитной и диэлектрической проницаемости, так и на параметры доменных стенок. В рамках настоящей работы предложена математическая модель процесса распространения электромагнитных волн в радиопоглощающих Ni–Zn ферритах. Поставлены граничные и начальные условия, учитывающие геометрию и микроструктуру образцов. Решение сформулированной краевой задачи на отрезке с использованием метода разделения переменных или метода Фурье показало, что амплитуда электромагнитной волны значительно уменьшается, пройдя половину толщины образца, что отвечает высоким радиопоглощающим свойствам исследуемых Ni–Zn ферритов. Проведен численный анализ отражения плоской поляризованной волны от двухслойной структуры Ni–Zn феррит/металлическая пластина в области частот до 100 МГц. Результаты моделирования верифицированы экспериментальными данными по радиопоглощающим свойствам Ni–Zn ферритов марки 1000НН. Показано, что использование предположения об экспоненциальном характере зависимостей диэлектрической и магнитной проницаемости от нормированной координаты применимы только в узком частотном диапазоне до 3 МГц, для которого экспериментальные данные и результаты численного анализа находятся в хорошем согласии.

**Ключевые слова:** радиопоглощающие ферриты, распространение электромагнитных волн, волновое уравнение, коэффициент отражения, частотная зависимость.

**Благодарности:** Авторы выражают благодарность д.т.н., профессору Андрееву В.Г. за помощь в постановке граничных и начальных условий, а также предоставленные экспериментальные данные по частотной зависимости магнитной проницаемости и коэффициенту отражения электромагнитных волн от двухслойной структуры Ni–Zn феррит/металлическая пластина.

---

**Для цитирования:** Игошина С.Е., Мухаев Д.А., Крупкин Е.И., Карманов А.А. Моделирование процесса распространения электромагнитных волн в радиопоглощающих Ni–Zn ферритах // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. 2023. Т. 20, № 3. С. 329–337. doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.005.

---

Original article

## SIMULATION OF PROPAGATION OF ELECTROMAGNETIC WAVES IN RADIO-ABSORBING Ni–Zn FERRITES

Svetlana E. Igoshina<sup>1†</sup>, Denis A. Muchaev<sup>2</sup>, Egor I. Krupkin<sup>3</sup>, Andrey A. Karmanov<sup>4</sup><sup>1,2,3,4</sup> Penza State University, Krasnaya Str., 40, Penza, 440026, Russia<sup>1</sup> sigoshina@mail.ru<sup>†</sup>, <https://orcid.org/0009-0001-7636-7461><sup>2</sup> muxaev008778@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0003-0892-8903><sup>3</sup> egor.krupkin99@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0001-0027-4744><sup>4</sup> starosta07km1@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-8318-8149>

**Abstract.** Nickel-zinc (Ni–Zn) and magnesium-zinc ferrites (Mg–Zn), as well as composites based on them, are one of the most promising radio absorbing materials that can effectively absorb electromagnetic radiation in the frequency range from several MHz to units of GHz. Many questions related to the radio-absorbing properties of these materials still remain open, which is a consequence of the influence of the sample parameters, both on the frequency dependences of the magnetic and dielectric permittivity, and on the parameters of the domain walls. Within the framework of this work, a mathematical model of the process of propagation of electromagnetic waves in radio-absorbing Ni–Zn ferrites is proposed. Boundary and initial conditions are set that take into account the geometry and microstructure of the samples. The solution of the formulated boundary value problem on a segment using the method of separation of variables or the Fourier method showed that the amplitude of the electromagnetic wave decreases significantly after passing half the thickness of the sample, which corresponds to the high radio absorbing properties of the investigated Ni–Zn ferrites. A numerical analysis of the reflection of a plane polarized wave from a two-layer structure Ni–Zn ferrite/metal plate in the frequency range to 100 MHz was carried out. The simulation results are verified by experimental data on the radio absorbing properties of Ni–Zn ferrites of the 1000NN brand. It is shown that the use of the assumption of the exponential nature of the dependences of the dielectric and magnetic permeability on the normalized coordinate is applicable only in a narrow frequency range up to 3 MHz, for which the experimental data and the results of numerical analysis are in good agreement.

**Keywords:** radio absorbing ferrites, propagation of electromagnetic waves, wave equation, reflection coefficient, frequency dependence.

**Acknowledgements:** The authors express their gratitude to Doctor of Technical Sciences, Professor Andreev V.G. for help in setting the boundary and initial conditions, as well as providing experimental data on the frequency dependence of magnetic permeability and the coefficient of reflection of electromagnetic waves from a two-layer structure of Ni–Zn ferrite/metal plate.

**For citation:** Igoshina, S. E., Muchaev, D. I., Krupkin, E. I. & Karmanov, A. A. (2023). Simulation of propagation of electromagnetic waves in radio-absorbing Ni–Zn ferrites. *Fundamental'nye problemy sovremennogo materialovedeniya (Basic Problems of Material Science (BPMS))*, 20(3), 329–337. (In Russ.). doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.005.

## Введение

Интерес к разработке новых и совершенствованию известных радиопоглощающих и радиоэкранирующих материалов не уменьшается с течением времени, о чем свидетельствуют многочисленные публикации в ведущих мировых изданиях [1–3]. Данный факт с одной стороны объясняется широтой сферы их практического применения, а с другой стороны известными ограничениями по диапазону частот, в котором они могут использоваться эффективно. Сегодня радиопоглощающие материалы стали не только основой для обеспечения электромагнитной совместимости изделий вычисли-

тельной техники, но и рассматривается их применение в медицинских приложениях [4–5]. В частности, была продемонстрирована возможность значительного снижения коэффициента удельного поглощения биомедицинской имплантируемой антенной системы за счет использования ферритовых пластин [6].

К одним из наиболее перспективных радиопоглощающих материалов относятся никель-цинковые (Ni–Zn) и магний-цинковые (Mg–Zn) ферриты, а также композиты на их основе, которые могут эффективно поглощать электромагнитное излучение в диапазоне частот от нескольких МГц до единиц ГГц. Так, например, в работе [7] предложено использование

радиопоглощающих Ni-Zn ферритов, полученных методом порошковой металлургии, для создания практически не отражающего (коэффициент ослабления мощности сигнала не менее 15 Дб) радиоволны покрытия в интервале частот от 30 МГц до 830 МГц. В рамках [8] продемонстрировано, что увеличение среднего размера зерна приводит к уменьшению частоты резонанса доменных границ Ni-Zn ферритов, расширению интервала поглощения электромагнитной энергии (до 1,3 ГГц) и уменьшению коэффициента отражения до 20 Дб и ниже.

При теоретическом описании радиопоглощающих свойств рассматриваемых ферритов преимущественно учитываются интерференционные эффекты при отражении электромагнитных волн, а также два основных резонансных явления [9]: естественный ферромагнитный резонанс и резонанс доменных границ, описываемый уравнением Деринга. Для Ni-Zn ферритов показано, что в зависимости от микроструктуры образца, естественный ферромагнитный резонанс играет ключевую роль в поглощении электромагнитных волн преимущественно при частотах более 300-500 МГц, а при более низких частотах важная роль отводится резонансу доменных стенок. Учет указанных резонансных явлений позволяет оценивать радиопоглощающие свойства Ni-Zn ферритов, однако только качественно и зачастую только на одной фиксированной частоте излучения [10]. Это, прежде всего, связано с тем, что изменение параметров образцов (состава, микроструктура и т.д.) оказывает влияние не только на параметры доменных стенок, но и на частотные зависимости магнитной и диэлектрической проницаемости [11, 12].

Поскольку Ni-Zn феррит в общем случае можно рассматривать, как неоднородную анизотропную среду, непосредственное решение задачи по отражению и поглощению электромагнитных волн для широкого диапазона частот сильно затруднено. Наклонное падение плоской электромагнитной волны из свободного пространства на феррит рассматривалось в работах [13-15], получены выражения для коэффициентов отражения и пропускания. При этом предполагалось, что заранее известны не только компоненты тензоров магнитной и диэлектрической проницаемости, но и закон распространения электромагнитных волн в феррите. В рамках [16] проводился анализ отражений от анизотропного слоя феррита с неоднородной прецессией намагниченности. Используя гра-

ничные условия, полученные исходя из непрерывности тангенциальных составляющих электрического и магнитных полей, найдены частотные зависимости коэффициентов отражения и поглощения. Предполагалось, что напряженность электрического и магнитного поля в анизотропном слое феррита подчиняются гармоническому временному закону, а компоненты тензора магнитной проницаемости, в свою очередь, описываются в рамках естественного ферромагнитного резонанса.

В рамках настоящей работы для теоретического изучения распространения электромагнитных волн в радиопоглощающих Ni-Zn ферритах развивается подход, основанный на использовании граничных условий, учитывающих микроструктуру и геометрию реальных образцов.

### Решение задачи распространения электромагнитного поля в Ni-Zn феррите

Пусть в плоскости декартовой системы координат  $(x,y)$  расположена прямоугольная пластина из радиопоглощающего Ni-Zn феррита (рис.1), имеющая толщину  $l$  и поперечный размер  $d$ . Падающая из воздуха на пластину под углом  $\theta$  к нормали электромагнитная волна  $E$ -поляризации имеет только одну составляющую вектора напряженности электрического поля  $\mathbf{E}_s = [0, 0, E_{sz}]$  и две составляющие вектора напряженности магнитного поля  $\mathbf{H}_s = [-H_{sx}, H_{sy}, 0]$ .

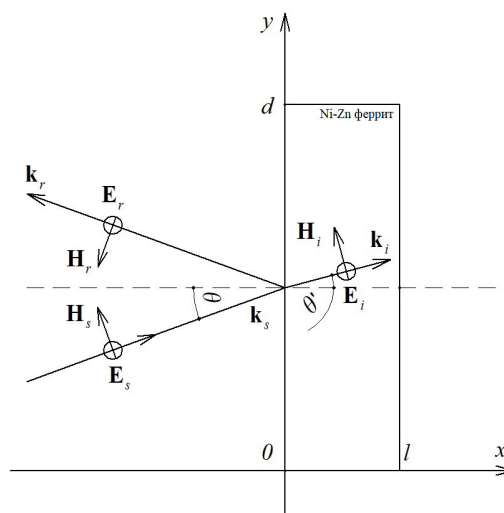


Рис.1. Падение электромагнитной волны  $E$ -поляризации на пластину из радиопоглощающего Ni-Zn феррита

Fig.1. The incidence of an electromagnetic wave of e-polarization on a plate of radio-absorbing Ni-Zn ferrite

Кроме падающей волны существует также основная отраженная волна, имеющая  $z$ -компоненту напряженности электрического поля  $E_r = [0, 0, E_r z]$ , а также  $x$ -компоненту и  $y$ -компоненту напряженности магнитного поля  $\mathbf{H}_s = [-H_{sx}, -H_{sy}, 0]$ .

Рассматриваемая среда обладает электропроводностью, так, что в ней могут возникать токи проводимости. Избыточные заряды отсутствуют. Непосредственно прямоугольной пластине из радиопоглощающего Ni-Zn феррита соответствует распространяющаяся в материале волна, которая имеет одну составляющую вектора напряженности электрического поля  $\mathbf{E}_i = [0, 0, E_{iz}]$  и две составляющие вектора напряженности магнитного поля  $\mathbf{H}_i = [-H_{ix}, H_{iy}, 0]$ . Здесь и далее будем полагать малость угла  $\theta$ , а также выполнение условия  $d \gg l$ , т.е. толщина пластины существенно меньше ее поперечного размера. Анализ будем проводить в отношении вектора напряженности электрического поля в Ni-Zn феррите, для удобства опустив нижний индекс.

С учетом всего вышеизложенного, волновое уравнение может быть записано в следующей форме:

$$E_{xx} + E_{yy} - \frac{\varepsilon\mu}{c^2} E_{tt} - \frac{4\pi\mu\sigma}{c^2} E_t = 0, \quad (1)$$

где  $c$  – скорость света,  $\sigma$  – удельная электропроводность.

Исходя из непрерывности тангенциальных составляющих напряженностей полей, выполнения условия  $d \gg l$ , а также рассматривая Ni-Zn феррит как неоднородную анизотропную среду, будем полагать, что уравнение (1) для  $0 \leq x \leq l$ ,  $0 \leq y \leq d$  удовлетворяет граничным условиям:

$$\left\{ \begin{array}{l} E(0, y, t) = E_0(1 - R_e) \\ E\left(\frac{l}{2}, y, t\right) = E_0 \frac{z_0}{z_t} T_e \\ E(x, 0, t) = 0 \\ E(x, d, t) = 0 \\ E_x(0, y, t) = (-1)^n E_x(l, y, t) \\ E_y(x, 0, t) = E_y(x, d, t) \end{array} \right., \quad (2)$$

и начальным условиям:

$$\left\{ \begin{array}{l} E(x, y, 0) = \frac{E_0}{\varepsilon} \\ E_t(x, y, 0) = 0 \end{array} \right., \quad (3)$$

где  $R_e$  и  $T_e$  – коэффициенты отражения и прохождения в случае электромагнитной волны  $E$ -поляризации, соответственно,  $E_0$  – начальная напряженность электрического поля,  $z_0$  и  $z_t$  – волновое сопротивление в вакууме и в Ni-Zn феррите соответственно,  $n \in \mathbb{N}$ .

При этом величины  $z_0$  и  $z_t$  определяются как:

$$z_0 = \sqrt{\frac{\mu_0}{\varepsilon_0}}, \quad z_t = \sqrt{\frac{\mu_0 \mu}{\varepsilon_0 \varepsilon}},$$

где  $\mu_0$  – магнитная постоянная,  $\varepsilon_0$  – электрическая постоянная.

Для решения поставленной нами краевой задачи применим метод Фурье или метод разделения переменных. Используя указанные методы, получим решение волнового уравнения (1), как функцию  $E(x, y, t)$ , соответствующую граничным условиям (2) и начальным условиям (3). Для этого поставим основную вспомогательную задачу: найти решение уравнения (1), не равное тождественно нулю и представимое в виде произведения:

$$E(x, y, t) = v(x, y)T(t). \quad (4)$$

Подставляя (4) в (1) и разделяя переменные, для функции  $v(x, y)$  получим следующую краевую задачу:

$$\left. \begin{array}{l} v_{xx} + v_{yy} + \lambda v = 0 \\ v(0, y) = E_0(1 - R_e) \\ v\left(\frac{l}{2}, y\right) = E_0 \frac{z_0}{z_t} T_e \\ v(x, 0) = 0 \\ v(x, d) = 0 \\ v_x(0, y) = (-1)^n v_x(l, y) \\ v_y(x, 0) = v_y(x, d) \end{array} \right\},$$

для решения которой также применим метод разделения переменных, полагая что:

$$v(x, y) = X(x)Y(y).$$

Нетривиальные решения поставленной задачи возможны лишь при значениях

$$\lambda = \lambda_{n,m} = \left(\frac{\pi n}{l}\right)^2 + \left(\frac{\pi m}{d}\right)^2.$$

Собственным значениям  $\lambda_{n,m}$  соответствуют собственные функции:

$$v_{n,m}(x,y) = X_n(x)Y_m(y) = \left[ E_0(1-R_e) \cos \frac{\pi n}{l} x + \frac{E_0 \frac{z_0}{z_t} T_e}{\sin \frac{\pi n}{2}} \sin \frac{\pi n}{l} x \right] \sin \left( \frac{\pi m}{d} y \right).$$

На следующем этапе рассмотрим уравнение для  $T(t)$ , получаемое при подстановке (4) в (1):

$$\frac{\varepsilon\mu}{c^2} T_{tt} + \frac{4\pi\mu\sigma}{c^2} T_t + \lambda T = 0.$$

Исходя из определенных ранее собственных значений  $\lambda_{n,m}$ , решением данного уравнения являются функции

$$T_{n,m}(t) = C_1 \exp(k_1 t) + C_2 \exp(k_2 t),$$

где

$$k_1 = -\frac{2\pi}{\varepsilon} \sigma + \sqrt{\frac{4\pi^2}{\varepsilon^2} \sigma^2 - \frac{\lambda}{\varepsilon\mu} c^2},$$

$$E(x,y,t) = \sum_{m=1}^{\infty} \sum_{n=1,3,5,\dots}^{\infty} \left[ E_0(1-R_e) \cos \frac{\pi n}{l} x + \frac{E_0 \frac{z_0}{z_t} T_e}{\sin \frac{\pi n}{2}} \sin \frac{\pi n}{l} x \right] \sin \left( \frac{\pi m}{d} y \right) \times \frac{8 \cdot (1 - \cos \pi n) \sin \frac{\pi n}{2}}{\pi^2 n \cdot m \cdot \varepsilon (1 - R_e)} \left[ \frac{k_2}{k_2 - k_1} \exp(k_1 t) + \frac{k_1}{k_1 - k_2} \exp(k_2 t) \right], \quad (4)$$

Следует отдельно отметить, что величины  $k_1$  и  $k_2$  можно интерпретировать, как определяющие характеристическое время затухания электромагнитной волны в Ni-Zn феррите [12]. Параметр  $\lambda$  определяет собственные значения, при которых существуют нетривиальные решения поставленной нами краевой задачи.

### Результаты численного моделирования распространения электромагнитного поля в Ni-Zn феррите

При проведении численного моделирования использовались следующие параметры Ni-Zn ферритов: толщина пластины  $l = 0,008$  м, поперечный размер  $d = 0,06$  м, начальная магнитная проницаемость  $\mu = 1150$ , начальная диэлектрическая проницаемость  $\varepsilon = 10$ , удельная электропроводность  $\sigma = 10^{-6}$  См/м, начальная напряженность электрического поля электромагнитной волны  $E$ -поляризации  $E_0 = 0,1$  В/м, частота волны в вакууме  $\gamma = 10^6$  Гц. Для уточнения результатов расчетов использовались экспериментальные данные по частотной зави-

$$k_2 = -\frac{2\pi}{\varepsilon} \sigma - \sqrt{\frac{4\pi^2}{\varepsilon^2} \sigma^2 - \frac{\lambda}{\varepsilon\mu} c^2},$$

В силу линейности и однородности уравнения (1) сумма частных решений

$$E(x,y,t) = \sum_{m=1}^{\infty} \sum_{n=1,3,5,\dots}^{\infty} v_{n,m}(x,y) T_{n,m}(t),$$

также удовлетворяет этому уравнению и граничным условиям (2).

Тогда, искомое решение уравнения (1) с учетом начальных условий (3) имеет вид:

симости магнитной проницаемости Ni-Zn марки 1000НН (рис.2).

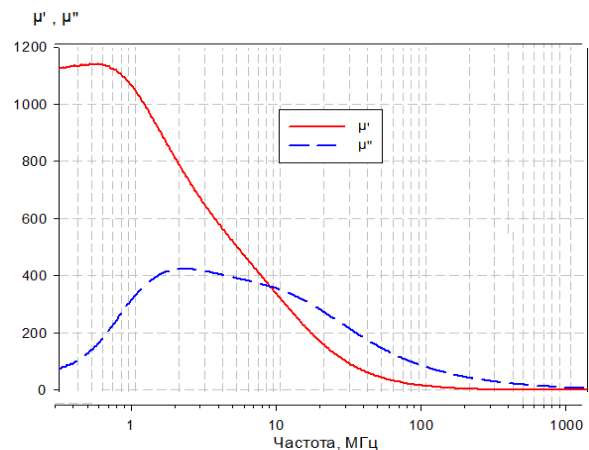
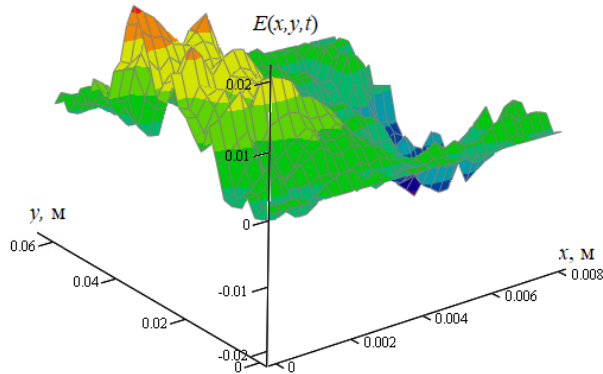


Рис.2. Спектр комплексной магнитной проницаемости образца Ni-Zn феррита 1000НН

Fig.2. Spectrum of the complex magnetic permeability of a sample of Ni-Zn ferrite 1000НН

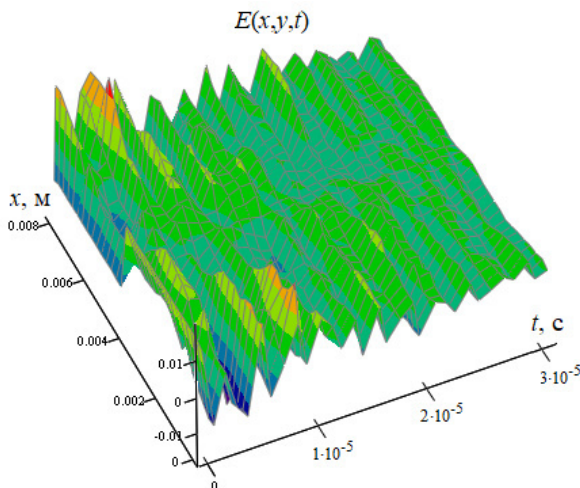
Результаты моделирования процесса распространения электромагнитной волны  $E$ -поляризации в Ni-Zn феррите представлены на рис.2-4. Зависимость  $E(x,y)$ , описываемая за-

коном (5), для момента времени  $t=5$  мкс показана на рис.3, а функции  $E(x,t)$  и  $E(y,t)$  для  $y=d/2$  и для  $x=l/2$  соответственно отражены на рис.4 и рис.5.



**Рис.3.** Распространение электромагнитной волны в Ni-Zn феррите для момента времени  $t=5$  мкс

**Fig.3.** Electromagnetic wave propagation in Ni-Zn ferrite for time  $t=5$   $\mu$ s

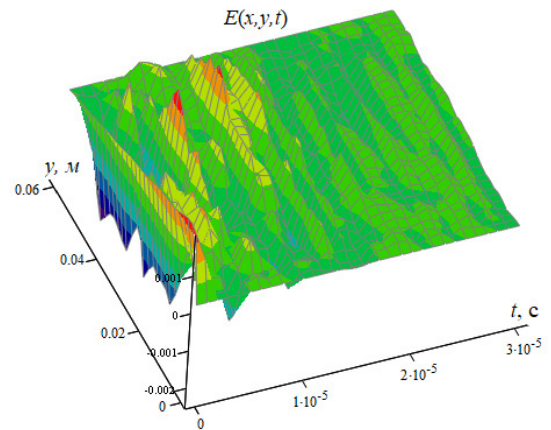


**Рис.4.** Распространение электромагнитной волны в Ni-Zn феррите (двумерный случай для  $y = d / 2$ )

**Fig.4.** Propagation of an electromagnetic wave in Ni-Zn ferrite (two-dimensional case for  $y = d / 2$ )

Анализ представленных зависимостей показывает, что амплитуда электромагнитной волны значительно уменьшается, пройдя половину толщины образца, что отвечает высоким радиопоглощающим свойствам исследуемых Ni-Zn ферритов.

Типичное время затухания электромагнитной волны  $E$ -поляризации в Ni-Zn феррите составляет порядка 30 мкс, что отвечает высоким значениям  $k_1$  и  $k_2$ .



**Рис.5.** Распространение электромагнитной волны в Ni-Zn феррите (двумерный случай для  $x = l / 2$ )

**Fig.5.** Propagation of an electromagnetic wave in Ni-Zn ferrite (two-dimensional case for  $x = l / 2$ )

#### Численный анализ отражения плоской поляризованной волны от двухслойной структуры Ni-Zn феррит/металлическая пластина

На следующем этапе работы рассматривалось взаимодействие электромагнитной волны  $E$ -поляризации с двухслойной структурой Ni-Zn феррит/металлическая пластина.

Использовались результаты работы [17], где было получено уравнение для коэффициента отражения  $R_e(\xi)$  для усеченного слоя, в предположении, что слева от рассматриваемой плоскости декартовой системы координат  $(x,y)$  магнитоэлектрик (в нашем случае Ni-Zn феррит) отсутствует:

$$\frac{\partial R_e}{\partial \xi} = \frac{1}{2 \cos \theta} [ \{1 - R_e\}^2 \cos^2 \theta \cdot A_1^e - A_2^e \{1 + R_e\}^2 ], \quad (5)$$

где  $\xi = x/l$  – нормированная координата,  $\theta$  – угол наклонного падения электромагнитной волны с  $E$ -поляризацией на слой неоднородного магнитоэлектрика,  $A_1^e(\xi) = -iK\mu(\xi)$  и  $A_2^e(\xi) = -iK \left[ \varepsilon(\xi) - \frac{\sin^2 \theta}{\mu(\xi)} \right]$ ,  $K$  – нормированное волновое число.

Нелинейное уравнение (6) представляет собой комплексное уравнение Риккати и численно интегрируется до  $\xi = 0$  с начальными условиями следующего вида:

$$R_e(1) = \frac{z_t - z_0}{z_t + z_0}.$$

Значение  $R_e(0)$  позволяет определить истинную величину коэффициента отражения электромагнитной волны  $E$ -поляризации.

Применительно к рассматриваемой задаче основная сложность численного анализ отражения электромагнитной волны  $E$ -поляризации от двухслойной структуры Ni-Zn феррит/металлическая пластина заключается в нахождении  $\varepsilon(\xi)$  и  $\mu(\xi)$ , т.е. их зависимостей от нормированной координаты, которые в общем случае определяются, как геометрией, так и микроструктурой образцов [16, 18]. Кроме того, диэлектрическая и магнитная проницаемости имеют как действительную, так и мнимую составляющие, зависящую от частоты, в результате чего характер поведения  $\varepsilon(\xi)$  и  $\mu(\xi)$  для различных частот может быть различен.

В рамках настоящей работы, предполагались экспоненциальные зависимости  $\varepsilon(\xi)$  и  $\mu(\xi)$ , задаваемые следующим образом:

$$\begin{aligned} \varepsilon(\xi) &= \varepsilon(0) \exp(\beta \xi), \\ \mu(\xi) &= \mu(0) \exp(-\beta \xi), \end{aligned}$$

где  $\varepsilon(0)$  и  $\mu(0)$  – начальные значения диэлектрической и магнитной проницаемости на поверхности Ni-Zn феррита,  $\beta$  – параметр определяемый геометрией и микроструктурой образца.

Результаты численного анализ отражения электромагнитной волны  $E$ -поляризации от двухслойной структуры Ni-Zn феррит/металлическая пластина представлены на рис.6. Маркерами отмечены экспериментальные данные для Ni-Zn ферритов марки 1000НН.

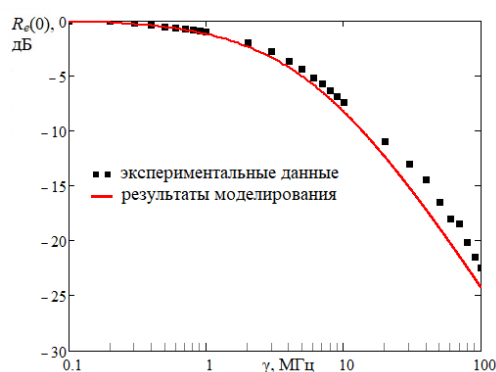


Рис.6. Частотная зависимость коэффициента отражения

Fig.6. Frequency dependence of the reflection coefficient

Анализ представленной на рис.6 зависимости показывает хорошее согласие экспериментальных данных и результатов моделирования коэффициента отражения в узкой области частот до  $\approx 3$  МГц. В более широком диапазоне частот (до 10 МГц) можно говорить об удовле-

творительном согласии результатов измерения и теоретической кривой, соответствующей уравнению (5). Вне этого диапазона результаты численного анализа становятся менее достоверными, что, по всей видимости, объясняется вышеуказанными сложностями моделирования. В частности, из рис.3 видно, что действительная и мнимая части магнитной проницаемости за пределами указанного диапазона существенно изменяют свою частотную зависимость, что вероятно приводит к отличному от экспоненциального характеру  $\varepsilon(\xi)$  и  $\mu(\xi)$ .

### Заключение

Таким образом, в рамках настоящей работы предложена математическая модель процесса распространения электромагнитных волн в радиопоглощающих Ni-Zn ферритах. С учетом геометрии и микроструктуры образцов сформулированы начальные и граничные условия краевой задачи, для решения которой применим метод Фурье или метод разделения переменных. Показано, что амплитуда электромагнитной волны значительно уменьшается, пройдя половину толщины образца, что отвечает высоким радиопоглощающим свойствам исследуемых Ni-Zn ферритов.

Проведен численный анализ отражения электромагнитной волны  $E$ -поляризации от двухслойной структуры Ni-Zn феррит/металлическая пластина в области частот до 100 МГц. Результаты моделирования верифицированы экспериментальными данными по радиопоглощающим свойствам Ni-Zn ферритов марки 1000НН. Выяснено, что предположения об экспоненциальном характере зависимостей диэлектрической и магнитной проницаемости от нормированной координаты применимы только в узком частотном диапазоне до 3 МГц. Дальнейшее совершенствование рассматриваемых моделей, прежде всего, должно быть связано с установлением характера  $\varepsilon(\xi)$  и  $\mu(\xi)$ , согласующегося с экспериментальными данными в широком диапазоне частот. Полученные результаты могут представлять значительный интерес при создании новых радиопоглощающих покрытий на основе никель-цинковых и магний-цинковых ферритов, используемых, в том числе, в биомедицинских приложениях.

### Список литературы

1. Radon A., Hawelek L., Lukowiec D., et al. Dielectric and electromagnetic interference shield

- properties of high entropy (Zn, Fe, Ni, Mg, Cd)Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ferrite // *Scientific reports*. 2019. V. 9, N 1. P. 1–13.
2. Iqbal A., Shahzad F., Hantanasirisakul K., et al. Anomalous absorption of electromagnetic waves by 2D transition metal carbonitride Ti<sub>3</sub>CNT<sub>x</sub> (MXene) // *Science*. 2020. V. 369, N 6502. P. 446–450.
  3. Fionov A., Kraev I., Yurkov G., et al. Radio-Absorbing Materials Based on Polymer Composites and Their Application to Solving the Problems of Electromagnetic Compatibility // *Polymers*. 2022. V. 14, N 15. P. 3026.
  4. Stoll J.A., Lachowicz D., Kmita A., et al. Synthesis of Manganese Zinc Ferrite Nanoparticles in Medical-Grade Silicone for MRI Applications // *International Journal of Molecular Sciences*. 2023. V. 24, N 6. P. 5685.
  5. Soliman M.M., Chowdhury M.E., Khandar A., et al. Review on medical implantable antenna technology and imminent research challenges // *Sensors*. 2021. V. 21, N 9. P. 3163.
  6. Mitra D., Das S., Paul S. SAR reduction for an implantable antenna using ferrite superstrate // 2019 International Workshop on Antenna Technology (iWAT). IEEE, 2019. P. 1–4.
  7. Костишин В.Г., Вергазов Р.М., Андреев В.Г. и др. Влияние микроструктуры на свойства радиопоглощающих никель-цинковых ферритов // *Материала электронная техника*. 2010. № 4. С. 18–21.
  8. Andreev V.G., Menshova S.B., Klimov A.N., et al. Influence of microstructure on properties of Ni–Zn ferrite radio-absorbing materials // *Journal of magnetism and magnetic materials*. 2015. V. 394. P. 1–6.
  9. Karanskij V.V., Smirnov S.V., Klimov A.S., et al. Gradient Structures of Ni–Zn Ferrites for Electromagnetic Radiation Protection Devices // *Inorganic Materials: Applied Research*. 2021. V. 12. P. 1185–1190.
  10. Derakhshani M., Taheri-Nassaj E., Jazirehpour M., Masoudpanah S.M. Structural, magnetic, and gigahertz-range electromagnetic wave absorption properties Ni–Zn ferrite // *Scientific reports*. 2021. V. 11, N 1. P. 1–13.
  11. Куц Л.Е., Жевалев О.Ю., Котина Н.М., Родионов И.В. Влияние температуры на изменение давления кислорода в контакте феррит-металл // *Фундаментальные проблемы современного материаловедения*. 2017. Т. 14, № 1. С. 84–87.
  12. Amiri G.R., Yousefi M.H., Abolhassani M.R., et al. Magnetic properties and microwave absorption in Ni–Zn and Mn–Zn ferrite nanoparticles synthesized by low-temperature solid-state reaction // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2011. V. 323, N 6. P. 730–734.
  13. Hurd R.A. Scattering by a Ferrite Quadrant // *Journal of Electromagnetic Waves and Applications*. 1989. V. 3, N 5. P. 463–479.
  14. Yin W.Y., Guo B., Dong X.T. Comparative study on the interaction of electromagnetic wave with multi-layer omega(chiro) ferrites slabs // *Journal of Electromagnetic Waves and Applications*. 2003. V. 17. N. 1. P. 15–29–479.
  15. Jin X. W., Lin J. The contributions of Gilbert-damping and inhomogeneous exchange effects on the electromagnetic short waves propagation in saturated ferrite films // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2020. V. 514. P. 167192.
  16. Панин Д.Н., Никушин А.В. Анализ отражений от анизотропного слоя феррита с неоднородной прецессией намагниченности // *Методы и устройства передачи и обработки информации*. 2012. № 14. С. 60–65.
  17. Панин Д.Н. Численный анализ отражений плоской поляризованной волны электромагнитной волны // *Журнал радиоэлектроники*. 2007. № 2. С. 1–9.
  18. Pardavi-Horvath M. Ferrite-Based Electronic Bandgap Heterostructures and Metamaterials // *Modern Ferrites: Basic Principles, Processing and Properties*. 2022. V. 1. P. 457–472.

#### Информация об авторах

С. Е. Игошина – кандидат физико-математических наук, доцент кафедры нано- и микроэлектроники Пензенского государственного университета.

Д. А. Мухаев – студент кафедры нано- и микроэлектроники Пензенского государственного университета.

Е. И. Крупкин – студент кафедры нано- и микроэлектроники Пензенского государственного университета.

А. А. Карманов – кандидат физико-математических наук, доцент кафедры нано- и микроэлектроники Пензенского государственного университета.

#### References

1. Radon, A., Hawelek, L. & Lukowiec, D., et al. (2019). Dielectric and electromagnetic interference shield properties of high entropy (Zn, Fe, Ni, Mg, Cd)Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ferrite. *Scientific reports*, 9(1), 1–13.

2. Iqbal, A., Shahzad, F. & Hantanasirisakul, K., et al. (2020). Anomalous absorption of electromagnetic waves by 2D transition metal carbonitride Ti<sub>3</sub>CNT<sub>x</sub> (MXene). *Science*, 369(6502), 446v450.



3. Fionov, A., Kraev, I. & Yurkov, G., et al. (2022). Radio-Absorbing Materials Based on Polymer Composites and Their Application to Solving the Problems of Electromagnetic Compatibility. *Polymers*, 14(15), 3026.
4. Stoll, J. A., Lachowicz, D. & Kmita, A., et al. (2023). Synthesis of Manganese Zinc Ferrite Nanoparticles in Medical-Grade Silicone for MRI Applications. *International Journal of Molecular Sciences*, 24(6), 5685.
5. Soliman, M. M., Chowdhury, M. E. & Khandar, A., et al. (2021). Review on medical implantable antenna technology and imminent research challenges. *Sensors*, 21(9), 3163.
6. Mitra, D., Das, S. & Paul, S. (2019). SAR reduction for an implantable antenna using ferrite superstrate. 2019 International Workshop on Antenna Technology (iWAT). IEEE. P. 1–4.
7. Kostishin, V. G., Vergazov, R. M. & Andreev, V. G., et al. (2010). Influence of microstructure on properties of radio absorbing nickel-zinc ferrites. *Materiala elektronika*, (4), 18–21. (In Russ.).
8. Andreev, V. G., Menshova, S. B. & Klimov, A. N., et al. (2015). Influence of microstructure on properties of Ni–Zn ferrite radio-absorbing materials. *Journal of magnetism and magnetic materials*, 394, 1–6.
9. Karanskij, V. V., Smirnov, S. V. & Klimov, A. S., et al. (2021). Gradient Structures of Ni–Zn Ferrites for Electromagnetic Radiation Protection Devices. *Inorganic Materials: Applied Research*, 12, 1185–1190.
10. Derakhshani, M., Taheri-Nassaj, E., Jazirehpour, M. & Masoudpanah, S. M. (2021). Structural, magnetic, and gigahertz-range electromagnetic wave absorption properties Ni–Zn ferrite. *Scientific reports*, 11(1), 1–13.
11. Kuts, L. E., Zhevaley, O. Yu., Kotina, N. M. & Rodionov, I. V. (2017). Influence of temperature on the change of oxygen pressure in the ferrite-metal contact. *Fundamental'nye problemy sovremennogo materialovedeniya (Basic Problems of Material Science (BPMS))*, 14(1), 84–87. (In Russ.).
12. Amiri, G. R., Yousefi, M. H. & Abolhasani, M. R., et al. (2011). Magnetic properties and microwave absorption in Ni–Zn and Mn–Zn ferrite nanoparticles synthesized by low-temperature solid-state reaction. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 323(6), 730–734.
13. Hurd, R. A. (1989). Scattering by a Ferrite Quadrant. *Journal of Electromagnetic Waves and Applications*, 3(5), 463–479.
14. Yin, W. Y., Guo, B. & Dong, X. T. (2003). Comparative study on the interaction of electromagnetic wave with multi-layer omega(chiro) ferrites slabs. *Journal of Electromagnetic Waves and Applications*, 17(1), P. 15–29–479.
15. Jin, X. W. & Lin, J. (2020). The contributions of Gilbert-damping and inhomogeneous exchange effects on the electromagnetic short waves propagation in saturated ferrite films. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 514, 167192.
16. Panin, D. N. & Nikushin, A. V. (2012). Analysis of reflections from an anisotropic ferrite layer with non-uniform magnetization precession. *Methods and devices for information transfer and processing*, (14), 60–65. (In Russ.).
17. Panin, D. N. (2007). Numerical analysis of reflections of a plane polarized electromagnetic wave. *Journal of Radioelectronics*, (2), 1–9. (In Russ.).
18. Pardavi-Horvath, M. (2022). Ferrite-Based Electronic Bandgap Heterostructures and Metamaterials. *Modern Ferrites: Basic Principles, Processing and Properties*, 1, 457–472.

#### Information about the authors

S. E. Igoshina – Ph.D. in Physics and Mathematics, Associate Professor at the Department of Nano- and Microelectronics, Penza State University.

D. A. Mukhaev – Student at the Department of Nano- and Microelectronics of Penza State University.

E. I. Krupkin – Student at the Department of Nano- and Microelectronics, Penza State University.

A. A. Karmanov – Ph.D. in Physics and Mathematics, Associate Professor at the Department of Nano- and Microelectronics, Penza State University.

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.  
The authors declare that there is no conflict of interest.

Статья поступила в редакцию 21.06.2023; одобрена после рецензирования 03.07.2023; принята к публикации 17.07.2023.

The article was received by the editorial board on 21 June 23; approved after reviewing 03 July 23; accepted for publication 17 July 23.

Научная статья

1.3.8. Физика конденсированного состояния (физико-математические науки)

УДК 539.12.043

doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.006

**ЭВОЛЮЦИЯ СТРУКТУРЫ ПОРОШКОВОЙ СМЕСИ СОСТАВА Ti+Al В ПРОЦЕССЕ МЕХАНИЧЕСКОЙ АКТИВАЦИИ****Валерий Юрьевич Филимонов<sup>1†</sup>, Марина Владимировна Логинова<sup>2</sup>,  
Алексей Викторович Собачкин<sup>3</sup>, Александр Андреевич Ситников<sup>4</sup>,  
Владимир Иванович Яковлев<sup>5</sup>, Андрей Юрьевич Мясников<sup>6</sup>, Александр Андреевич Розный<sup>7</sup>**<sup>1</sup> Институт водных и экологических проблем СО РАН, ул. Молодежная, 1, 656038, Барнаул, Россия<sup>2, 3, 4, 5, 6, 7</sup> Алтайский государственный технический университет им. И.И. Ползунова, пр. Ленина, 46, 656038, Барнаул, Россия<sup>1</sup> vyfilimonov@rambler.ru<sup>†</sup>, <https://orcid.org/0000-0003-0229-7058><sup>2</sup> logi\_m@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-6518-3598><sup>3</sup> sobalvi@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9159-1122><sup>4</sup> sitalan@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-4023-0869><sup>5</sup> yak1961@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0002-5635-5981><sup>6</sup> myasnikov-andre@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0002-3289-9087><sup>7</sup> alex.rozny@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0001-8603-5874>

**Аннотация.** В представленной работе проведено изучение эволюции структуры механически активированной порошковой смеси состава Ti+Al при продолжительности процесса активации 3, 10, 17 мин. В качестве активатора использовалась планетарная шаровая мельница АГО-2 с двумя цилиндрами. Объем каждого цилиндра составлял 160 см<sup>3</sup>, диаметр шаров 8 мм, масса порошка в каждом цилиндре 10 г, масса шаров 200 г. Центробежное ускорение цилиндров составляло 400 мс<sup>-2</sup> (40 g). Исследования микроструктуры активированных смесей проводились с использованием сканирующего электронного микроскопа SEM S-3400N Hitachi Science Systems Ltd на основе модуля HyperMAP оригинального программного обеспечения. Анализ активированных смесей проводился на дифрактометре ДРОН-6, с CuK-излучением ( $\lambda=1,5418 \text{ \AA}$ ). Шаг сканирования составлял 0,05°, время экспозиции – 3 с. В процессе анализа микроструктур выявлено, что активированная смесь характеризуется элементом структуры, представляющим собой пластичную матрицу алюминия с внедренными частицами титана (механокомпозит). Для каждого интервала времени механической активации проводился дисперсный анализ активированной порошковой смеси с целью построения гистограмм распределения как по размерам частиц механокомпозита, так и по размерам частиц титана, распределенных в объеме матрицы. Установлено, что на первой стадии активации наблюдается рост размеров механокомпозитов, на второй стадии доминирует процесс измельчения, что связано с конкуренцией процессов разрушения и агломерации. Размер частиц титана в матрице при этом монотонно уменьшается. Анализ дифрактограмм процесса позволил установить, что основные изменения структуры кристаллической решетки компонентов размола происходят на ранних стадиях процесса механической активации, при этом соединений на основе титана и алюминия не обнаружено для всех времен активации.

**Ключевые слова:** механическая активация, планетарная мельница, механокомпозит, микроструктура, дисперсный анализ, рентгенофазный анализ.

**Благодарности:** Работа поддержана Министерством науки и высшего образования Российской Федерации (FZMM-2023-0003).

**Для цитирования:** Филимонов В.Ю., Логинова М.В., Собачкин А.В., Ситников А.А., Яковлев В.И., Мясников А.Ю., Розный А.А. Эволюция структуры порошковой смеси состава Ti+Al в процессе механической активации // *Фундаментальные проблемы современного материаловедения*. 2023. Т. 20, № 3. С. 338–343. doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.006.

## EVOLUTION OF THE STRUCTURE OF Ti+Al POWDER MIXTURE DURING MECHANICAL ACTIVATION

Valeriy Yu. Filimonov<sup>1†</sup>, Marina V. Loginova<sup>2</sup>, Alexey V. Sobachkin<sup>3</sup>, Alexander A. Sitnikov<sup>4</sup>, Vladimir I. Yakovlev<sup>5</sup>, Andrey Yu. Myasnikov<sup>6</sup>, Alexander A. Rozny<sup>7</sup>

<sup>1</sup> Institute for Water and Environment Problems, Molodezhnaya Str., 1, Barnaul, 656038, Russia

<sup>2, 3, 4, 5, 6, 7</sup> I.I. Polzunov Altai State Technical University, Lenin Pr., 46, Barnaul, 656038, Russia

<sup>1</sup> vyfilimonov@rambler.ru<sup>†</sup>, <https://orcid.org/0000-0003-0229-7058>

<sup>2</sup> logi\_m@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-6518-3598>

<sup>3</sup> sobalvi@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9159-1122>

<sup>4</sup> sitalan@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-4023-0869>

<sup>5</sup> yak1961@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0002-5635-5981>

<sup>6</sup> myasnikov-andre@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0002-3289-9087>

<sup>7</sup> alex.rozny@mail.ru, <https://orcid.org/0009-0001-8603-5874>

**Abstract.** In the work presented, the evolution of the structure of a mechanically activated powder mixture of Ti + Al composition was studied for the duration of the activation process of 3, 10, 17 min. The AGO-2 planetary ball mill with two vials was used as an activator. The volume of each vial was 160 cm<sup>3</sup>, the diameter of the balls was 8 mm, the mass of the powder in each cylinder was 10 g, and the mass of the balls was 200 g. The centrifugal acceleration of the cylinders was 400 ms<sup>-2</sup> (40 g). Studies of the microstructure of activated mixtures were carried out using a scanning electron microscope SEM S-3400N Hitachi Science Systems Ltd based on the HyperMAP module of the original software. The activated mixtures were analyzed on DRON-6 diffractometer with CuK radiation ( $\lambda=1.5418 \text{ \AA}$ ). The scanning step was 0.05°, the exposure time was 3 s. During the analysis of microstructures, it was revealed that the activated mixture is characterized by a structural element representing a plastic matrix of aluminum with embedded titanium particles (mechanocomposite). For each time interval of mechanical activation, a dispersion analysis of the activated powder mixture was carried out in order to construct distribution histograms both in terms of the particle size of the mechanocomposite and in terms of the size of titanium particles distributed in the volume of the matrix. It was established that at the first stage of activation, an increase in the size of mechanocomposites is observed, at the second stage, the grinding process dominates, which is associated with the competition between the processes of destruction and agglomeration. The size of titanium particles in the matrix decreases monotonically in this case. An analysis of the diffraction patterns of the process made it possible to establish that the main changes in the structure of the crystal lattice of the grinding components occur at the early stages of the mechanical activation process, while compounds based on titanium and aluminum were not found for all activation times.

**Keywords:** mechanical activation, planetary mill, mechanocomposite, microstructure, dispersion analysis, X-ray diffraction analysis.

**Acknowledgements:** The study was supported by Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation (FZMM-2023-0003).

**For citation:** Filimonov, V. Yu., Loginova, M. V., Sobachkin, A. V., Sitnikov, A. A., Yakovlev, V. I., Myasnikov, A. Yu. & Rozny, A. A. (2023). Evolution of the structure of Ti+Al powder mixture during mechanical activation. *Fundamental'nye problemy sovremennogo materialovedeniya (Basic Problems of Material Science (BPMS))*, 20(3), 338–343. (In Russ.). doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.006.

### Введение

В последние десятилетия, благодаря активному развитию механохимии, интенсивно развивается направление, позволяющее создавать наноразмерные порошковые композиты с использованием специализированных шаровых мельниц [1-3]. Данный процесс носит название механической активации (МА) [2]. Основным преимуществом процесса МА, является формирование практически идеального контакта реа-

гентов в твердой фазе. Однако МА приводит и к другим важным результатам: в процессе активации поверхности реагентов очищаются от окислов и примесей; в процессе механического воздействия на смесь происходит формирование неравновесных дефектов структуры, что приводит к интенсификации диффузионных процессов и повышению реакционной способности компонентов в твердой фазе [2].

Вполне очевидно, что для понимания сложных процессов самоорганизации структур в

процессе МА, необходимо иметь представление об эволюции формирования таких структур на разных этапах механической активации. В частности установлено, что в зависимости от природы компонентов, в бинарных смесях существует две наиболее характерных ситуации, определяющие характер контакта реагентов: пластичный-пластичный, хрупкий-пластичный [4]. Вполне очевидно, что в этой ситуации возникает два характерных масштаба гетерогенности. Первый определяется размером механокомпозиата, второй, размером частиц хрупкого компонента в объеме пластичного. При использовании механокомпозиатов в качестве прекурсоров для термической активации процесса высокотемпературного синтеза (процесс МАСВС) [2] важно иметь подробную информацию о структуре и размерах механокомпозиатов, полученных в результате активационного воздействия. Не менее значимым в этом отношении является размер частиц хрупкого компонента, внедренного в пластичную матрицу, поскольку именно он определяет элементарную ячейку гетерогенной реакции. Таким образом, размер механокомпозиата и размер частиц хрупкого реагента могут в значительной степени определять тепловой режим синтеза и, следовательно, состав и свойства продукта реакции горения. Следует заметить, что в технологически значимой системе Ti–Al (в отличие от системы Ni–Al) эти вопросы мало изучены.

### Приборы и материалы

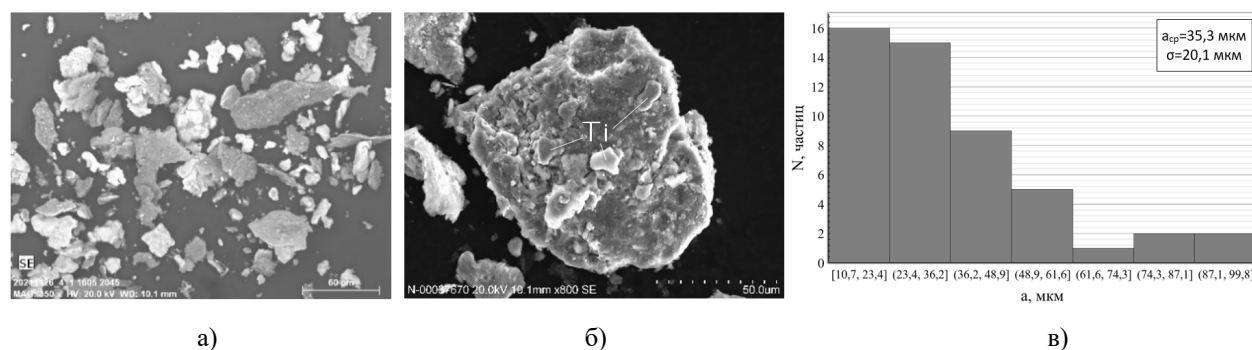
Порошки титана (99,9 %) со средним размером 60 мкм и порошки алюминия (чистота 99 %) со средним размером 20 мкм смешивались в эквимолярном соотношении 1:1 (36 мас. % Al). Механическую активацию проводили в шаровой планетарной мельнице

АГО-2 с двумя цилиндрами. Объем цилиндра 160 см<sup>3</sup>, диаметр шаров 8 мм, масса порошка в каждом цилиндре 10 г, масса шаров 200 г. Центробежное ускорение цилиндров 400 мс<sup>-2</sup> (40 g). Для предотвращения окисления цилиндры откачивали до давления 0,1 атм., а затем заполняли аргоном до давления 0,3 МПа. После механического измельчения порошки выгружали из цилиндров в специализированный бокс в атмосфере аргона. Продолжительность процессов измельчения составляла 3, 10 и 17 мин. Исследования микроструктуры активированных смесей проводились с использованием сканирующего электронного микроскопа SEM S-3400N Hitachi Science Systems Ltd на основе модуля HyperMAP оригинального программного обеспечения. Фазовый анализ продуктов реакции проводился на дифрактометре ДРОН-6, с CuK $\alpha$  -излучением ( $\lambda=1,5418 \text{ \AA}$ ).

### Результаты и обсуждения

Для анализа эволюции структуры механокомпозиатов и частиц титана, использовались массивы данных из 49 элементов. Гистограммы распределения по размерам строились на 7 интервалах.

На рис.1. представлены элементы структуры, полученные после трех минут МА, и соответствующая гистограмма распределения механокомпозиатов по размерам. Как следует из рисунка, на первом этапе МА формируются первичные структуры механокомпозиатов. Средний размер частиц составляет 35,3 мкм, при этом наблюдается разброс по размерам в широком диапазоне (20,1 мкм). Доля крупных частиц (в диапазоне 74-88 мкм) является значительной.

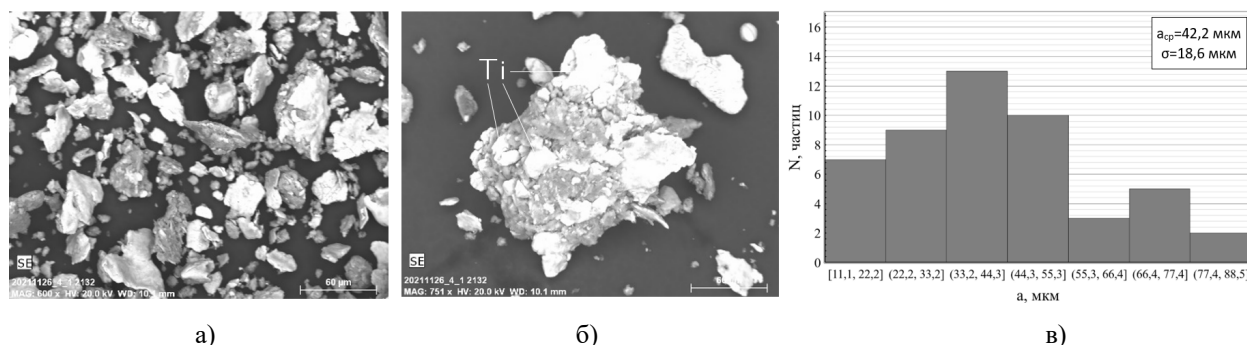


**Рис.1.** Изображение элементов структуры после трех минут МА: (а) общий вид смеси; (б) строение механокомпозиата; (в) гистограмма распределения по размерам механокомпозиатов

**Fig.1.** Image of the structural elements after three minutes of MA: (a) general view of the mixture; (b) the structure of the mechanocomposite; (c) the histogram of the size distribution of mechanocomposites

На рис.2 представлены элементы структуры, полученные после 10 минут МА. На данном этапе отчетливо наблюдаются частицы-агломераты с матричной структурой. Механокомпозиты приобретают более округлую форму, большая часть частиц титана вовлечена в процесс формирования структур. Распределение частиц титана в матрице становится более

равномерным, при этом доля титанового компонента в объеме механокомпозита возрастает. Максимум функции распределения заметно сдвигается в область более крупных частиц, средний размер механокомпозита также возрастает. Сравнительный анализ с рис.1 позволяет сделать вывод, что в данном случае возрастает и доля крупных образований в смеси.

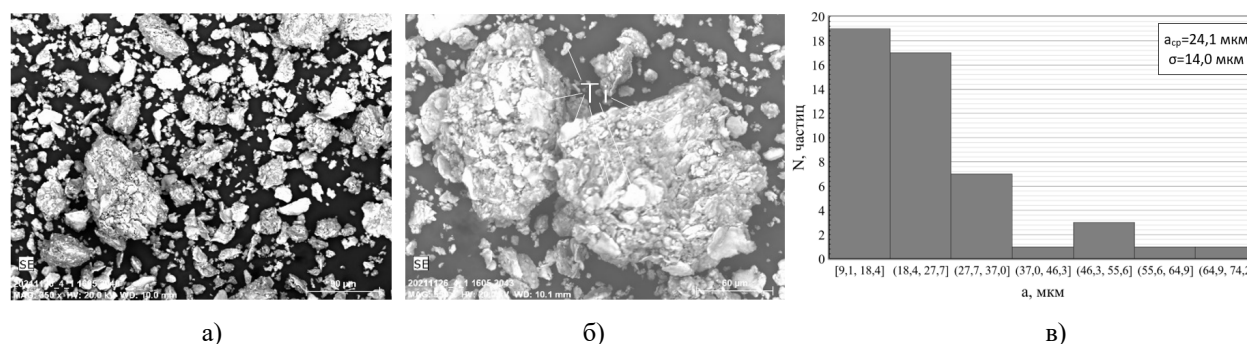


**Рис.2.** Изображение элементов структуры после десяти минут МА: (а) общий вид смеси; (б) строение механокомпозита; (в) гистограмма распределения по размерам механокомпозитов

**Fig.2.** Image of the structural elements after ten minutes of MA: (a) general view of the mixture; (b) the structure of the mechano-composite; (c) the histogram of the size distribution of mechano-composites

На рис.3. представлены элементы структуры, полученные после семнадцати минут МА. В данном случае наблюдается отчетливая тенденция к уменьшению размеров частиц механокомпозитов. Уменьшается как разброс по размерам, так и доля крупных частиц.

денция к уменьшению размеров частиц механокомпозитов. Уменьшается как разброс по размерам, так и доля крупных частиц.



**Рис.3.** Изображение элементов структуры после семнадцати минут МА: (а) общий вид смеси; (б) строение механокомпозита; (в) гистограмма распределения по размерам механокомпозитов

**Fig.3.** Image of the structural elements after seventeen minutes of MA: (a) general view of the mixture; (b) the structure of the mechano-composite; (c) the histogram of the size distribution of mechano-composites

Частицы агломерируются в структуры более равноосной формы. В таблице 1 приведены параметры распределения размеров частиц титана для разных времен МА.

Как следует из таблицы, существенное уменьшение размеров частиц титана наблюдается уже на ранней стадии размола, т.е. на 3-х минутах МА. Именно, средний размер уменьшается от 63 мкм. до 18,6 мкм. В отличие от механокомпозитов, с ростом времени МА размер частиц титана монотонно уменьшается от 18,6 до 2 мкм. При этом коэффициент вариации

незначительно растет. Как показывают результаты эксперимента, дальнейший рост времени МА не приводит к каким-либо значимым изменениям в отношении среднего размера частиц титана.

На рис.4 представлены дифрактограммы продуктов МА для различной продолжительности процесса. Как следует из рисунка, каких-либо соединений на основе алюминия и титана не наблюдается. Рост времени механоактивационной обработки сопровождается снижением интенсивности дифракционных пиков и их

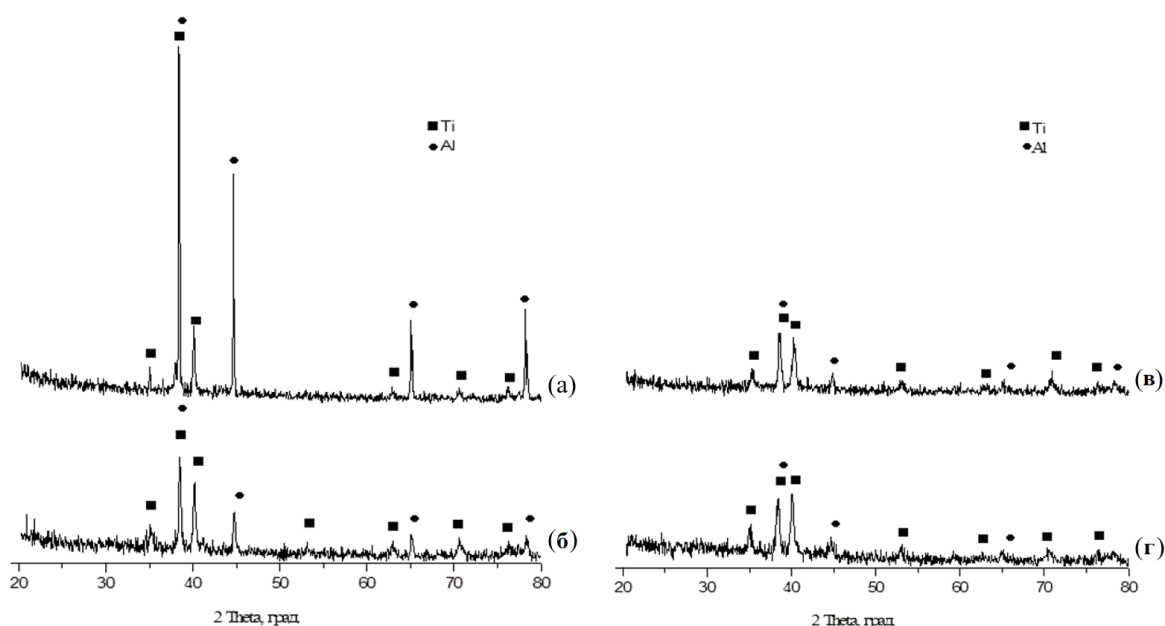
уширением, что, как известно, определяется уменьшением размеров зерен и ростом концентрации неравновесных дефектов структуры [5]. Основные изменения в структуре дифрактограмм наблюдаются до трех минут МА. Анало-

гичная ситуация наблюдалась в [5]. Можно предположить, что в данном режиме размол, после трех минут МА, достигается устойчивое состояние решеток компонентов, которое не меняется вплоть до 17 мин. МА.

**Таблица 1.** Параметры распределения для частиц титана для разных времен МА

**Table 1.** Distribution parameters for titanium particles for different MA times

Время МА	0	3	10	17
$d_{cp}$ (мкм)	63	18,6	6,1	2,2
$\sigma$ (мкм)	29,9	9,5	3,7	1,7
$\sigma / d_{cp}$	0,47	0,51	0,6	0,77



**Рис.4.** Дифрактограммы продуктов МА для различных времен обработки: (а) исходная смесь; (б) 3 мин. МА; (в) 10 мин. МА; (г) 17 мин. МА

**Fig.4.** Diffractograms of MA products for different processing times: (a) initial mixture; (b) 3 min. MA; (c) 10 min. MA; (d) 17 min. MA

### Заключение

На начальном этапе формирования механокомпозитов происходит процесс раскатывания частиц пластичного алюминия с дальнейшим внедрением в них частиц титана. Рост продолжительности процесса МА с 3-х до 10 мин. приводит к укрупнению механокомпозитов и росту доли крупных частиц в смеси. Однако дальнейший рост продолжительности МА до 17 мин. приводит к уменьшению среднего размера механокомпозита, заметному сдвигу функции распределения в область малых размеров и уменьшению доли крупных образований. Что касается частиц титана, внедренных в матрицу, здесь наблюдается монотонное снижение размеров от 63 мкм до 2 мкм. Основные изменения структурных параметров кристалли-

ческой решетки компонентов обнаружены на начальной стадии активации до 3-х мин. МА.

### Список литературы

1. Ляхов Н.З., Талако Т.Л., Григорьева Т.Ф. Влияние механоактивации на процессы фазо и структурообразования при самораспространяющемся высокотемпературном синтезе. Новосибирск: Параллель, 2008. 168 с.
2. Ломовский О.И. Механокомпозиты – прекурсоры для создания материалов с новыми свойствами. Новосибирск: СО РАН, 2010. 423 с.
3. Suryanarayana S. Mechanical alloying and milling // Progress in materials science. 2001. V. 46, Iss. 1–2. P. 1–184.

4. Bendjamin J.S., Volin T.E. The mechanism of mechanical alloying // *Metallurgical transactions*. 1974. V. 5, Iss. 8. P. 1929–1934.

5. Filimonov V.Yu., Korchagin M.A., Diitenberg I.A., Tyumentsev A.N., Lyakhov N.Z. High temperature synthesis of single-phase  $Ti_3Al$  intermetallic compound in mechanically activated powder mixture // *Powder Technology*. 2013. V. 235. P. 606–613.

#### Информация об авторах

В. Ю. Филимонов – доктор физико-математических наук, профессор Алтайского государственного технического университета им. И.И. Ползунова.

М. В. Логинова – кандидат технических наук, старший научный сотрудник Алтайского государственного технического университета им. И.И. Ползунова.

А. В. Собачкин – кандидат технических наук, старший научный сотрудник Алтайского государственного технического университета им. И.И. Ползунова.

А. А. Ситников – доктор технических наук, профессор, директор Алтайского государственного технического университета им. И.И. Ползунова.

В. И. Яковлев – кандидат технических наук, доцент Алтайского государственного технического университета им. И.И. Ползунова.

А. Ю. Мясников – заведующий лабораторией Алтайского государственного технического университета им. И.И. Ползунова, младший научный сотрудник Института химии твердого тела и механохимии СО РАН.

А. А. Розный – инженер-исследователь Алтайского государственного технического университета им. И.И. Ползунова.

#### References

1. Lyakhov, N. Z., Talako, T. L. & Grigorieva, T.F. (2008). Influence of mechanical activation on

the processes of phase and structure formation in self-propagating high-temperature synthesis. Novosibirsk: Parallel. P. 168. (In Russ.).

2. Lomovsky, O. I. (2010). Mechanocomposites – precursors for the creation of materials with new properties. Novosibirsk: SB RAS. P. 423. (In Russ.).

3. Suryanarayana, C. (2001). Mechanical alloying and milling. *Progress in materials science*, 46 (1–2), 1–184.

4. Bendjamin, J. S. & Volin, T. E. (1974). The mechanism of mechanical alloying. *Metallurgical transactions*, 5(8), 1929–1934.

5. Filimonov, V. Yu., Korchagin, M. A., Diitenberg, I. A., Tyumentsev, A. N. & Lyakhov, N. Z. (2013). High temperature synthesis of single-phase  $Ti_3Al$  intermetallic compound in mechanically activated powder mixture. *Powder Technology*, 235, 606–613.

#### Information about the authors

V. Yu. Filimonov – Doctor of Physical and Mathematical Sciences, Professor, I.I. Polzunov Altai State Technical University.

M. V. Loginova – Candidate of Technical Sciences, Senior Researcher, I.I. Polzunov Altai State Technical University.

A. V. Sobachkin – Candidate of Technical Sciences, Senior Researcher, I.I. Polzunov Altai State Technical University.

A. A. Sitnikov – Doctor of Technical Sciences, Professor, Director, I.I. Polzunov Altai State Technical University.

V. I. Yakovlev – Candidate of Technical Sciences, Assistant Professor, I.I. Polzunov Altai State Technical University.

A. Yu. Myasnikov – Head of the Laboratory, I.I. Polzunov Altai State Technical University; Junior Researcher, Institute of Solid State Chemistry and Mechanochemistry SB RAS.

A. A. Rozny – Research Engineer, I.I. Polzunov Altai State Technical University.

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.  
The authors declare that there is no conflict of interest.

Статья поступила в редакцию 01.07.2023; одобрена после рецензирования 17.07.2023; принята к публикации 01.08.2023.

The article was received by the editorial board on 01 July 23; approved after reviewing 17 July 23; accepted for publication 01 Aug. 23.

Научная статья

1.3.8. Физика конденсированного состояния (физико-математические науки)

УДК 537.86, 530.182

doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.007

## **ДИСКРЕТНЫЙ БРИЗЕР В МОДЕЛЬНОЙ 3D ОЦК РЕШЁТКЕ $\text{Cr}_2\text{Al}$ СО СВЕРХСТРУКТУРОЙ $\text{C11}_b$ , ОСНОВАННЫЙ НА ДЕЛОКАЛИЗОВАННЫХ МОДАХ**

**Николай Николаевич Медведев<sup>1†</sup>, Михаил Дмитриевич Старостенков<sup>2</sup>,  
Павел Васильевич Захаров<sup>3</sup>, Юрий Владимирович Бебихов<sup>4</sup>**

<sup>1</sup> Бийский технологический институт филиал Алтайского государственного технического университета им. И.И. Ползунова, ул. Трофимова, 27, 659305, Бийск, Россия

<sup>2</sup> Алтайский государственный технический университет им. И.И. Ползунова, пр. Ленина, 46, 656038, Барнаул, Россия

<sup>3</sup> Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, ул. Политехническая, 29, 195251, Санкт-Петербург, Россия

<sup>4</sup> Северо-Восточный федеральный университет, Политехнический институт (филиал) в Мирном, ул. Тихонова, 5/1, 678170, Мирный, Саха (Якутия), Россия

<sup>†</sup> nnm42@rambler.ru

<sup>2</sup> genphys@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-6326-7613>

<sup>3</sup> zakharovpv1@rambler.ru, <https://orcid.org/0000-0002-6410-1594>

<sup>4</sup> bebikhov.yura@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-8366-4819>

**Аннотация.** Нелинейные локализованные колебательные моды большой амплитуды с частотой колебаний за пределами фононного спектра называют дискретными бризерами (ДБ). Различают щелевые и т.н. ДБ с жёстким типом возбуждения. Первые возбуждаются в двухатомных кристаллах, например, в упорядоченных сплавах, атомы компонент которых значительно различаются по массе. Такие кристаллы имеют щель в плотности фононных состояний, внутри которой может находиться частота щелевого ДБ. Бризеры второго типа, как правило, имеют место в моноатомных кристаллах. Известно также, что они были получены и в некоторых двухатомных кристаллах. В данной работе изучается возможность возбуждения ДБ в кристалле  $\text{Cr}_2\text{Al}$ . Хром-алюминиевые сплавы имеют большое практическое применение в электронагревательных устройствах большой мощности и промышленных электрических печах. Условия работы этих устройств создают предпосылки для возбуждения ДБ в кристаллической решётке сплавов, из которых изготавливают нагревательные элементы. Интерес к изучению возможности существования ДБ в указанном сплаве, связан с тем, что бризеры оказывают влияние на физические свойства материалов, могут снижать теплопроводность за счёт рассеяния фононов, а также способствуют возникновению и миграции дефектов. В работе была построена 3D модель ОЦК кристаллической решетки  $\text{Cr}_2\text{Al}$  со сверхструктурой  $\text{C11}_b$ . Рассчитаны коэффициенты потенциала Морзе, посредством которого осуществлялось взаимодействие между атомами. Рассмотрена возможность возбуждения ДБ в указанном модельном кристалле. Для поиска ДБ использовали методики, разработанные в работах Чечина Г.М., Сахненко В.П. с соавторами, а также Дмитриева С.В. с коллегами. Рассматривается также причина неустойчивости ДБ жёсткого типа возбуждения и их быстрого затухания, а также один из механизмов рассеяния энергии.

**Ключевые слова:** дискретный бризер, кристаллическая решётка, локализованные колебания, амплитуда колебаний, фокусон.

---

**Для цитирования:** Медведев Н.Н., Старостенков М.Д., Захаров П.В., Бебихов Ю.В. Дискретный бризер в модельной 3D ОЦК-решётке  $\text{Cr}_2\text{Al}$  со сверхструктурой  $\text{C11}_b$ , основанный на делокализованных модах // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. 2023. Т. 20, № 3. С. 344–351. doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.007.

---



Original article

## DISCRETE BREATHERS IN 3D MODEL BCC LATTICE OF $\text{Cr}_2\text{Al}$ WITH $\text{C11}_b$ SUPERSTRUCTURE BASED ON DELOCALIZED MODES

Nikolay N. Medvedev<sup>1†</sup>, Mikhail D. Starostenkov<sup>2</sup>, Pavel V. Zakharov<sup>3</sup>, Yurii V. Bebikhov<sup>4</sup>

<sup>1</sup> Biysk Technological Institute (branch) of the Altay State Technical University, Trofimov Str., 27, Biysk, 659305, Russia

<sup>2</sup> I.I. Polzunov Altai State Technical University, Lenin Pr., 46, Barnaul, 656038, Russia

<sup>3</sup> Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University, Politekhnikeskaya Str., 29, St. Petersburg, 195251, Russia

<sup>4</sup> Polytechnic Institute (Branch) in Mirny, North-Eastern Federal University, Tikhonova Str., 5/1, Mirny, Sakha Republic (Yakutia), 678170, Russia

<sup>†</sup> nnm42@rambler.ru

<sup>2</sup> genphys@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-6326-7613>

<sup>3</sup> zakharovpv1@rambler.ru, <https://orcid.org/0000-0002-6410-1594>

<sup>4</sup> bebikhov.yura@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-8366-4819>

**Abstract.** Nonlinear localized vibrational modes of large amplitude with a frequency of oscillation outside the phonon spectrum are called discrete breathers (DBs). A distinction is made between slot and so-called rigid-type EBs. The former are excited in two-atom crystals, for example, in ordered alloys where atoms of the components differ significantly in mass. Such crystals have a gap in the density of phonon states, within which the frequency of the gap DB can reside. Breathers of the second type usually occur in monatomic crystals. It is also known that they have been obtained in some two-atom crystals as well. In this work, the possibility of excitation of DB in  $\text{Cr}_2\text{Al}$  crystal is studied. Chromium-alumina alloys have great practical application in high power electric heating devices and industrial electric furnaces. The operating conditions of these devices create preconditions for excitation of DB in a crystal lattice of alloys from which heating elements are made. The interest in studying the possibility of the existence of DB in the said alloy is related to the fact that breathers affect the physical properties of materials, can reduce thermal conductivity due to phonon scattering, as well as contribute to the emergence and migration of defects. In this work 3D model of the BCC crystal lattice of  $\text{Cr}_2\text{Al}$  with  $\text{C11}_b$  superstructure was constructed. Coefficients of the Morse potential by which interaction between atoms was carried out were calculated. The possibility of excitation of DB in the specified model crystal was considered. The methodology developed by G.M. Chechin and V.P. Sakhnenko et al. The cause of the instability of the hard type of excitation and its rapid attenuation, as well as one of the mechanisms of energy dissipation, are also considered.

**Keywords:** discrete breather, crystal lattice, localized oscillations, oscillation amplitude, focuson.

**For citation:** Medvedev, N. N., Starostenkov, M. D., Zakharov, P. V. & Bebikhov, Yu. V. (2023). Discrete breathers in 3D model bcc lattice of  $\text{Cr}_2\text{Al}$  with  $\text{C11}_b$  superstructure based on delocalized modes. *Fundamental'nye problemy sovremennogo materialovedeniya (Basic Problems of Material Science (BPMS))*, 20(3), 344–351. (In Russ.). doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.007.

### Введение

Хром-алюминиевые сплавы в основном используют в электротермии для электронагревательных устройств большой мощности и промышленных электрических печах. Условия работы этих устройств способствуют возникновению нелинейных эффектов в кристаллической решётке сплавов, из которых изготавливают нагревательные элементы. В частности, в них возможно возбуждение нелинейных локализованных мод большой амплитуды, частота колебаний которых находится за пределами фононного спектра, или т.н. дискретных бризеров (ДБ) [1]. В настоящей работе рассмотрена возможность возбуждения ДБ в компьютерной

3D модели кристаллической решетки  $\text{Cr}_2\text{Al}$  со сверхструктурой  $\text{C11}_b$ . Известно, что ДБ оказывают влияние на физические свойства материалов [2], теоретически, могут снижать теплопроводность за счёт рассеяния фононов [3, 4], также ДБ способствуют миграции уже имеющихся и образованию новых дефектов кристаллической решётки [5-7]. Следовательно, исследования, связанные с ДБ являются актуальными и практически значимыми. В реальных кристаллах нелинейные локализованные колебательные моды не обладают монохроматичностью, т.е. в спектре колебаний нелинейной локализованной моды имеются низкочастотные составляющие, благодаря чему происходит обмен энергией с кристаллической решёткой, они

достаточно быстро затухают и поэтому корректнее их называть «квазибризерами» [8].

Различают два типа ДБ (квазибризеров) – с мягким типом возбуждения [9] и с жёстким типом возбуждения [1]. Если с естественными причинами возбуждения ДБ с мягким типом нелинейности имеется некоторая определённая [10], то нахождение механизмов возбуждения ДБ жёсткого типа задача нетривиальная. На сегодняшний момент достоверно они возбуждаются исключительно в модельных кристаллических решётках различной размерности. Все они получаются путём наложения функции

локализации на делокализованные нелинейные колебательные моды (ДНКМ) [11-15], чьи частоты выше частот фононного спектра кристалла. Таким образом, прежде чем получить все возможные ДБ жёсткого типа, необходимо найти все возможные ДНКМ в кристалле, частота которых выше фононного спектра и наложить на них локализирующую функцию [14-18].

Рассматриваемый кристалл  $\text{Cr}_2\text{Al}$  имеет ОЦК решётку и представляет собой совокупность «слоёв» двумерных квадратных решёток атомов алюминия и хрома (рис.1).

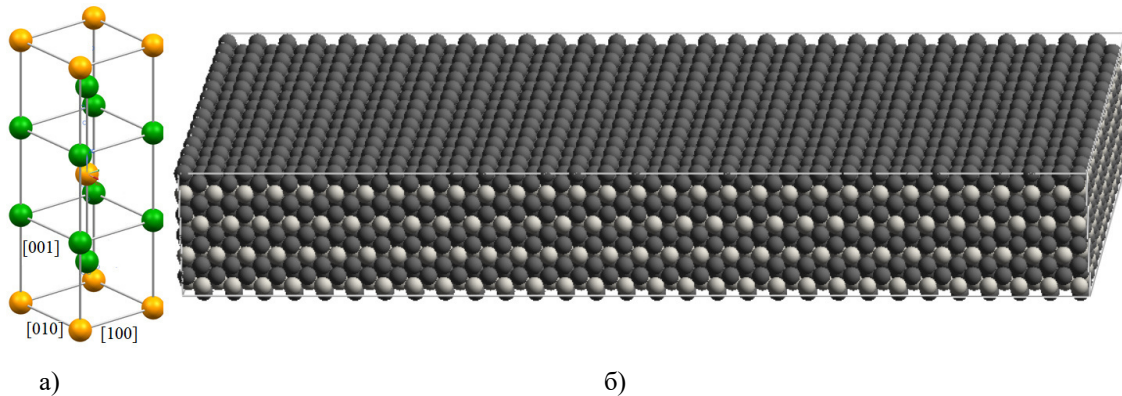


Рис.1. а) Сверхструктура  $C11_b$  кристаллической решетки  $\text{Cr}_2\text{Al}$ ; б) Модельный расчётный блок

Fig.1. a)  $C11_b$  superstructure of the  $\text{Cr}_2\text{Al}$  crystal lattice; б) Model calculation block

Эта структура интересна тем, что с точки зрения поставленной задачи мы имеем по существу квадратную кристаллическую решётку металла с лёгкими атомами встроенную в решётку металла с массивными атомами. Причём несмотря на то, что данная структура представляет собой двухкомпонентный упорядоченный сплав, бризеры мягкого типа в нём не возбуждаются из-за недостаточно большого соотношения масс атомов компонент сплава [19], поэтому основное внимание было уделено возможности возбуждения ДБ жёсткого типа.

#### Создание расчётной ячейки и методика компьютерного моделирования

Кристаллическая решётка  $\text{Cr}_2\text{Al}$  (рис.1а) строилась с помощью парного потенциала Морзе:

$$\frac{1}{2} \sum_{i=1}^z \eta_i U_{V=V_0} = E_s, \quad \frac{1}{2} \sum_{i=1}^z \eta_i \left( \frac{\partial U}{\partial V} \right)_{V=V_0} = 0, \quad K_0 = -V_0 \cdot \left( \frac{\partial P_s}{\partial V} \right), \quad (3)$$

где  $\eta_i$  – число атомов в  $i$ -координационной сфере,  $z$  – число учитываемых сфер,  $P_s$  – давление изоэнтропического сжатия,  $V_0$  и  $V$  – удель-

$$U(r) = D\beta \exp(-ar) \left[ \beta \exp(-ar) - 2 \right], \quad (1)$$

где  $D$ ,  $\beta$ ,  $\alpha$  – параметры потенциала,  $r$  – расстояние между атомами. Потенциал позволяет вычислить центральную силу, действующую на атом, со стороны другого атома:

$$F = \frac{dU(r)}{dr} = -2D\alpha \left[ \left( \beta e^{-ar} - \frac{1}{2} \right)^2 - \frac{1}{4} \right]. \quad (2)$$

Коэффициенты потенциала Морзе вычислялись методикой предложенной в [15], с использованием энергии сублимации атомов кристалла при нуле Кельвин  $E_s$ , минимального расстояния между атомами  $a_0$  и объёмного модуля упругости  $K_0$ , которая является модификацией метода Джирифалько-Вайзера [19]:

ные объёмы в начальном и деформированном состояниях.

Когда всестороннее давление, оказываемое на кристалл, изменит длину связи на величину  $x$ , очевидно, что объем, приходящийся на один атом станет равным  $V = k_1(a_0 - x)^3$ . Естественно, радиус произвольной координационной сферы для ОЦК решётки будет изменяться

пропорционально  $r_i = 2/\sqrt{3}k_i(a_0 - x)$ . Здесь коэффициент  $k_i$  позволяет вычислить радиус  $i$ -координационной сферы  $r_i$ . Значения коэффициентов  $k_i$  и чисел атомов  $z_i$  в координационных сферах с номером  $z$  приведены в таблице 1.

**Таблица 1.** Параметры  $z_i$  и  $k_i$  для первых 10 координационных сфер ОЦК металлов

**Table 1.** Parameters  $z_i$  and  $k_i$  for the first 10 coordination spheres of bcc metals

$z$	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$z_i$	8	6	12	24	8	6	24	24	24	8
$k_i$	$\frac{\sqrt{3}}{2}$	1	$\sqrt{2}$	$\frac{\sqrt{11}}{2}$	$\sqrt{3}$	2	$\frac{\sqrt{19}}{2}$	$\sqrt{5}$	$\sqrt{6}$	$\frac{\sqrt{27}}{2}$

Вычислив производные входящие в (3), получим систему уравнений для расчёта парамет-

ров, входящих в (1) и (2) и, подставляя (3), получим систему уравнений:

$$\beta = \frac{\sum_{i=1}^z k_i \eta_i e^{-2/\sqrt{3}\alpha k_i a_0}}{\sum_{i=1}^z k_i \eta_i e^{-4/\sqrt{3}\alpha k_i a_0}},$$

$$D = \frac{2E_s}{\beta \sum_{i=1}^z \eta_i \left( \beta e^{-4/\sqrt{3}\alpha k_i a_0} - 2e^{-2/\sqrt{3}\alpha k_i a_0} \right)}, \quad (4)$$

$$9k_i a_0 K_0 - D\beta \alpha 2/\sqrt{3} \left( \frac{2}{a_0} \sum_{i=1}^z \eta_i k_i \left( \beta e^{-4/\sqrt{3}\alpha k_i a_0} - e^{-2/\sqrt{3}\alpha k_i a_0} \right) + \alpha 2/\sqrt{3} \sum_{i=1}^z \eta_i k_i^2 \left( 2\beta e^{-4/\sqrt{3}\alpha k_i a_0} - e^{-2/\sqrt{3}\alpha k_i a_0} \right) \right) = 0.$$

Для нахождения коэффициентов  $D$ ,  $\beta$ ,  $\alpha$ , варьируется параметр  $\alpha$ . По его значению с помощью первого и второго уравнений в (4), определяются  $D$  и  $\beta$ . Подбор значений  $\alpha$  осуществляется до тех пор, пока с нужной точностью не будет выполняться третье равенство в (4). В данной работе параметры рассчитывались при учёте 7 координационных сфер и  $a_0 = 2,497 \text{ \AA}$ . В результате были получены следующие значения:  $D_{CrAl} = 0,445046 \text{ эВ}$ ,  $\beta_{CrAl} = 25,9698$ ,  $\alpha_{CrAl} = 1,01042 \text{ \AA}^{-1}$ ,  $D_{AlAl} = 0,307315 \text{ эВ}$ ,  $\beta_{AlAl} = 36,9762$ ,  $\alpha_{AlAl} = 1,016834 \text{ \AA}^{-1}$ ,  $D_{CrCr} = 0,445046 \text{ эВ}$ ,  $\beta_{CrCr} = 25,9698$ ,  $\alpha_{CrCr} = 1,01042 \text{ \AA}^{-1}$ . Размеры расчётной ячейки  $30 \times 12 \times 30$  частиц (рис.16).

### Результаты моделирование локализованных дискретных бризеров

Рассмотрим кристаллографические направления, вдоль которых возможно возбуждение ДНКМ. Очевидно, что носителями ДНКМ могут быть только атомы алюминия, как более лёгкие, и как следствие носителями более высокочастотных мод. Также очевидно, что в данной структуре наиболее высокими частота-

ми ДНКМ обладает атом алюминия в направлении [111], т.е. в направлении к своему ближайшему соседу, более массивному атому хрома. Однако воспользоваться этим и упорядочить эти колебания локализующей функцией нельзя. Поскольку в области локализации окажутся разнородные атомы, что неизбежно разрушит монохроматизм колебаний ДНКМ. По той же причине выпадают направления [001], [011], [101]. Таким образом, остается два кристаллографических направления, вдоль которых возможно использовать приём, предлагаемый авторами работ [14, 15], это направления [100] (или идентичное ему [010]) и [110]. Многочисленные попытки сформировать ДБ вдоль [110] успеха не имели. ДБ удалось возбудить вдоль направления [100]. При этом использовалась функция локализации вида:

$$\Delta x_n = \frac{A_0}{\cosh(n)}, \quad (5)$$

где  $\Delta x_n$  – величина начального смещения атомов,  $n = 0, \pm 1, \dots, \pm 3$  – номер пары атомов в атомном ряду, вдоль которого формировался ДБ см. рис.2.

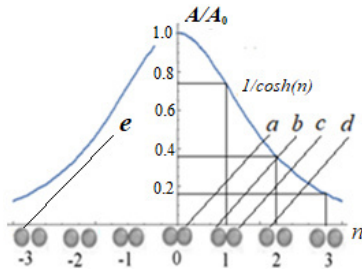


Рис.2. Локализирующая функция, накладываемая на ДНКМ

Fig.2. Localizing function superimposed on DNM

Средняя частота полученного бризера составила величину порядка 18,3 ТГц и она выше частот фонового спектра рассматриваемой модельной решётки (см. рис.3). На рис.4а показаны колебания атомов *a*, *b*, *c* и *d*, несущих нелинейную локализованную моду. Обращают на себя внимание две особенности. Первая заключается в том, что атомы *b*, *c*, и *d* сдвинуты от своего положения равновесия в сторону от центральной пары атомов ДБ. Они сдвинуты тем

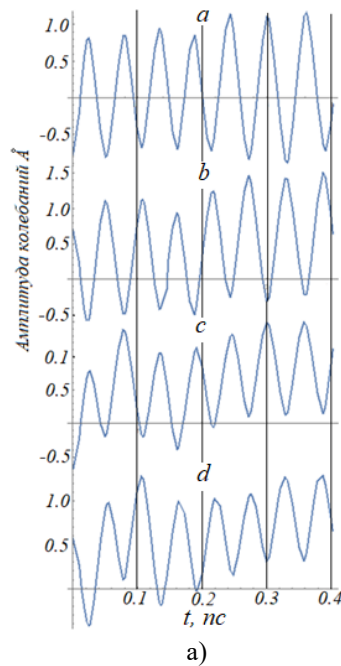


Рис.4. а) Колебания атомов *a*, *b*, *c*, *b* и *d* несущих нелинейную локализованную моду; б) Колебания периферийного атома с образующих бризера, а также 2-го, 4-го и 6-го атомов за пределами бризера (отсчёт ведётся от атома *c*)

Fig.4. a) Vibrations of atoms *a*, *b*, *c*, *b* and *d* carrying a nonlinear localized mode; б) Vibrations of the peripheral atom from the breather, as well as the 2<sup>nd</sup>, 4<sup>th</sup> and 6<sup>th</sup> atoms outside the breather (the count is from the atom *c*)

Напомним, каковы начальные условия, необходимые для возбуждения ДБ жесткого типа. Он получается путём сближения пар атомов модельной решётки навстречу друг другу.

больше, чем дальше они от центральной пары атомов. Вторая особенность проявляется в том, что фазовые траектории атомов имеют наклон к временной оси *t*. Это является признаком того, что атомы, несущие дискретный бризер со временем «расползается», при этом его частота уменьшается. Так, в первые 0,1 пс атомом *a* совершается почти 2 колебания, а в промежутке от 0,3 до 0,4 пс – чуть больше полутора.

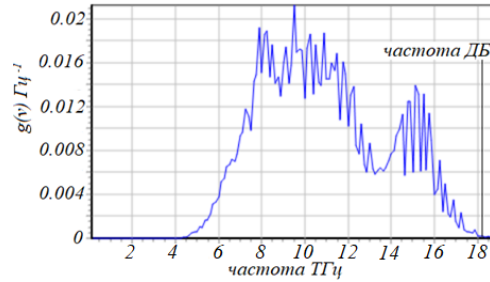
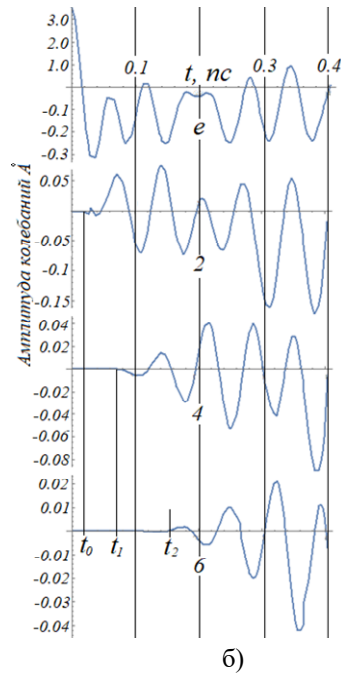


Рис.3. Плотность фонных состояний модельного кристалла Cr<sub>2</sub>Al со сверхструктурой C11<sub>b</sub>

Fig.3. Density of phonon states of a model Cr<sub>2</sub>Al crystal with a C11<sub>b</sub> superstructure



Атомы центральной пары смещаются на расстояние  $\Delta x_0 = A_0$ . Величины начальных смещений атомов остальных пар, из которых строится ДБ, рассчитывались по формуле (5). В

данной работе все графики построены для  $A_0=0,5 \text{ \AA}$ .

Наибольшее сближение у атомов центральной пары. Следовательно, силы отталкивания между ними ничем не скомпенсированы. Поэтому атомы, несущие нелинейную локализованную моду, находящиеся с разных сторон от центральной пары, совершая продольные колебания, дрейфуют в противоположные стороны, раздвигая область локализации колебательной энергии. При этом частота их колебаний постоянно уменьшается, из-за увеличения расстояния между атомами. Практически сразу, несмотря на то, что средняя частота колебаний ДБ выше частоты фононного спектра, включается механизм фокусонной [20-22] передачи энергии соседним атомам (рис.4б). На этом рисунке показаны зависимости от времени смещений периферийного атома  $e$  и смещений 2-го, 4-го и 6-го атомов, лежащих в одном ряду с атомами  $a, b, c, d, e$  за пределами группы атомов участвующих в возбуждении ДБ. Колебания 2-го, 4-го и 6-го атомов начинаются с некоторой задержкой. Причём интервалы времени, через которые возмущение дошло от атома  $e$  до 2-го атома –  $t_0$ , от 2-го атома до 4-го –  $t_1$  и от 4-го атома до 6-го –  $t_2$  очевидно зависят от амплитуды внешнего воздействия. Амплитуда воздействия с расстоянием уменьшается, а интервал времени, через который возмущение доходит до следующего атома – увеличивается. Оценка скорости, с которой сигнал проходит от 4-го к 6-му атому, даёт величину порядка 7000 м/с, т.е. она близка к скорости звука в алюминии (6400 м/с). Скорости дрейфа атомов  $a, b, c$  и  $d$  от центра можно определить по углу наклона их графиков колебаний к временной оси (рис.4а). Скорости, как и углы наклона все разные и они меньше скорости звука в металле.

Неустойчивость ДБ жёсткого типа является принципиальным отличием от щелевого ДБ, продолжительность колебаний которого может быть на несколько порядков выше [15, 23, 24].

### Заключение

В представленной работе построена трёхмерная модель ОЦК решётки  $\text{Cr}_2\text{Al}$  со сверхструктурой  $\text{C11}_b$ , атомы в которой взаимодействовали посредством потенциала Морзе. Рассчитаны коэффициенты потенциала взаимодействия.

В построенной модели рассматривалась возможность возбуждения нелинейных локализованных колебательных мод. Была показана невозможность существования щелевого ДБ из-за незначительного соотношения масс компонент данного упорядоченного сплава, и как

следствие, отсутствия щели в плотности фононных состояний кристалла.

В результате проведённого анализа, рекомендованного в [13, 14], впервые удалось получить ДБ жёсткого типа для модельного кристалла  $\text{Cr}_2\text{Al}$  со сверхструктурой  $\text{C11}_b$ .

Указана причина относительно короткой продолжительности колебаний ДБ жёсткого типа – не скомпенсированная сила отталкивания атомов, несущих нелинейную локализованную моду приводит к их разнонаправленному дрейфу от центральной пары и как следствие уменьшению частоты колебаний.

Указан один из возможных механизмов затухания дискретного бризера жёсткого типа за счёт рассеяния энергии колебаний ДБ фокусонами.

### Список литературы

1. Dmitriev S.V., Korznikova E.A., Baimova J.A., Velarde M.G. Discrete breathers in crystals // *Phys. Usp.* 2016. V. 59. P. 446.
2. Manley M.E. Impact of intrinsic localized modes of atomic motion on materials properties // *Acta. Mater.* 2010. V. 58. P. 2926-2935.
3. Xiong D., Wang J., Zhang Y., Zhao H. Nonuniversal heat conduction of one-dimensional lattices // *Phys. Rev. E.* 2012. V. 85. P. 020102(R).
4. Xiong D., Saadatmand D., Dmitriev S.V. Crossover from ballistic to normal heat transport in the  $\phi_4$  lattice: If nonconservation of momentum is the reason, what is the mechanism? // *Physical Review E.* 2017. V. 96, N 4. P. 042109.
5. Cuevas J., Archilla J.F.R., S'anchez-Rey B., Romero F.R. Interaction of moving discrete breathers with vacancies // *Physica D.* 2006. V. 216. P. 115–120.
6. Shimada T., Shirasaki D., Kitamura T. Stone-Wales transformations triggered by intrinsic localized modes in carbon nanotubes // *Phys. Rev. B.* 2010. V. 81. P. 035401.
7. Terentyev D.A., Dubinko A.V., Dubinko V.I., Dmitriev S.V., Zhurkin E.E., Sorokin M.V. Interaction of discrete breathers with primary lattice defects in bcc Fe // *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.* 2015. V. 23. P. 085007.
8. Chechin G.M., Dzhelauhova G.S., Mehonoshina E.A. Quasibreathers as a generalization of the concept of discrete breathers // *Phys. Rev. E.* 2006. V. 74. P. 036608.
9. Medvedev N.N., Starostenkov M.D., Manley M.E. Energy Localization in the Al sublattice of  $\text{Pt}_3\text{Al}$  with  $\text{L1}_2$  order // *Journal of Applied Physics.* 2013. V. 114. P. 213506.
10. Zakharov P.V., Eremin A.M., Starostenkov M.D., Korznikova E.A., Dmitriev S.V. Ex-

citation of gab discrete breathers in an  $A_3B$  crystal with a flux of particles // *Physics of the Solid State*. 2018. V. 59. P. 223–228.

11. Sakhnenko V.P., Chechin G.M. Symmetrical selection rules in nonlinear dynamics of atomic systems // *Phys. Dokl.* 1993. V. 38. P. 219.

12. Sakhnenko V.P., Chechin G.M. Bushes of modes and normal modes for nonlinear dynamical systems with discrete symmetry // *Phys. Dokl.* 1994. V. 39. P. 625.

13. Chechin G.M., Sakhnenko V.P. Interactions between normal modes in nonlinear dynamical systems with discrete symmetry. Exact results // *Physica D*. 1998. V. 117. P. 43.

14. Ryabov D.S., Chechin G.M., Naumov E.K., Bebikhov Yu.V., Korznikova E.A., Dmitriev S.V. One-component delocalized nonlinear vibrational modes of square lattices // *Nonlinear Dyn.* 2023. V. 111. P. 8135–8153.

15. Naumov E.K., Bebikhov Yu.V., Ekomasov E.G., Soboleva E.G., Dmitriev S.V. Discrete breathers in square lattices from delocalized nonlinear vibrational modes // *Physical Review E*. 2023. V. 107, N 3. P. 034214.

16. Korznikova E.A., Fomin S.Yu., Soboleva E.G., Dmitriev S.V. Highly symmetric discrete breather in a two-dimensional Morse crystal // *JETP Letters*. 2016. V. 103, N 4. P. 277–281.

17. Babicheva R.I., Semenov A.S., Soboleva E.G., Kudreyko A.A., Zhou K., Dmitriev S.V. Discrete breathers in a triangular  $\beta$ -Fermi-Pasta-Ulam-Tsingou lattice // *Physical Review E*. 2021. V. 103, N 5. P. 052202.

18. Krylova K.A., Lobzenko I.P., Semenov A.S., Kudreyko A.A., Dmitriev S.V. Spherically localized discrete breathers in bcc metals V and Nb // *Computational Materials Science*. 2020. V. 180. P. 109695.

19. Medvedev N.N., Starostenkov M.D., Potekaev A.I., Zakharov P.V., Markidonov A.V., Eremin A.M. Energy localization in the ordered condensed system:  $A_3B$  alloys with  $L1_2$  superstructure // *Russian Physics Journal*. 2014. V. 57. P. 378–395.

20. Старостенков М.Д. Проблемы моделирования состояния кристаллической решетки металлов и сплавов, содержащих дефекты // В сб. науч. трудов конференции «Дефекты и физико-механические свойства металлов и сплавов». Барнаул: Алт. политехн. ин-т, 1987. С. 16–25.

21. Girifalco L.A., Weiser V.G. Application of the Morse potential function to cubic metals // *Phys. Rev.* 1959. V. 114. P. 687–790.

22. Iskandarov A.M., Dmitriev S.V., Medvedev N.N., Zakharov P.V. Crowdion mobility and self-focusing in 3D and 2D nickel // *Computational Materials Science*. 2009. V. 47. P. 429–431.

23. Medvedev N.N., Starostenkov M.D., Zakharov P.V., Dmitriev S.V. Exciting discrete breathers of two types in a computer 3D model of  $Pt_3Al$  crystal // *Technical Physics Letters*. 2015. V. 41. P. 994–997.

24. Медведев Н.Н., Дмитриев С.В., Старостенков М.Д. О локализации энергии в двумерных кристаллических решётках металлов // *Фундаментальные проблемы современного материаловедения*. 2007. Т. 4, № 3. P. 100–102.

### Информация об авторах

Н. Н. Медведев – доктор физико-математических наук, профессор, заведующий кафедрой естественнонаучных дисциплин Бийского технологического института.

М. Д. Старостенков – доктор физико-математических наук, главный научный сотрудник, профессор Алтайского государственного технического университета им. И.И. Ползунова.

П. В. Захаров – доктор физико-математических наук, доцент, профессор кафедры физики Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого.

Ю. В. Бебихов – кандидат физико-математических наук, доцент Политехнического института (филиала) в г. Мирном, Северо-Восточный федеральный университет.

### References

1. Dmitriev, S. V., Korznikova, E. A., Baimova, J. A. & Velarde, M. G. (2016). Discrete breathers in crystals. *Phys. Usp.*, 59, 446.

2. Manley, M. E. (2010). Impact of intrinsic localized modes of atomic motion on materials properties. *Acta Mater.*, 58, 2926–2935.

3. Xiong, D., Wang, J., Zhang, Y. & Zhao, H. (2012). Nonuniversal heat conduction of one-dimensional lattices. *Phys. Rev. E*, 85, 020102(R).

4. Xiong, D., Saadatmand, D. & Dmitriev, S. V. (2017). Crossover from ballistic to normal heat transport in the  $\phi 4$  lattice: If nonconservation of momentum is the reason, what is the mechanism? *Physical Review E*, 96(4), 042109.

5. Cuevas, J., Archilla, J. F. R., S'anchez-Rey, B. & Romero, F. R. (2006). Interaction of moving discrete breathers with vacancies. *Physica D*, 216, 115–120.

6. Shimada, T., Shirasaki, D. & Kitamura, T. (2010). Stone-Wales transformations triggered by intrinsic localized modes in carbon nanotubes. *Phys. Rev. B*, 81, 035401.

7. Terentyev, D. A., Dubinko, A. V., Dubinko, V. I., Dmitriev, S. V., Zhurkin, E. E. & Sorokin, M. V. (2015). Interaction of discrete breathers with primary lattice defects in bcc Fe. *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.*, 23, 085007.

8. Chechin, G. M., Dzhelauhova, G. S. & Mehonoshina, E. A. (2006). Quasibreathers as a generalization of the concept of discrete breathers. *Phys. Rev. E*, 74, 036608.
9. Medvedev, N. N., Starostenkov, M. D. & Manley, M. E. (2013). Energy Localization in the Al sublattice of  $\text{Pt}_3\text{Al}$  with  $\text{L1}_2$  order. *Journal of Applied Physics*, 114, 213506.
10. Zakharov, P. V., Eremin, A. M., Starostenkov, M. D., Korznikova, E. A. & Dmitriev, S. V. (2018). Excitation of gap discrete breathers in an  $\text{A}_3\text{B}$  crystal with a flux of particles. *Physics of the Solid State*, 59, 223–228.
11. Sakhnenko, V. P. & Chechin, G. M. (1993). Symmetrical selection rules in nonlinear dynamics of atomic systems. *Phys. Dokl.*, 38, 219.
12. Sakhnenko, V. P. & Chechin, G. M. (1994). Bushes of modes and normal modes for nonlinear dynamical systems with discrete symmetry. *Phys. Dokl.*, 39, 625.
13. Chechin, G. M. & Sakhnenko, V. P. (1998). Interactions between normal modes in nonlinear dynamical systems with discrete symmetry. *Exact results. Physica D*, 117, 43.
14. Ryabov, D. S., Chechin, G. M., Naumov, E. K., Bebikhov, Yu. V., Korznikova, E. A. & Dmitriev, S. V. (2023). One-component delocalized nonlinear vibrational modes of square lattices. *Nonlinear Dyn.*, 111, 8135–8153.
15. Naumov, E. K., Bebikhov, Yu. V., Ekomasov, E. G., Soboleva, E. G. & Dmitriev, S. V. (2023). Discrete breathers in square lattices from delocalized nonlinear vibrational modes. *Physical Review E*, 107(3), 034214.
16. Korznikova, E. A., Fomin, S. Yu., Soboleva, E. G. & Dmitriev, S. V. (2016). Highly symmetric discrete breather in a two-dimensional Morse crystal. *JETP Letters*, 103(4), 277–281.
17. Babicheva, R. I., Semenov, A. S., Soboleva, E. G., Kudreyko, A. A., Zhou, K. & Dmitriev, S. V. (2021). Discrete breathers in a triangular  $\beta$ -Fermi-Pasta-Ulam-Tsingou lattice. *Physical Review E*, 103(5), 052202.
18. Krylova, K. A., Lobzenko, I. P., Semenov, A. S., Kudreyko, A. A. & Dmitriev, S. V. (2020). Spherically localized discrete breathers in bcc metals V and Nb. *Computational Materials Science*, 180, 109695.
19. Medvedev, N. N., Starostenkov, M. D., Potekaev, A. I., Zakharov, P. V., Markidonov, A. V. & Eremin, A. M. (2014). Energy localization in the ordered condensed system:  $\text{A}_3\text{B}$  alloys with  $\text{L1}_2$  superstructure. *Russian Physics Journal*, 57, 378–395.
20. Starostenkov, M. D. (1987). Problemy modelirovaniya sostoyaniya kristallicheskoj reshetki metallov i splavov, sodержashchikh defekty. V sb. nauch. trudov konferentsii «Defekty i fiziko-mekhanicheskiye svoystva metallov i splavov». Barnaul: Alt. politekhn. in-t. P. 16–25. (In Russ.).
21. Girifalco, L. A. & Weiser, V. G. (1959). Application of the Morse potential function to cubic metals. *Phys. Rev.*, 114, 687–790.
22. Iskandarov, A. M., Dmitriev, S. V., Medvedev, N. N. & Zakharov, P. V. (2009). Crowdion mobility and self-focusing in 3D and 2D nickel. *Computational Materials Science*, 47, 429–431.
23. Medvedev, N. N., Starostenkov, M. D., Zakharov, P. V. & Dmitriev, S. V. (2015). Exciting discrete breathers of two types in a computer 3D model of  $\text{Pt}_3\text{Al}$  crystal. *Technical Physics Letters*, 41, 994–997.
24. Medvedev, N. N., Dmitriyev, S. V. & Starostenkov, M. D. (2007). O lokalizatsii energii v dvumernykh kristallicheskiykh reshotkakh metallov. *Fundamental'nye problemy sovremennogo materialovedeniya (Basic Problems of Material Science (BPMS))*, 4(3), 100–102. (In Russ.).

#### Information about the authors

N. N. Medvedev – Doctor of Physical and Mathematical Sciences, Professor, Head of the Nature-science Discipline Department, Biysk Technological Institute.

M. D. Starostenkov – Doctor of Physical and Mathematical Sciences, Chief Researcher, Professor, I.I. Polzunov Altai State Technical University.

P. V. Zakharov – Doctor of Physical and Mathematical Sciences, Associate Professor, Professor of the Department of Physics, St. Petersburg Polytechnic University.

Yu. V. Bebikhov – Candidate of Physical and Mathematical Sciences, Associate Professor, Polytechnic Institute (branch) in Mirny, North-Eastern Federal University.

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.  
The authors declare that there is no conflict of interest.

Статья поступила в редакцию 04.07.2023; одобрена после рецензирования 20.07.2023; принята к публикации 03.08.2023.

The article was received by the editorial board on 04 July 23; approved after reviewing 20 July 23; accepted for publication 03 Aug. 23.

Научная статья

1.3.8. Физика конденсированного состояния (физико-математические науки)

УДК 620.179.18; 620.192

doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.008

## **ОСОБЕННОСТИ АКУСТИКО-ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ МЕТОДОВ МОНИТОРИНГА РАЗРУШЕНИЯ ТВЕРДЫХ ДИЭЛЕКТРИКОВ**

**Анатолий Алексеевич Беспалько<sup>1†</sup>, Денис Дмитриевич Данин<sup>2</sup>, Цзюньхуа Ло<sup>3</sup>,  
Павел Иванович Федотов<sup>4</sup>**

<sup>1, 2, 3, 4</sup> Национальный исследовательский Томский политехнический университет, пр. Ленина 30, 634050, Томск, Россия

<sup>1</sup> besko48@tpu.ru<sup>†</sup>, <https://orcid.org/0000-0003-2374-9981>

<sup>2</sup> dddann@tpu.ru, <https://orcid.org/0000-0003-0382-8017>

<sup>3</sup> lulubvv@foxmail.com

<sup>4</sup> pif@tpu.ru

**Аннотация.** В статье представлены результаты исследований характеристик и параметров механико- и акустико-электрических преобразований. Изучены закономерные связи характеристик электромагнитной эмиссии и параметров электромагнитных сигналов при образовании трещин и наличия слоистости структуры твердотельных диэлектрических материалов при детерминированном импульсном акустическом воздействии. Приведены экспериментальные результаты влияния зарядового состояния слоистых структур на параметры электромагнитных сигналов. На примере сложной структуры неметаллических образцов горных пород приведены закономерности изменений характеристик электромагнитной эмиссии. Используя эти закономерности, показана возможность определять этапы развития разрушения при непрерывном одноосном нагружении сжатием до разрушения образца, в том числе этап образования и развития деструктивной зоны. Изучены закономерности изменения параметров акустико-электрических преобразований при внешних детерминированных импульсных воздействиях на исследуемые естественные и модельные диэлектрические структуры при ступенчатом нагружении одноосным сжатием. Анализируются особенности каждого из используемых методов применительно к контролю процессов развития разрушения.

**Ключевые слова:** механико- и акустико-электрические преобразования, контроль развития разрушения, твердые диэлектрики.

**Благодарности:** Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда, проект № 20-79-10156.

---

**Для цитирования:** Беспалько А.А., Данин Д.Д., Ло Ц., Федотов П.И. Особенности акустико-электрических методов мониторинга разрушения твердых диэлектриков // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. 2023. Т. 20, № 3. С. 352–364. doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.008.

---

Original article

## **FEATURES OF ACOUSTIC-ELECTRICAL METHODS FOR MONITORING THE DESTRUCTION OF SOLID DIELECTRICS**

**Anatoly A. Bespal'ko<sup>1†</sup>, Denis D. Dann<sup>2</sup>, Junhua Luo<sup>3</sup>, Pavel I. Fedotov<sup>4</sup>**

<sup>1, 2, 3, 4</sup> National Research Tomsk Polytechnic University, Lenin Pr., 30, Tomsk, 634050, Russia

<sup>1</sup> besko48@tpu.ru<sup>†</sup>, <https://orcid.org/0000-0003-2374-9981>

<sup>2</sup> dddann@tpu.ru, <https://orcid.org/0000-0003-0382-8017>

<sup>3</sup> lulubvv@foxmail.com

<sup>4</sup> pif@tpu.ru

**Abstract.** The article presents the results of studies of the characteristics and parameters of mechanical and acoustic-electrical transformations. The regular relationships between the characteristics of electromagnetic emission and the parameters of electromagnetic signals during the formation of cracks and the presence of layered struc-



ture of solid-state dielectric materials under deterministic pulsed acoustic action are studied. Experimental results of the influence of the charge state of layered structures on the parameters of electromagnetic signals are presented. Using the example of the complex structure of nonmetallic rock samples, the patterns of changes in the characteristics of electromagnetic emission are given. Using these patterns, it is shown that it is possible to determine the stages of the development of destruction under continuous uniaxial compression loading before the destruction of the sample, including the stage of formation and development of the destructive zone. The regularities of changes in the parameters of acoustic-electrical transformations under external deterministic pulse effects on the studied natural and model dielectric structures under step loading by uniaxial compression are studied. The features of each of the methods used in relation to the control of the processes of destruction development are analyzed.

**Keywords:** mechanical and acoustic-electrical transformations, testing of the development of destruction, solid dielectrics.

**Acknowledgements:** The work was supported by the Russian Science Foundation, project No. 20-79-10156.

**For citation:** Bepaпaл'ko, A. A., Dann, D. D., Luo, J. & Fedotov, P. I. (2023). Features of acoustic-electrical methods for monitoring the destruction of solid dielectrics. *Fundamental'nye problemy sovremennogo materialovedeniya (Basic Problems of Material Science (BPMS))*, 20(3), 352–364. (In Russ.). doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.008.

## Введение

С развитием химических технологий все большее количество и разновидностей диэлектрических материалов и гетерогенных структур на их основе используется в изделиях, эксплуатируемых при механических нагрузках, в том числе в электрических и магнитных полях. При разнородных механических нагрузках конкретного материала происходит развитие дефектов, образующихся при его изготовлении. Кроме того, такие нагрузки способствуют появлению новых дефектов в виде воздушных полостей, расслоений и микротрещин, которые, в конечном итоге, способствуют разрушению изделий.

В настоящее время для тестирования дефектности и развития разрушения в металлических и гетерогенных диэлектрических материалах и конструкциях на практике применяют уже зарекомендовавшие себя неразрушающие методы контроля (НК). К ним относятся акустические [1, 2], рентгеновские [3], электрические и электромагнитные [4, 5], магнитные [6], ударно-термографические [7] и другие методы [1, 2]. В некоторых случаях использование перечисленных методов НК для контроля дефектности диэлектрических структур становится неэффективным для изделий с близким акустическим импедансом дефекта и вмещающего материала. В целях техногенной безопасности выявление структурных неоднородностей в виде слоистости или инородных локальных включений становится важным при определении механической или электрической прочности используемых на практике диэлектрических материалов. Такие материалы применяются в электрических изоляторах, в диэлектрических конструкциях, работающих под различ-

ными механическими нагрузками, в бетонных и других изделиях. Поэтому актуальным является разработка новых комплексных методов тестирования уже имеющихся дефектов, а также мониторинга развития разрушения диэлектрических материалов под воздействием механической нагрузки.

Теоретические и экспериментальные исследования показали, что комплексные методы неразрушающего контроля могут быть разработаны на основе механико-электрических (МЭП) и акустико-электрических (АЭП) преобразований [8-14]. Такие методы могут быть успешно использованы на практике. Развитие разрушения диэлектрических материалов приводит к зарядению бортов вновь образованных трещин и полостей разного размера. В результате на вновь возникающих или имеющихся дефектах происходит образование двойных электрических слоев (ДЭС). В процессе трещинообразования высвобождается также энергия в виде акустических импульсов. В результате воздействия этих импульсов на рядом расположенные двойные электрические слои происходит возбуждение электромагнитных сигналов (ЭМС). В этом случае ЭМС генерируются за счет внутренних процессов разрушения и МЭП. Электромагнитные отклики могут генерироваться в результате акустико-электрических преобразований в виде ЭМС и при внешнем импульсном акустическом воздействии. В этом случае производят контактное зондирование дефектности или развития разрушения импульсным детерминированным акустическим импульсом. Прием электромагнитного отклика на такое воздействие осуществляется в отсутствии контакта с тестируемым материалом или изделием [15 18]. Отсутствие контакта при регистрации ЭМС да-

ет определенные преимущества над известными акустическими методами тестирования дефектности материалов [1, 2]. В работе [19] приведены расчеты тока смещения и генерации ЭМС при нормированном однократном ударном возбуждении акустических колебаний в диэлектрическом материале. При этом амплитудно-частотные параметры ЭМС будут определяться диэлектрическими свойствами и зарядовым состоянием контакта вмещающего материала и дефекта, а также характеристиками воздействующего акустического импульса (АИ). В работах [20] на примере образцов магнетитовой руды, скарнов и мрамора показано влияние текстуры и размеров зерен в тестируемых образцах.

В настоящей статье проводится численное и экспериментальное моделирование закономерных связей характеристик импульсного акустического воздействия и параметров электромагнитного отклика (ЭМО) диэлектрических дефектных и слоистых твердотельных структур. В работах [12, 15-18] обосновано, что АЭП являются одним из основных способов возбуждения ЭМС в диэлектрических материалах со сложной текстурой. В статье приведены численные расчеты взаимодействия детерминированных АИ с трещинами разной длины и расположения в образце. Приводятся также результаты экспериментальных исследований влияния зарядового состояния тестируемых слоистых образцов на параметры ЭМС. Кроме того, показаны результаты экспериментальных исследований, характеризующих отличия изменений характеристик ЭМЭ и параметров

ЭМС в процессе одноосного сжатия образцов до разрушения.

### Образцы и методы исследования

Для выявления закономерностей влияния двойных электрических слоев на параметры ЭМС при АЭП целесообразно использовать модельные диэлектрические образцы со вставкой, имитирующие слоистость, и образцы горных пород со сложной текстурой и структурой. Использование при численных расчетах и в экспериментальных исследованиях образцов горных пород обусловлено неразрывным контактом составляющих их минералов. Из горных пород использовались: полосчатый серпентинит; хризотил-асбест и серпентин; магнетитовая руда и скарн. Образцы серпентинита, серпентина и хризотил-асбеста изготавливались в виде параллелепипеда с размерами  $(6,0 \cdot 3,5 \cdot 2,4) \cdot 10^{-6} \text{ м}^3$ , а образцы руды и скарна имели продольный размер  $(80 \pm 5) \cdot 10^{-3} \text{ м}$  и диаметр  $(42 \pm 1) \cdot 10^{-3} \text{ м}$ . Состав образцов горных пород определяли с помощью рентгеновского дифрактометра X'TRA после их разрушения [21]. Для определения влияния слоистости образцов на параметры ЭМС при импульсном акустическом воздействии численно и экспериментально исследовались модели, состоящие из двух одинаковых кристаллов кварца размером  $(6,0 \cdot 4,0 \cdot 3,0) \cdot 10^{-6} \text{ м}^3$  и прослойки из оргстекла (ПММА) разной толщины. Акустические и электрические параметры исследуемых материалов представлены в Таблице 1.

**Таблица 1.** Акустические и электрические характеристики горных пород и ПММА [21, 22]

**Table 1.** Acoustic and electrical characteristics of rocks and PMMA [21, 22]

№ п.п.	Материал образцов	Удельная плотность материала, $\rho_v, \text{ кг/м}^3$	Скорость продольного звука, $c_l, \text{ м/с}$	Акустический импеданс, $z \cdot 10^6, \text{ кг/с} \cdot \text{м}^2$	Удельное электрическое сопротивление, $\rho_{эс}, \text{ Ом} \cdot \text{м}$
1	Магнетитовая руда (75 %)	4150	5870	24,36	$10^2 - 10^{-2}$
2	Сиенитовый скарн	4500	6500	29,25	$10^6 - 10^7$
3	Кальцит	2710	6700	18,16	$5 \cdot 10^7 - 5 \cdot 10^{12}$
4	Кварц кристаллический	2650	6520 (ось x)	17,28	$10^{12} - 10^{14}$
5	Оргстекло (ПММА)	1200	2670	3,20	$10^{16} - 10^{18}$
6	Серпентинит	2500	5560 (вдоль волокон хр/асб)	13,90	$10^6 - 10^7$
7	Хризотил-асбест (хр/асб)	2500	4110 (вдоль волокон хр/асб)	10,28	$10^8 - 10^9$
8	Серпентин	2600	6640	17,26	$2 \cdot 10^4 - 3 \cdot 10^5$
9	Затвердевшая цементно-песчаная смесь	1900	2765	5,25	$38,4 \cdot 10^3$

Для измерения величины поверхностного заряда в материалах со сложной структурой и текстурой использовали вибрационный метод, включающий метод электростатической индукции [23]. В качестве основного параметра в этом методе является величина воздушного зазора между вибрирующим электродом и диэлектрическим образцом. При этом в электрической цепи с электродами фиксируется ток  $I$ . В случае использования синусоидальных колебаний зазора ток в цепи будет изменяться по формуле

$$I = I_0 + \Delta I \sin \omega t, \quad (1)$$

где  $\omega$  – круговая частота колебаний вибрирующего электрода,  $I_0$  – исходная величина зазора,  $\Delta I$  – амплитуда смещения подвижного электрода относительно  $I_0$ . Возрастание или уменьшение  $\Delta I$  приведет к появлению переменного тока, который регистрируется с помощью гальванометра. Величину этого тока можно найти как

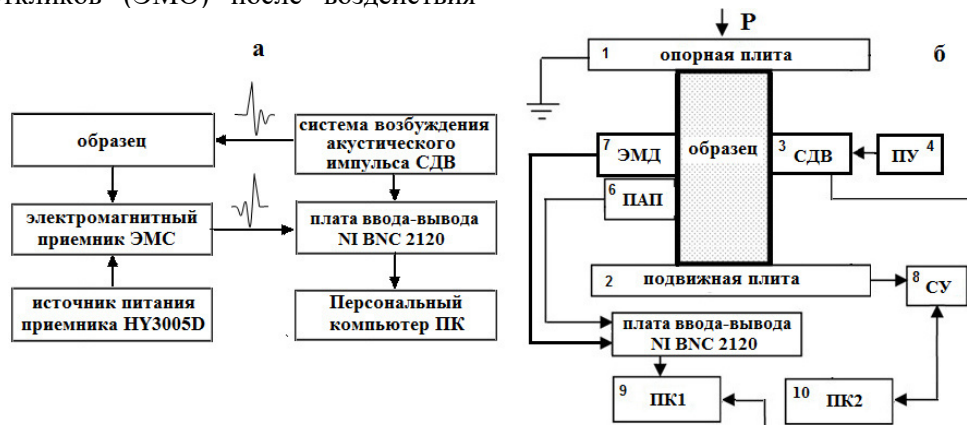
$$I = K \omega \Delta l \sigma \cos \omega t. \quad (2)$$

В выражении для переменного тока (2) величина коэффициента  $K$  зависит от размеров диэлектрика и его диэлектрической проницаемости  $\epsilon$ , а также от расстояний  $l_0$  и  $\Delta l$  между электродом и тестируемым материалом.

Для определения влияния внутренней текстуры материалов на параметры акустико-электрических преобразований в них при внешнем воздействии детерминированными акустическими импульсами использовали стенд, представленный на рис.1а. Стенд включает в себя: систему динамического возбуждения (СДВ) акустических импульсов в исследуемом образце; электромагнитный приемник электромагнитных откликов (ЭМО) после воздействия

АИ; источник электрического питания схемы усиления приемника ЭМС; плата сбора и вывода NI BNC 2120 данных измерений параметров АИ и ЭМС; компьютер для дальнейшего анализа полученных экспериментальных данных.

Исследования развития деструкции образцов при одноосном сжатии, в том числе с внешним акустическим воздействием в процессе ступенчатого нагружения, использовали стенд, схема которого показана на рис.1б. На обоих стендах вводимый в образец детерминированный акустический импульс создавался ударом стального шарика. Амплитуда возбуждаемого АИ определялась коэффициентом сжатия пружинного устройства ПУ (4). В этом случае длительность АИ по основанию имела размер  $50 \cdot 10^{-6}$  секунд, а его форма была близка к распределению Гаусса. Энергию акустического импульса, вводимого в образец, определяли по скорости налета и отскока шарика от переходной металлической пластины с высокой твердостью, находящейся в акустическом контакте с исследуемым образцом. Скорость шарика определяли в системе СДВ (3), включающей две оптических пары, размещенных в трубке на фиксированном расстоянии друг от друга. В результате скорость шарика определяли по отметкам на мониторе КП1 (9), возникающих при пролете шарика через систему оптических пар. Масса шарика измерялась на весах с точностью  $10^{-6}$  кг. По данным измерения веса, скоростей налета и отскока шарика рассчитывалась разность кинетических энергий  $V_{1,2}$ . Полученная разница, без учета потерь в переходной пластине, является энергией АИ, вводимой в образец. Эту энергию с помощью ПУ можно было регулировать в пределах  $(5-30) \cdot 10^{-3}$  Дж.



**Рис.1.** Стенд для внешнего возбуждения образцов детерминированными АИ импульсами и приема ЭМО при таком воздействии (а); стенд для контроля развития этапов разрушения в диэлектрических образцах, в том числе при ступенчатом нагружении и измерения параметров ЭМС при внешнем акустическом воздействии (б)

**Fig.1.** Stand for external excitation of samples by deterministic AI pulses and receiving EMT under such influence (a); stand for monitoring the development of failure stages in dielectric samples, including those under stepped loading and measuring EMC parameters under external acoustic exposure (b)

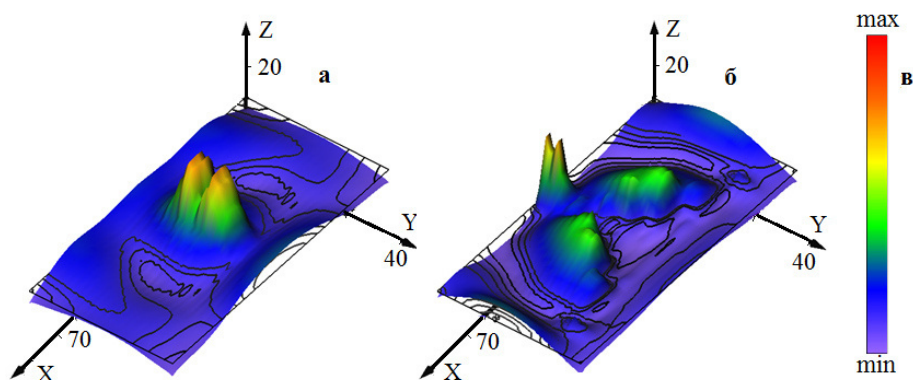
На стендах акустический импульс, прошедший через образец, регистрировали пьезоэлектрическим приемником ПАП (6). Генерируемый электромагнитный сигнал принимали дифференциальным емкостным датчиком ЭМД (7). В состав датчика входил усилитель мощности. Электромагнитный датчик с усилителем обеспечивал прием ЭМС в частотном диапазоне (1-100) кГц с чувствительностью не менее  $5 \cdot 10^{-6}$  В. Регистрируемые сигналы с ПАП и ЭМД поступали на устройство ввода-вывода NI BNC 2120 (5) с последующей передачей на КПП для дальнейшего нормирования и частотного анализа.

### Результаты исследований

В работах [15, 16] уже указывалось на связь параметров воздействующего на тестируемый диэлектрический объект АИ и генерируемого ЭМС. Для определения влияния образующихся трещин на спектры ЭМС проводился расчет изменения параметров НДС при распространении АИ в упругой неоднородной среде ограниченных размеров. Использовалась классическая модель упругой твердотельной среды [24]. Расчет выполнялся для площадки максимального сечения используемого в экспериментах образца размером  $(42 \cdot 80) \cdot 10^{-6}$  м<sup>2</sup>. При вычислениях принимали однородную структуру и текстуру материала. Граничные условия при расчетах параметров распространяющегося по образцу АИ соответствовали постановке лабораторных экспериментов. Амплитуда, длительность и форма АИ при расчетах выбирались такими же, как в лабораторных экспериментах. В расчетах изменения НДС при распространении АИ применяли объемную схему конечно-разностного метода МакКормака [25, 26]. При численном моделировании по этой схеме для каждого момента времени проводится анализ всей расчетной области. Численным алгоритмом схемы расчетов по МакКормаку является метод Рунге-Куты, который применяется для решения обыкновенных дифференциальных уравнений. При применении к расчетам изменений НДС метода Рунге-Куты второго порядка точности в уравнениях пространственные производные заменяли отношениями конечных разностей и использовали нецентральные разностные операторы. Перечисленные подходы являются основой нецентральной схемы расчетов второго порядка точности, предложенной МакКормаком. При этом в качестве элементов выбирали площадки размером один квадратный миллиметр, а расчетная область разбивалась

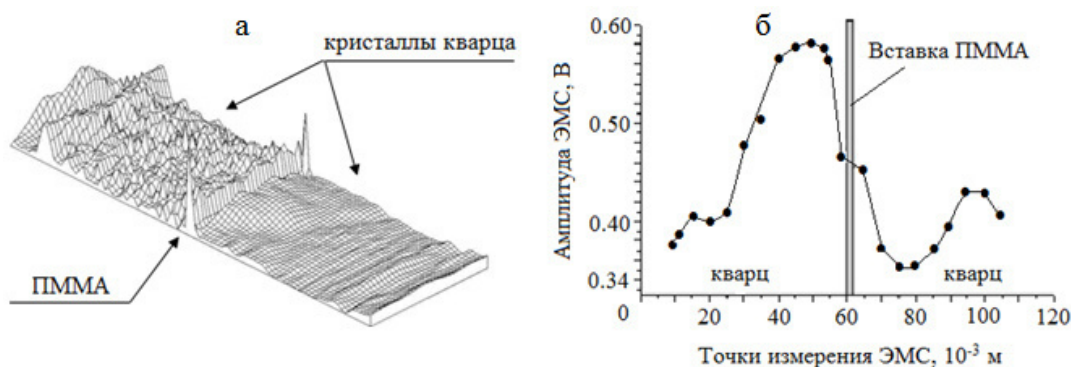
при частоте дискретизации интервалов  $10^{-6}$  секунды на 237500 точек. На рис.2а и рис.2б приведены результаты распространения в образце упругого возмущения через  $30 \cdot 10^{-6}$  секунды. При расчетах трещину длиной  $10^{-2}$  метра располагали вдоль наибольшей оси образца, а по отношению к точке ввода АИ перпендикулярно и посередине этой оси. Распространение акустического импульса выбиралось перпендикулярно трещине. На рис.2а видно, что в области трещины наблюдалась наибольшая интенсивность НДС. Результаты расчетов изменения характеристик НДС в образце с шестью трещинами приведены на рис.2б. Трещины имели размеры  $(2,0 \ 4,0 \ 8,0 \ 16,0 \ 32,0 \ 64,0) \cdot 10^{-3}$  м, которые тоже размещали вдоль наибольшей оси образца. Расстояние между ними составляло  $5 \cdot 10^{-3}$  м. Трещины по отношению к точке приложения АИ располагали в порядке возрастания от меньшей по размеру к большей. На рис.2б вблизи устьев трещин наблюдается наибольшая интенсивность НДС. Это не противоречит теории концентрации напряжений в устье трещин. Кроме того, впереди лежащие трещины по отношению к точке ввода АИ приводят к уменьшению акустического возмущения. Так как устья трещин обладают наибольшим зарядом при своем прорастании, то при акустическом воздействии и колебании этого заряда будет наблюдаться и наибольшая амплитуда электромагнитного сигнала [12, 16].

Как уже отмечалось выше по тексту, при МЭП и АЭП основным фактором возбуждения ЭМС в твердотельных диэлектрических структурах является акустическое воздействие. Поэтому важно определить влияние сложной структуры диэлектриков на параметры распространяющегося АИ и генерируемого при этом ЭМС. В большей степени потери акустической энергии происходит на контактах составляющих диэлектрического материала. Эти контакты можно рассматривать как слоистость структуры. Поэтому в последующих экспериментальных исследованиях определяли влияние слоистости образцов на изменение параметров ЭМС при внешнем воздействии детерминированными АИ. Сначала численно и экспериментально исследовались искусственно созданные слоистые модели из плотно прижатых двух одинаковых по размеру кристаллов кварца и прослойки из ПММА. Акустический контакт осуществляли с помощью минерального масла. На рис.3а приведены результаты расчетов распространения акустического импульса через  $27 \cdot 10^{-6}$  секунды для модели с оргстеклом толщиной  $1,7 \cdot 10^{-3}$  м.



**Рис.2.** Результаты численного моделирования интенсивности напряжений в образце через  $30 \cdot 10^{-6}$  секунды от момента ввода детерминированного акустического импульса: а) для одной трещины величины; б) для шести трещин; в) цветовая гамма, отображающая изменения интенсивности напряжений

**Fig.2.** The results of numerical simulation of the stress intensity in the sample after  $30 \cdot 10^{-6}$  seconds from the moment of input of a deterministic acoustic pulse: а) for one crack of size; б) for six cracks; с) color scale showing changes in stress intensity



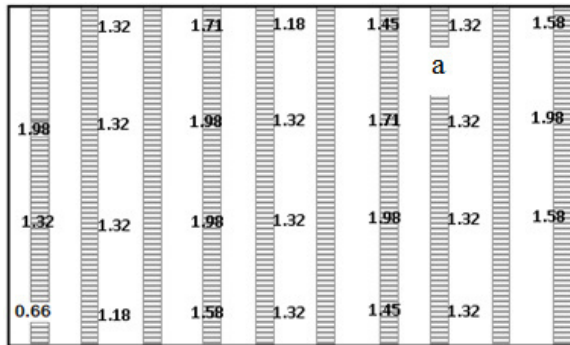
**Рис.3.** Результаты численных расчетов изменения интенсивности механических напряжений: а) через  $27 \cdot 10^{-6}$  секунд в слоистой модели из двух одинаковых кристаллов кварца и вставки между ними из оргстекла с толщиной  $1,7 \cdot 10^{-3}$  метра; б) результаты измерений амплитуды ЭМС в такой же модельной системе

**Fig.3.** The results of numerical calculations of changes in the intensity of mechanical stresses: а) after  $27 \cdot 10^{-6}$  seconds in a layered model of two identical quartz crystals and an insert between them made of plexiglass with a thickness of  $1.7 \cdot 10^{-3}$  meters; б) results of measurements of the EMS amplitude in the same model system

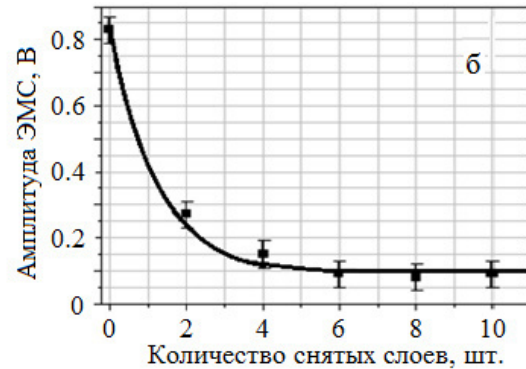
На рис.3б показаны результаты измерений максимальных амплитуд ЭМО диэлектрической слоистой модельной системы на детерминированное импульсное акустическое воздействие. На рисунке наблюдается удовлетворительное соответствие расчетных значений напряжений и амплитуд ЭМС, регистрируемых в определенных точках этой модели. Наряду с образованием трещин и мозаичным разделением зарядов на их бортах, в диэлектрических материалах также происходит накопление зарядов на контактах разного рода дефектов с вмещающим материалом. Такое заряджение может происходить в результате энергетически разной работой выхода электронов, а также трения бортов трещин и контактов дефектов с диэлек-

триком, движения заряженных дислокаций и их концентрации на контактирующих поверхностях материалов и с помощью других механизмов [24]. Влияние на амплитуду ЭМС при АЭП множественных заряженных слоев, находящихся в непосредственном контакте друг с другом проводили на образцах полосчатого серпентинита. Полосчатую структуру этой горной породы определяли строго чередующиеся минералы серпентина и слоистого хризотил-асбеста (см. таблицу 1). Измерения ЭМС осуществляли электромагнитным приемником ЭМД на наибольшей поверхности образца, имеющей размеры  $(6,0 \cdot 3,5) \cdot 10^{-4}$  м<sup>2</sup>. Датчик устанавливали вдоль слоистости хризотил-асбеста, но перпендикулярно чередующимся слоям серпентина.

Распределение зарядов в такой слоистой структуре определяли прибором с вибрирующим электродом [23]. Оказалось, что величина заряда в хризотил-асбесте больше чем в серпентине (рис.4а). Указанные единицы заряда на рис.4а



имеют размерность  $10^{-13}$  Кл. Такое распределение обусловлено разными удельными электрическими сопротивлениями минералов (таблица 1).



**Рис.4.** Распределение зарядов в серпентините в единицах  $10^{-13}$  Кл на контактах минералов серпентина и хризотил-асбеста (заштрихован) (а); изменения максимальных амплитуд ЭМС при внешнем воздействии детерминированным АИ и последовательном удалении слоев серпентина и хризотил-асбеста (б)

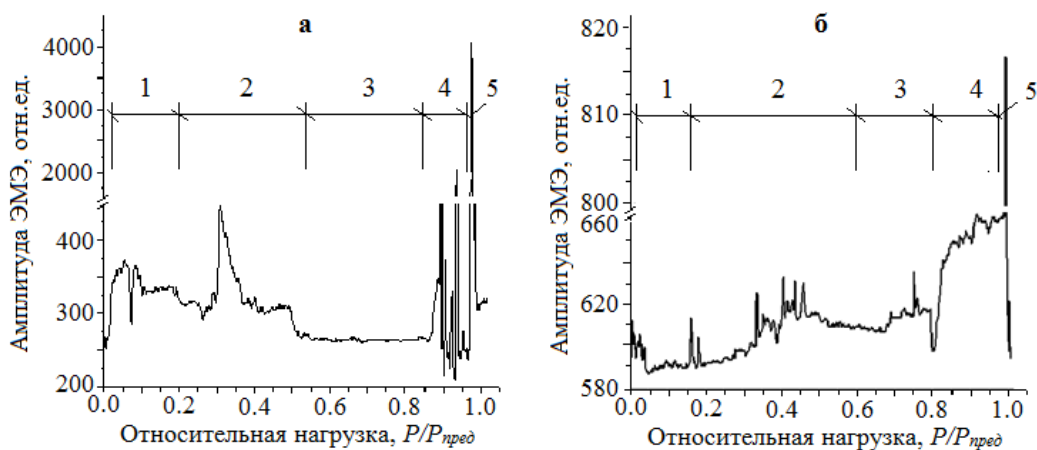
**Fig.4.** Distribution of charges in serpentinite in units of  $10^{-13}$  C at the contacts of serpentine and chrysotile-asbestos minerals (shaded) (a); changes in the maximum amplitudes of EMS under external exposure to deterministic AI and successive removal of layers of serpentine and chrysotile asbestos (b)

Зарегистрированное зарядовое состояние указывает на наличие ДЭС в пределах контактов структурных минералов. Удаляя последовательно слои, можно определить влияние ДЭС на амплитуду ЭМС при возбуждении детерминированными АИ. При удалении слоев электромагнитный приемник смещали на середину оставшейся части образца. На рис.4б видно, что максимальные амплитуды ЭМС уменьшаются при поочередном удалении слоев серпентинита. Удаление контактирующих слоев серпентина и хризотил-асбеста приводит к уменьшению количества ДЭС и, соответственно, к уменьшению генерирующих ЭМС заряженных поверхностей. Следует отметить, что максимальная амплитуда ЭМС из серпентинита в десять раз превышала соответствующую амплитуду из отдельно исследуемых образцов серпентина и хризотил-асбеста. При этом размеры всех образцов были одинаковыми. Уменьшение количества слоев и, соответственно, продольных размеров образца ведет к появлению в спектре ЭМС более высокочастотных составляющих. Полученные в настоящей работе результаты численных и экспериментальных исследований можно использовать для тестирования применимости методов МЭП и АЭП при развитии деструктивных процессов в упругих твердотельных диэлектриках. При этом надо учитывать данные о поляризации образцов со сложной текстурой и разной зернистостью, опубликованные ранее [20]. Для выявления закономерностей изменения характеристик электромаг-

нитной эмиссии в процессе развития деструктивных процессов эксперименты проводили на образцах сиенитового скарна и 75 % магнетитовой руды. Количество образцов каждой горной породы было не менее десяти. Разрушение этих образцов проводили путем одноосного сжатия на стенде, схема которого приведена на рис.1б. Скорость нагружения составляла 3 кН/с. Надо отметить, что образцы, изготовленные даже из одного керна, несколько отличаются по составу и текстуре распределения структурных минералов. При этом изменения характеристик ЭМЭ в процессе развития разрушения одноосным сжатием имеют общие закономерности. На рис.5 на частоте 100 кГц с усреднением ЭМС за одну секунду приведены характерные изменения амплитуд ЭМЭ при разных значениях относительной сжимающей нагрузки  $P/P_{nved}$  на образец магнетитовой руды (рис.5а) и сиенитового скарна (рис.5б). Такой же вид закономерностей развития разрушения наблюдался и при измерении интенсивности ЭМЭ. Здесь  $P$  – текущая нагрузка при одноосном сжатии,  $P_{nved}$  – предельная или разрушающая нагрузка, которая для образца магнетитовой руды имела значение 261 кН, а для образца сиенитового скарна – 295 кН. На рис.5 для обоих типов образцов можно выделить следующие этапы: 1 – начального уплотнения образца; 2 – деструкции и формирования очага разрушения; 3 – устойчивой прочности; 4 – предшествующий разрушению (4) и прорастание трещин отрыва (5). Анализируя рис.5а можно отметить, что при окон-

чании первого этапа в процессе формирования очага разрушения в интервале  $(0,3-0,55)P_{пред}$  происходит существенное возрастание амплитуд ЭМЭ. Причем для образца магнетитовой руды с содержанием 25 % кальцита эта зона имеет два отрезка с возрастанием амплитуды ЭМЭ. Первое увеличение амплитуды ЭМЭ в зоне формирования деструкции обусловлено разрушением более хрупкого кальцита, а второе увеличение ЭМЭ в этой же зоне соответствует развитию разрушения магнетитовой руды. Так как удельное электрическое сопротивление кальцита существенно выше чем у магнетитовой руды (см. таблицу 1), то и амплитуда ЭМЭ пика кальцита на рис.5а будет больше. Это связано с возможностью кальцита при развитии разрушения к более эффективному накоплению заряда. В результате АЭП при распространении по образцу АИ будет наблюдаться и более высокая амплитуда ЭМС. Предшествующий разрушению этап по приведенным характеристикам ЭМЭ прослеживается в интервале  $(0,55-0,86)P_{пред}$ . При повышении нагрузки образец разрушался. При этом усредненные амплитуды ЭМЭ возрастают в несколько раз. Такой

же ход развития деструктивных процессов наблюдали и на образце сиенитового скарна. В нем содержится несколько включений (кальцит, сиенит и скарн), имеющих свой предел разрушения. Поэтому в зоне формирования деструкции в этом образце наблюдается несколько пиков ЭМЭ. Для сравнения с мониторингом методом МЭП были проведены экспериментальные исследования для выявления возможностей контроля развития разрушения МЭП методом при внешнем возбуждении образцов АИ. Сначала с этой целью использовали «ступенчатое» нагружение одноосным сжатием образцов из затвердевшего цементно-песчаного раствора размером  $(10 \cdot 10 \cdot 10) \cdot 10^{-6} \text{ м}^3$ , в которых размещали пластины из магнетитовой руды толщиной  $10^{-2}$  и  $4 \cdot 10^{-2}$  метра. Направление ввода АИ было перпендикулярно наибольшей плоскости пластины. На каждой ступени нагрузки производили по десять воздействий АИ. На рис.6 показаны закономерности изменения усредненных амплитуд ЭМС на такое акустическое воздействие. На рис.6а толщина вставок магнетитовой руды составляла  $2 \cdot 10^{-3}$  м, а на рис.6б –  $4 \cdot 10^{-3}$  м.

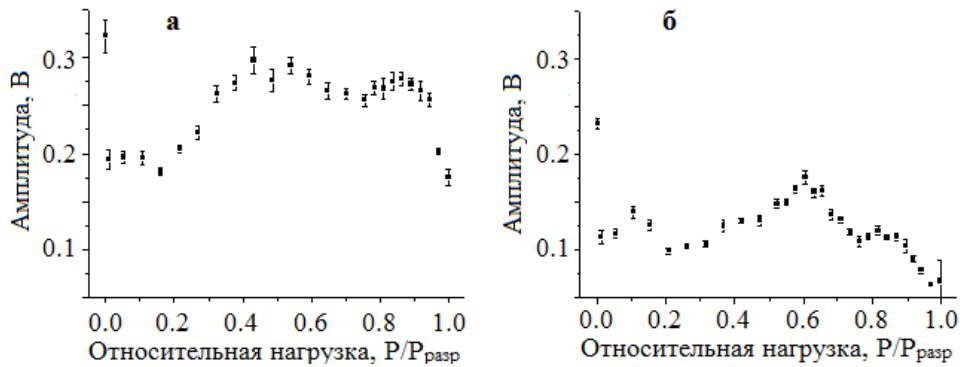


**Рис.5.** Изменения усредненных за одну секунду амплитуд ЭМЭ на частоте 100 кГц при разных значениях относительной сжимающей нагрузки на образцы: а) магнетитовой руды; б) скарна: 1 – этап уплотнения; 2 – этап формирования очага разрушения; 3 – этап устойчивой прочности; 4 – этап предшествующий разрушению; 5 – прорастание трещины отрыва

**Fig.5.** Changes in the EME amplitudes averaged over one second at a frequency of 100 kHz at different values of the relative compressive load on the samples: а) magnetite ore; б) skarna: 1 – compaction stage; 2 – the stage of formation of the fracture center; 3 – stage of stable strength; 4 – stage preceding destruction; 5 – rapture propagation

На рис.6а и 6б также как и в образцах магнетитовой руды видны этапы развития разрушения: уплотнение; развитие зоны разрушения в интервале  $0,2-0,7$  от  $P_{пред}$ , плавное разрушение. На таких образцах плавность разрушения обусловлена свойствами ЦПС [27]. На рис.6 также показано, что на «ступеньках» нагружения одноосным сжатием и акустического возбуждения образцов ЦПС наблюдались отличия

усредненных амплитуд ЭМС. Использование в дополнительных экспериментах вставок толщиной  $0,5 \cdot 10^{-2}$  м и  $3 \cdot 10^{-2}$  м подтвердило предположение о том, что отличие амплитуд обусловлено увеличением затухания АИ во вставках магнетитовой руды. Такие изменения параметров ЭМС были смоделированы ранее и приведены на рис.3.

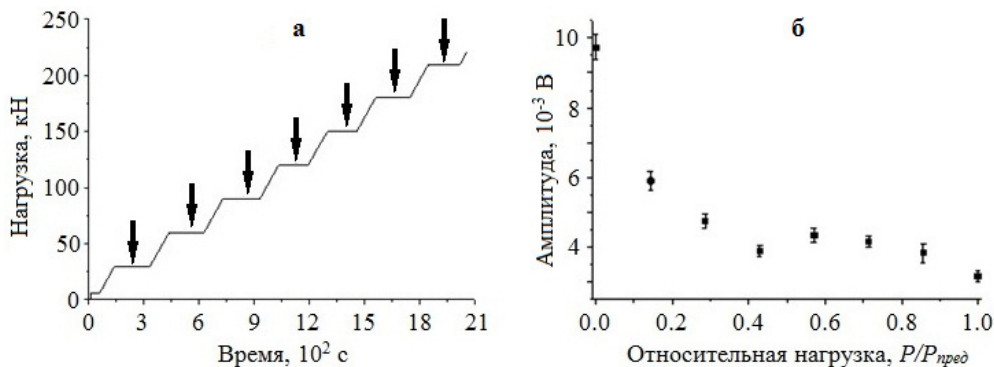


**Рис.6.** Закономерности изменения усредненных амплитуд ЭМО модельных образцов из ЦПС размером  $(10 \cdot 10 \cdot 10) \cdot 10^{-6} \text{ м}^3$  с дефектами из магнетитовой руды разной толщины на внешнее АИ при «ступенчатом» одноосном нагружении сжатием до разрушения: а) толщина вставки  $10^{-2} \text{ м}$ ; б) толщина вставки  $4 \cdot 10^{-2} \text{ м}$

**Fig.6.** Patterns of change in the average amplitudes of the EMT of model samples from the CPS with a size of  $(10 \cdot 10 \cdot 10) \cdot 10^{-6} \text{ м}^3$  with defects from magnetite ore of different thicknesses to external AI under «stepped» uniaxial loading by compression to failure: a) insert thickness of  $10^{-2} \text{ м}$ ; b) insert thickness  $4 \cdot 10^{-2} \text{ м}$

Аналогичные исследования АЭП проводили при «ступенчатом» нагружении образцов 75 % магнетитовой руды с содержанием 25 % кальцита, таких же, как и при постоянно нарастающей нагрузке одноосным сжатием (см. рис.5). На рис.7а показан график одноосного «ступенчатого» нагружения сжатием до разрушения образца. На рис.7б приведена типичная зависимость усредненных максимальных амплитуд ЭМО, полученная при «ступенчатом» одноосным сжатием и возбуждении образцов

до 10 раз на «ступеньках» внешними детерминированными АИ. На рис.7б в интервале от начала приложения нагрузки до  $0,4 P_{пред}$  явно выражен этап уплотнения образца, а в интервале  $(0,4-0,85) P_{пред}$  наблюдается процесс развития деструкции образца. Кроме того, для образцов ЦПС с дефектом и для образца магнетитовой руды общим является включение этапа устойчивой прочности в полученные закономерности при образовании и развитии деструктивных процессов.



**Рис.7.** График изменения во времени «ступенчатого» нагружения сжатием до разрушения образца, где стрелками указано внешнее возбуждение АИ (а), и закономерность изменения усредненных амплитуд ЭМС образцов 75 % магнетитовой руды при ступенчатом одноосном нагружении и внешнем акустическом возбуждении (б)

**Fig.7.** Graph of the change in time of «stepped» loading by compression until the destruction of the sample, where the arrows indicate the external excitation of AI (a), and the regularity of the change in the average amplitudes of the EMS of samples of 75 % magnetite ore under stepwise uniaxial loading and external acoustic excitation (b)

### Обсуждение и выводы

Таким образом, в настоящей работе приведены результаты численных и экспериментальных исследований ЭМЭ и ЭМС при механико-электрических и акустико-электрических пре-

образованиях, соответственно. Показано, что присутствие трещин в тестируемом объекте существенно изменяет распределение механических напряжений при распространении акустических импульсов и, как следствие, приводит к изменению параметров электромагнитных



сигналов или их последовательностей. В процессе подготовки и развития разрушения при МЭП акустические импульсы возникают внутри твердотельных диэлектрических материалов. На начальном этапе при одноосном сжатии генерация АИ происходит за счет высвобождения энергии при раскрытии вновь образующихся микротрещин и их прорастания, а также трения, возникающего при уплотнении имеющихся полостей, трещин и контактов структурных элементов материалов. В результате в процессе одноосного сжатия снижается суммарное количество уже имеющихся до нагружения дефектов структуры и, соответственно, уменьшается количество двойных электрических слоев. Снижение количества ДЭС на первом этапе нагружения приводит к уменьшению генерируемых ЭМС дефектов структуры и сопровождается спадающей амплитудой и интенсивностью ЭМЭ. Кроме того, уменьшение амплитуды ЭМЭ на этом этапе связано также с тем, что акустические импульсы, генерируемые при образовании микротрещин, имеют малую длительность и амплитуду и малоэффективны при генерации ЭМС в диапазоне частот (1-100) кГц. Такое снижение амплитуды ЭМЭ, наряду с акустическими и электрическими свойствами диэлектрика, обусловлено связью параметров ЭМС и возбуждаемых АИ.

На параметры ЭМЭ оказывает существенное влияние и слоистость контролируемых структур. Это экспериментально показано на примере модельного образца, составленного из двух кристаллов кварца и прослойки из ПММА. Численные расчеты показали существенное различие распределения параметров НДС до и после прохождения АИ через прослойку. В этой геометрии при перемещении электромагнитного приемника вдоль модельной слоистой системы экспериментально получены закономерности изменения ЭМС, которые хорошо совпадают с распределением в модельном образце НДС. В большей степени это связано с разным акустическим импедансом образца и включения.

Экспериментально выявлено влияние на параметры ЭМС количества двойных электрических слоев. Уменьшение количества слоев оказывало существенное влияние на амплитуду ЭМС.

Таким образом, используя полученные закономерности о влиянии трещин и слоистости твердотельных диэлектрических материалов на параметры ЭМС, можно определить связь характеристик ЭМЭ, возникающей в процессе

развития деструкции образцов, и этапами подготовки их разрушения при одноосном сжатии.

Анализируя МЭП при одноосном сжатии, были выявлены некоторые закономерности изменения амплитудно-частотных параметров генерируемых электромагнитных сигналов. Наблюдалось возрастание амплитуды ЭМЭ, соответствующего каждому этапу подготовки и развития разрушения, которые включают возникновение и развитие зоны деструкции, участок предшествующий разрушению и образования трещин отрыва. Спектр ЭМС на каждом этапе развития разрушения имел характерные частоты, которые в основном связаны с размерами образующихся трещин и других дефектов. При этом по мере развития деструктивных процессов в образце происходит смещение спектральных составляющих электромагнитных сигналов в область более низких частот.

Внешнее импульсное детерминированное акустическое возбуждение тестируемых образцов показало, что по параметрам ЭМС и в этом случае удовлетворительно отслеживаются образование и развитие деструкции, в том числе в дефектных диэлектрических образцах. При этом также как и при ЭМЭ изменение параметров ЭМС в большей степени связано с трещинообразованием и ростом трещин в процессе нагружения [16, 18]. По закономерностям изменения амплитуды ЭМС можно отчетливо выделять зоны начала образования деструктивных процессов и их развитие. Причем процессы развития разрушения имеют свои закономерности. Исследования модельных образцов из ЦПС со вставкой из магнетитовой руды показали, что с ростом толщины вставки амплитуда ЭМС уменьшается. Это связано с увеличением затухания АИ в материале вставки. Кроме того, появление в середине полученных закономерностей нарастание и спад амплитуды ЭМС связано с имеющейся дефектностью образца ЦПС. Очевидно, что при распространении акустических импульсов необходимо учитывать влияние акустического импеданса основного материала и дефекта (см. таблицу 1).

В отсутствии знаний о свойствах дефекта, используя метод внешнего акустического зондирования, возможно получение сведений об его акустических свойствах и импедансе. Определение спектров ЭМС, возбуждаемых внешними АИ, позволит определять процесс роста трещин. По итогам тестирования методом АЭП выявлено, что этот метод также применим для определения зоны развития деструктивных процессов. При этом мониторинг с использованием метода АЭП отличается от мето-

да МЭП тем, что тестирование развития разрушения осуществляется не непрерывно, а в выбранные моменты времени.

Таким образом, методы МЭП и АЭП при одноосном нагружении сжатием или при других видах нагрузок, используемых на практике, будет полезным для текущего контроля образования деструкции неметаллических материалов и развития его разрушения. Кроме того, метод АЭП может быть использован для обнаружения любых дефектов в твердотельных диэлектриках, имеющих отличающийся акустический импеданс или удельное электрическое сопротивление.

### Список литературы

1. Клюев В.В. Неразрушающий контроль. Справочник в 8 томах. М.: Машиностроение, 2008. 323 с.
2. Неразрушающий контроль (ред. В.В. Сухоруков), кн.4: М.: Высшая школа, 1992. 321 с.
3. Румянцев С.В. Радиационная дефектоскопия, М.: Атомиздат, 1974. 510 с.
4. Blitz J. Electrical and Magnetic Methods of Non-destructive Testing, Springer, 1997. 261 p.
5. Ganchev S.I., Qaddoumi N., Ranu E., Zoughi R. Microwave detection optimization of disband in layered dielectrics with varying thickness // IEEE Trans. on Instrumentation and Measurement, 1995. V. 44, N 2. P. 326–328.
6. Francesco Ficilli Non-Destructive Testing by Magnetic Techniques. LAP Lambert Academic Publishing, 2012. 140 p.
7. Вавилов В.П. Инфракрасная термография и тепловой контроль. Изд.: ИД Спектр, 2009. 544 с.
8. Перельман М.Е., Хатиашвили Н.Г. О радиоизлучении при хрупком разрушении диэлектриков // ДАН СССР. 1981. Т. 256, № 4. С. 824–826.
9. Fursa T.V., Dann D.D., Demikhova A.A. Influence of the surface crack concentration and crack orientation in concrete subjected to a pulsed mechanical action on the electrical response parameters // Technical Physics. 2014. V. 59, N 12. P. 1815–1818.
10. Rabinovitch A., Frid V., Goldbaum J., Bahat D. Polarization-depolarization process in glass during percussion drilling // Philosophical Magazine. 2003. V. 83, N 25. P. 2929–2939.
11. Lacidogna G., Carpinteri A., Manuello A., Durin G., Schiavi A., Niccolini G., Agosto A. Acoustic and electromagnetic emissions as precursor phenomena in failure processes // Strain. 2010. V. 47. P. 144–152.
12. O’Keefe S.G., Thiel D.V. A mechanism for the production of electromagnetic radiation during fracture of brittle materials // Phys. Earth and Planet. Inter. 1995. V. 89, N 11. P. 127–135.
13. Ogawa T., Oike K., Miura T. Electromagnetic radiations from rocks // J. Geophys. Res., 1985. V. 90. P. 6245–6249.
14. Bespal’ko A.A., Shtirts V.A., Fedotov P.I., Chulkov A.O., Yavorovich L.V. Modelling of Infrared Glow in Rock Holes // Journal of Nondestructive Evaluation. 2019. V. 38. P. 30(9).
15. Хатиашвили Н.Г. Генерация электромагнитного излучения при прохождении акустических волн через кристаллические диэлектрики и некоторые горные породы // ДАН СССР. 1982. Т. 263, № 4. С. 839–842.
16. Yamada I., Masuda K., Mizutani H. Electromagnetic and acoustic emission associated with rock fracture // Phys. Earth Planet. Int. 1989. V. 57, N 1-2. P. 157–168.
17. Fursa T.V., Utsyn G.E., Dann D.D., Petrov M.V. Development prospects for nondestructive testing of heterogeneous nonmetallic materials by the parameters of electrical response to a shock action // Russian Journal of Nondestructive Testing. 2017. V. 53, N 2. P. 104–110.
18. Bespal’ko A.A., Surzhikov A.P., Dann D.D., Utsyn G.E., Petrov M.V., Pomishin E.K. Modelling Acoustic-Electric Nondestructive Testing for Defects in Dielectric Materials // Russian Journal of Nondestructive Testing. 2021. N 2. P. 85–95.
19. Bespal’ko A.A., Isaev Y.N., Yavorovich L.V. Transformation of acoustic pulses into electromagnetic response in stratified and damaged structures // Journal of Mining Science. 2016. V. 52, N 2. P. 279–285.
20. Bespal’ko A., Surzhikov A., Fedotov P., Pomishin E., Stary O. Polarization and Electromagnetic Emissions of Natural Crystalline Structures upon Acoustic Excitation // Materials Science Forum. 2019. V. 970. P. 153–166.
21. Добрынин В.М., Вендельштайн В.О., Кожевников В.А. Петрофизика (физика горных пород). М.: Издательский дом «Нефть и газ», Москва, 2004. 368 с.
22. Дортман Н.Б. Физические свойства горных пород и полезных ископаемых. М.: «Недра», 1984. 455 с.
23. Алейников А.Н., Алейников Н.М. Индукционные методы определения параметров остаточного заряжения диэлектрических мате-

риалов // *Материаловедение*. 2002. № 3. С. 26–33.

24. Давыдов А.С. Теория твердого тела. М.: Наука, 1976. 640 с.

25. Уорминг Р.Ф., Кутлер П., Ломакс Г. Нецентральные разностные схемы II и III порядка точности для решения нелинейных уравнений гиперболического типа // *Ракетная техника и космонавтика*. 1973. Т. 11, № 2. С. 76–85.

26. Hoffman J.D. Numerical methods for engineers and scientists/ Second edition revised and expanded. New York: Marcel Dekker, Inc., 2001. 840 p.

27. Бадьин Г.М. Справочник технолога-строителя. СПб.: БХВ-Петербург, 2010. 528 с.

### Информация об авторах

*А. А. Беспалько – доктор технических наук, ведущий научный сотрудник Проблемной научно-исследовательской лаборатории электроники, диэлектриков и полупроводников Исследовательской школы физики высокоэнергетических процессов Национального исследовательского Томского политехнического университета.*

*Д. Д. Данн – кандидат технических наук, научный сотрудник Проблемной научно-исследовательской лаборатории электроники, диэлектриков и полупроводников Исследовательской школы физики высокоэнергетических процессов Национального исследовательского Томского политехнического университета.*

*Ц. Ло – аспирант Проблемной научно-исследовательской лаборатории электроники, диэлектриков и полупроводников Исследовательской школы физики высокоэнергетических процессов Национального исследовательского Томского политехнического университета.*

*П. И. Федотов – кандидат технических наук, инженер-исследователь Проблемной научно-исследовательской лаборатории электроники, диэлектриков и полупроводников Исследовательской школы физики высокоэнергетических процессов Национального исследовательского Томского политехнического университета.*

### References

1. Klyuyev, V. V. (2008). Nerazrushayushchiy kontrol'. Spravochnik v 8 tomakh. M.: Mashinostroyeniye. P. 323. (In Russ.).

2. (1992). Nerazrushayushchiy kontrol' (red. V. V. Sukhorukov), kn.4: M.: Vysshaya shkola. P. 321. (In Russ.).

3. Rumyantsev, S. V. (1974). Radiatsionnaya defektoskopiya, M.: Atomizdat. P. 510. (In Russ.).

4. Blitz, J. (1997). Electrical and Magnetic Methods of Non-destructive Testing, Springer. P. 261.

5. Ganchev, S. I., Qaddoumi, N., Ranu, E. & Zoughi, R. (1995). Microwave detection optimization of disband in layered dielectrics with varying thickness. *IEEE Trans. on Instrumentation and Measurement*, 44(2), 326–328.

6. Francesco, Ficilli (2012). Non-Destructive Testing by Magnetic Techniques. LAP Lambert Academic Publishing. P. 140.

7. Vavilov, V. P. (2009). Infrakrasnaya termografiya i teplovoy kontrol'. Izd.: ID Spektr. P. 544. (In Russ.).

8. Perel'man, M. E. & Khatiashvili, N. G. (1981). O radioizlucheni pri khрупkom razrushenii dielektrikov. *DAN SSSR*, 256(4), 824–826. (In Russ.).

9. Fursa, T. V., Dann, D. D. & Demikhova, A. A. (2014). Influence of the surface crack concentration and crack orientation in concrete subjected to a pulsed mechanical action on the electrical response parameters. *Technical Physics*, 59(12), 1815–1818.

10. Rabinovitch, A., Frid, V., Goldbaum, J. & Bahat, D. (2003). Polarization-depolarization process in glass during percussion drilling. *Philosophical Magazine*, 83(25), 2929–2939.

11. Lacidogna, G., Carpinteri, A., Manuello, A., Durin, G., Schiavi, A., Niccolini, G. & Agosto, A. (2010). Acoustic and electromagnetic emissions as precursor phenomena in failure processes. *Strain*, 47, 144–152.

12. O'Keefe, S. G. & Thiel, D. V. (1995). A mechanism for the production of electromagnetic radiation during the fracture of brittle materials. *Phys. Earth and Planet. Inter.*, 89(11), 127–135.

13. Ogawa, T., Oike, K. & Miura, T. (1985). Electromagnetic radiations from rocks. *J. Geophys. Res.*, 90, 6245–6249.

14. Bepal'ko, A. A., Shtirts, V. A., Fedotov, P. I., Chulkov, A. O. & Yavorovich, L. V. (2019). Modelling of Infrared Glow in Rock Holes. *Journal of Nondestructive Evaluation*, 38, 30(9).

15. Khatiashvili, N. G. (1982). Generatsiya elektromagnitnogo izlucheniya pri prokhozhenii akusticheskikh voln cherez kristallicheskiye dielektriki i nekotoryye gornyye porody. *DAN CCCP*, 263(4), 839–842. (In Russ.).

16. Yamada, I., Masuda, K. & Mizutani, H. (1989). Electromagnetic and acoustic emission associated with rock fracture. *Phys. Earth Planet. Int.*, 57(1-2), 157–168.
17. Fursa, T. V., Utsyn, G. E., Dann, D. D. & Petrov, M. V. (2017). Development prospects for nondestructive testing of heterogeneous nonmetallic materials by the parameters of electrical response to a shock action. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 53(2), 104–110.
18. Bepal'ko, A. A., Surzhikov, A. P., Dann, D. D., Utsyn, G. E., Petrov, M. V. & Pomishin, E. K. (2021). Modelling Acoustic-Electric Nondestructive Testing for Defects in Dielectric Materials. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, (2), 85–95.
19. Bepal'ko, A. A., Isaev, Y. N. & Yavorovich, L. V. (2016). Transformation of acoustic pulses into electromagnetic response in stratified and damaged structures. *Journal of Mining Science*, 52(2), 279–285.
20. Bepal'ko, A., Surzhikov, A., Fedotov, P., Pomishin, E. & Stary, O. (2019). Polarization and Electromagnetic Emissions of Natural Crystalline Structures upon Acoustic Excitation. *Materials Science Forum*, 970, 153–166.
21. Dobrynin, V. M., Vendel'shtayn, V. O. & Kozhevnikov, V. A. (2004). *Petrofizika (fizika gornyx porod)*. M.: Izdatel'skiy dom «Nef't' i gaz», Moskva. P. 368. (In Russ.).
22. Dortman, N. B. (1984). *Fizicheskiye svoystva gornyx porod i poleznykh iskopayemykh*. M.: «Nedra». P. 455. (In Russ.).
23. Aleynikov, A. N. & Aleynikov, N. M. (2002). Induktsionnyye metody opredeleniya parametrov ostatochnogo zaryazheniya dielektricheskikh materialov. *Materialovedeniye*, (3), 26–33. (In Russ.).
24. Davydov, A. S. (1976). *Teoriya tverdogo tela*. M.: Nauka. P. 640. (In Russ.).
25. Uorming, R. F., Kutler, P. & Lomaks, G. (1973). Netsentral'nyye raznostnyye skhemy II i III poryadka tochnosti dlya resheniya nelineynykh uravneniy giperbolicheskogo tipa. *Raketnaya tekhnika i kosmonavtika*, 11(2), 76–85. (In Russ.).
26. Hoffman, J. D. (2001). *Numerical methods for engineers and scientists/ Second edition revised and expanded*. New York: Marcel Dekker., Inc. P. 840.
27. Bad'in, G. M. (2010). *Spravochnik tekhnologa-stroitel'ya*. SPb.: BKHV-Peterburg. P. 528. (In Russ.).

### Information about the authors

A. A. Bepal'ko – Doctor of Technical Sciences, Leading Researcher of the Problematic Research Laboratory of Electronics, Dielectrics and Semiconductors of the Research School of Physics of High-Energy Processes, National Research Tomsk Polytechnic University.

D. D. Dunn – Candidate of Technical Sciences, Researcher at the Problematic Research Laboratory of Electronics, Dielectrics and Semiconductors, Research School of Physics of High-Energy Processes, National Research Tomsk Polytechnic University.

J. Lo – Post-Graduate Student of the Problematic Research Laboratory of Electronics, Dielectrics and Semiconductors of the Research School of Physics of High-Energy Processes, National Research Tomsk Polytechnic University.

P. I. Fedotov – Candidate of Technical Sciences, Researcher at the Problematic Research Laboratory of Electronics, Dielectrics and Semiconductors, Research School of Physics of High-Energy Processes, National Research Tomsk Polytechnic University.

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.  
The authors declare that there is no conflict of interest.

Статья поступила в редакцию 21.06.2023; одобрена после рецензирования 03.07.2023; принята к публикации 17.07.2023.

The article was received by the editorial board on 21 June 23; approved after reviewing 03 July 23; accepted for publication 17 July 23.

Научная статья

1.3.8. Физика конденсированного состояния (физико-математические науки)

УДК 538.91:621.365

doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.009

## ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И СТРУКТУРА ПОВЕРХНОСТИ ФОТОКАТОДА НА ОСНОВЕ ИНТЕРМЕТАЛЛИДА $\text{CeIr}_5$

Алексей Гранитович Никифоров<sup>1</sup>, Борис Федорович Демьянов<sup>2†</sup>,  
Данила Алексеевич Никифоров<sup>3</sup>, Алексей Евгеньевич Левичев<sup>4</sup>, Сергей Львович Микерин<sup>5</sup>,  
Андрей Эдуардович Симанчук<sup>6</sup>

<sup>1,2</sup> Алтайский государственный технический университет им. И.И. Ползунова, пр. Ленина, 46, 656038, Барнаул, Россия

<sup>3,4</sup> Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН, пр. Академика Лаврентьева, 11, 630090, Новосибирск, Россия

<sup>5,6</sup> Институт автоматики и электрометрии СО РАН, пр. Академика Коптюга, 1, 630090, Новосибирск, Россия

<sup>1</sup> akexnik0113@mail.ru

<sup>2</sup> bfdemyanov@mail.ru<sup>†</sup>

<sup>3</sup> nikdanila@bk.ru, <https://orcid.org/0000-0002-6034-5778>

<sup>4</sup> a.levichev@g.nsu.ru

<sup>5</sup> mikerin@iae.sbras.ru, <https://orcid.org/0000-0001-5049-8570>

<sup>6</sup> alex@iae.nsk.su

**Аннотация.** В настоящей работе проведено исследование фазового состава и структуры сплава Ir-16,7 ат. % Се со стехиометрией  $\text{CeIr}_5$ . Методом рентгенофазного анализа установлено, что сплав не является однофазным, в нем присутствуют в значимых количествах три фазы –  $\text{CeIr}_5$ , Ir и  $\text{Ce}_2\text{Ir}_7$ . Сплав имеет поликристаллическую структуру, зерна состоят из высокодисперсной эвтектической смеси двух фаз  $\text{CeIr}_5$  + Ir. Интерметаллид  $\text{CeIr}_5$  образует матрицу, в которые включены кристаллы Ir. Кристаллы Ir имеют глобулярную и игольчатую форму. Характерный размер глобулярных кристаллов 1-3 мкм, диаметр игольчатых кристаллов 0,5-1,0 мкм. При выходе на поверхность фотокатода иглы Ir образуют столбчатую структуру с радиусом кривизны около 400 нм и плотностью  $\rho = 33 \cdot 10^4 \text{ мм}^{-2}$ . Дисперсность структуры обеспечивает большую плотность межфазных границ. Оценка показывает, что на поверхности площадью 1  $\text{мм}^2$  длина сети межфазных границ составляет 0,83 м.

**Ключевые слова:** фотокатод, сплав иридий-церий, фаза  $\text{CeIr}_5$ , эвтектика, рентгенофазовый анализ.

**Благодарности:** Работа выполнена в рамках Соглашения с Минобрнауки России № 075-15-2021-1359 и частично при финансовой поддержке Минобрнауки России в рамках государственного задания Института химии твердого тела и механохимии СО РАН (проект № FWUS-2021-0004).

**Для цитирования:** Никифоров А.Г., Демьянов Б.Ф., Никифоров Д.А., Левичев А.Е., Микерин С.Л., Симанчук А.Э. Фазовый состав и структура поверхности фотокатода на основе интерметаллида  $\text{CeIr}_5$  // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. 2023. Т. 20, № 3. С. 365–371. doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.009.

Original article

## PHASE COMPOSITION AND SURFACE STRUCTURE OF A PHOTOCATHODE BASED ON $\text{CeIr}_5$ INTERMETALLIC COMPOUND

Alexey G. Nikiforov<sup>1</sup>, Boris F. Dem'yanov<sup>2†</sup>, Danila A. Nikiforov<sup>3</sup>, Alexey E. Levichev<sup>4</sup>,  
Sergey L. Mikerin<sup>5</sup>, Andrey E. Simanchuk<sup>6</sup>

<sup>1,2</sup> Polzunov Altai State Technical University, Lenin Pr., 46, Barnaul, 656038, Russia

<sup>3,4</sup> Budker Institute of Nuclear Physics SB RAS, Acad. Lavrentieva Pr., 11, Novosibirsk, 630090, Russia

<sup>5,6</sup> Institute of Automation and Electrometry SB RAS, Acad. Koptyug Pr., 1, Novosibirsk, 630090, Russia

<sup>1</sup> akexnik0113@mail.ru

<sup>2</sup> bfdemyanov@mail.ru<sup>†</sup>

<sup>3</sup> nikdanila@bk.ru, <https://orcid.org/0000-0002-6034-5778>

<sup>4</sup> a.levichev@g.nsu.ru

<sup>5</sup> mikerinsl@iae.sbras.ru, <https://orcid.org/0000-0001-5049-8570>

<sup>6</sup> alex@iae.nsk.su

**Abstract.** In this work, we studied the phase composition and structure of an Ir-16.7 at. % Ce alloy with CeIr<sub>5</sub> stoichiometry. Using X-ray phase analysis, it was found that the alloy is not single-phase, it contains three phases in significant amounts – CeIr<sub>5</sub>, Ir and Ce<sub>2</sub>Ir<sub>7</sub>. The alloy has a polycrystalline structure; the grains consist of a highly dispersed eutectic mixture of two CeIr<sub>5</sub> + Ir phases. The CeIr<sub>5</sub> intermetallic compound forms a matrix in which Ir crystals are included. Ir crystals are globular and needle-shaped. The characteristic size of globular crystals is 1-3 μm, the diameter of needle-like crystals is 0.5-1.0 μm. When the needle reaches the surface of the photocathode, Ir form a columnar structure with a radius of curvature of about 400 nm and a density of  $\rho = 33 \cdot 10^4 \text{ mm}^{-2}$ . Dispersion of the structure provides a high density of interphase boundaries. The estimate shows that on a surface with an area of 1 mm<sup>2</sup>, the length of the network of interphase boundaries is 0.83 m.

**Keywords:** photocathode, iridium-cerium alloy, CeIr<sub>5</sub> phase, eutectic, X-ray phase analysis.

**Acknowledgements:** The work was carried out under Agreement No. 075-15-2021-1359 with the Ministry of Education and Science of the Russian Federation and partly with the financial support of the Ministry of Education and Science of Russia within the framework of the state task of the Institute of Solid State Chemistry and Mechanochemistry of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences (project No. FWUS-2021-0004).

**For citation:** Nikiforov, A. G., Dem'yanov, B. F., Nikiforov, D. A., Levichev, A. E., Mikerin, S. L. & Simanchuk, A. E. (2023). Phase composition and surface structure of a photocathode based on CeIr<sub>5</sub> intermetallic compound. *Fundamental'nye problemy sovremennogo materialovedeniya (Basic Problems of Material Science (BPMS))*, 20(3), 365–371. (In Russ.). doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.009.

## Введение

Выбор материала фотокатода имеет большое значение не только с позиций электронной зонной структуры интерметаллических соединений, но и фазового состава и структуры фотокатода. Система Ce-Ir включает в себя большое количество промежуточных интерметаллических фаз, что позволяет получать не только однофазные, гомогенные материалы, но и многофазные сплавы со сложной дефектной структурой [1-4]. Для понимания и целенаправленного воздействия на эмиссионные свойства необходимо подробное исследование морфологии и размерных характеристик фаз, вида дефектов и характера распределения дефектных областей кристаллической структуры. Целью данной работы является исследование фазового состава и структуры сплава Ir-16,7 ат. % Ce. Режим кристаллизации сплава был выбран таким, чтобы получить высокодисперсную структуру с большой плотностью элементов рельефа с радиусом кривизны около 1 мкм и большой протяженностью межфазных границ.

## Материал и экспериментальные методики

Сплав Ce-83,3 ат. % Ir был получен с помощью электронно-лучевой плавки. Соотношение компонентов в шихте задавалось таким

образом, чтобы сплав имел стехиометрический состав соответствующий интерметаллиду CeIr<sub>5</sub>. Кристаллизация из расплава происходила в процессе охлаждения образца с печью. Процесс превращения, даже при таком относительно медленном охлаждении, являлся неравновесным, скорость охлаждения выбиралась для получения дисперсной фазовой структуры.

Из слитка вырезались катоды в форме цилиндров диаметром 6 мм и высотой 3 мм. Источником фотоэмиссии электронов является поверхность катода, поэтому был сформирован рельеф методом электролитического травления. Режим травления был подобран таким образом, чтобы растворить матрицу эвтектики и получить столбчатые кристаллы Ir с радиусом кривизны менее 1 мкм.

Для установления фазового состава полученные образцы исследовали методом рентгенофазового анализа. Съемку образцов для рентгенофазового анализа проводили на дифрактометре ДРОН-6 (CuK $\alpha$ -излучение,  $\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$ ). Угол  $2\theta$  изменяли в диапазоне от 15 до 90° с шагом 0,01°, время экспозиции 10 секунд на точку. Обработка экспериментальных данных осуществлялась с помощью пакета программ PDWin, предназначенного для автоматизации процесса обработки рентгенограмм. Для идентификации дифракционных максимумов использовалась картотека PDF-2 Международного центра дифракционных данных (ICDD).

### Фазовый состав сплава Ir-16,7 ат. % Се

Система Се-Ir содержит большое количество интерметаллических соединений, поэтому сплавы этих элементов в большинстве случаев являются многофазными со сложной внутренней структурой. На рис.1 приведена диаграмма состояния системы Се-Ir, на которой отмечены области существования всех промежуточных фаз этой системы. Всего система Се-Ir включает в себя девять промежуточных фаз [5, 6]. Большинство соединений кристаллизуются по перитектическим реакциям, только две фазы  $\text{CeIr}_2$  и  $\text{CeIr}_5$  имеют конгруэнтное превращение, поэтому для получения однофазной структуры необходимо медленное охлаждение расплава.

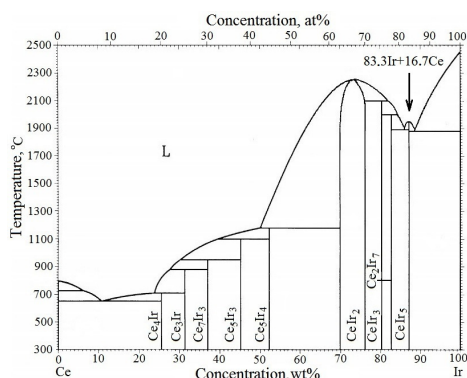


Рис.1. Диаграмма состояния Се-Ir

Fig.1. Ce-Ir state diagram

Можно выделить два концентрационных интервала, существенно отличающихся температурами плавления фаз. В первом интервале содержание Ir изменяется от 0 ат. % до 60 ат. %. В этой концентрационной области

присутствует 5 фаз:  $\text{Ce}_4\text{Ir}$ ,  $\text{Ce}_3\text{Ir}$ ,  $\text{Ce}_7\text{Ir}_3$ ,  $\text{Ce}_5\text{Ir}_3$  и  $\text{Ce}_5\text{Ir}_4$ . Самая тугоплавкая фаза из перечисленных  $\text{Ce}_5\text{Ir}_4$  имеет температуру плавления 1180 °С. Во втором интервале от 60 ат. % до 100 ат. % существует 4 фазы:  $\text{CeIr}_2$ ,  $\text{CeIr}_3$ ,  $\text{Ce}_2\text{Ir}_7$  и  $\text{CeIr}_5$ . Температура плавления этих фаз существенно выше и достигает 2250 °С для  $\text{CeIr}_2$ . Сплав Ir-16,7 ат. % Се, соответствующий соединению  $\text{CeIr}_5$ , отмечен на рис.1 стрелкой. Температура плавления чистого Ir составляет 2447 °С. Проведенный анализ показывает, что более устойчивы к повреждениям лазерным облучением и, соответственно более предпочтительны для изготовления фотокатодов являются соединения Се-Ir с содержанием Ir более 60 ат. %. Данные по решеткам компонентов и промежуточных фаз в системе Се-Ir приведены в [7].

Рентгенограмма сплава Ir-16,7 ат. % Се приведена на рис.2. По данным рентгенограммы был определен качественный фазовый состав сплава. Расшифровка рентгенограммы показала, что наиболее сильные линии соответствуют фазам  $\text{CeIr}_5$  и твердому раствору на основе Ir. Растворимость Се в решетке Ir практически отсутствует, поэтому твердый раствор является почти чистым Ir. В образце также присутствует фаза  $\text{Ce}_2\text{Ir}_7$ , имеющая достаточно высокую долю объема в образце. Таким образом, рентгенофазовый анализ показывает, что сплав Ir-16,7 ат. % Се со стехиометрией  $\text{CeIr}_5$  не является однофазным, в нем присутствуют в значимых количествах три фазы –  $\text{CeIr}_5$ , Ir и  $\text{Ce}_2\text{Ir}_7$ . Более подробно фазовый анализ сплава приведен в [8].

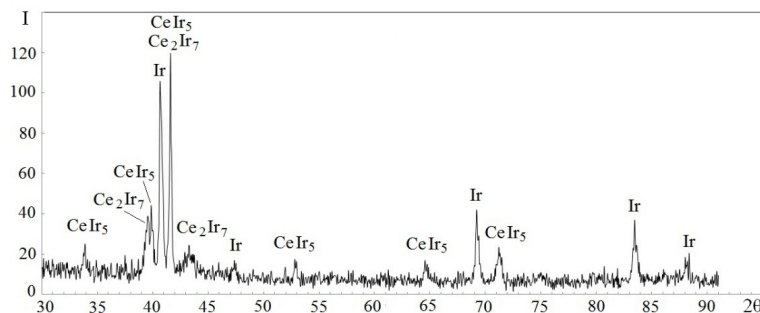


Рис.2. Рентгенограмма сплава Ir-16,7 ат. % Се

Fig.2. X-ray pattern of the Ir-16.7 at. % Ce

Фаза  $\text{CeIr}_5$  имеет кубическую сингонию, пространственная группа  $Fm\bar{3}m$ , структурный тип  $\text{Be}_5\text{Au}$ . Решетка содержит 34 атома, параметр решетки  $a = 0,751$  нм, координационное число  $z = 4$ . Температура плавления 1880 °С,

кристаллизация фазы происходит конгруэнтно. Фаза  $\text{Ce}_2\text{Ir}_7$  имеет тригональную сингонию, пространственная группа  $Rm$ , структурный тип  $\text{Gd}_2\text{Co}_7$ . Параметры решетки  $a = 0,5294$  нм,  $b = 0,5294$  нм,  $c = 3,8938$  нм,  $\alpha = 90^\circ$ ,  $\beta = 90^\circ$ ,

$\gamma = 120^\circ$ . Решетка содержит 92 атома, имеет большой период вдоль оси  $z$ . Координационное число  $z = 6$ . Фаза существует при концентрации 77,8 ат. % Ir. Температура плавления равна  $1940^\circ\text{C}$ , кристаллизация фазы происходит по перитектическому механизму. Данные по характеристикам фаз взяты из работы [9]

### Микроструктура образца.

Тонкая структура сплава Ir-16,7 ат. % Ce была исследована методом оптической микроскопии. На рис.3 приведена крупномасштабная структура образца. Структура представляет собой вытянутые зерна, которые ориентированы друг относительно друга различным образом. Размеры зерен изменяются в широких пределах: длина достигает 500 мкм, типичный размер составляет 200-250 мкм. Толщина зерен варьирует от 10 до 50 мкм. Исследования при большом увеличении показали, что зерна состоят из высокодисперсной эвтектической смеси двух фаз  $\text{CeIr}_5 + \text{Ir}$ . Наиболее типичные структуры эвтектики показаны на рис.4.

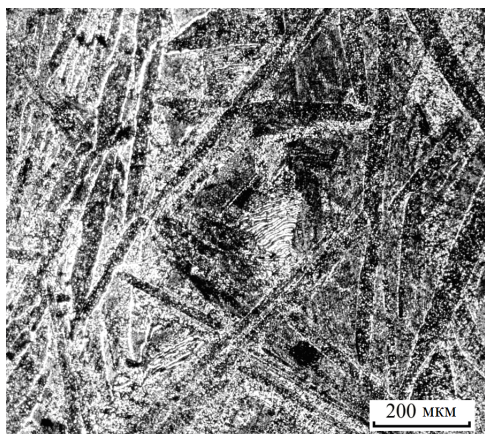


Рис.3. Крупномасштабная структура образца

Fig.3. Large scale sample structure

На рис.4 показаны участки поверхности, включающие несколько зерен. Фаза Ir имеет светлый контраст и включена в темную матрицу  $\text{CeIr}_5$ . Эвтектическая структура возникла при охлаждении сплава, состав которого соответствовал интерметаллическому соединению  $\text{CeIr}_5$ . При достижении температуры близкой к кристаллизации фазы  $\text{CeIr}_5$  из жидкости начала образовываться фаза  $\text{Ce}_2\text{Ir}_7$ , температура кристаллизации которой на  $60^\circ$  выше. Соединение  $\text{Ce}_2\text{Ir}_7$  содержит больше Ce по сравнению с  $\text{CeIr}_5$ , поэтому содержание Ce в жидкой фазе уменьшилось и состав сплава сдвинулся в сторону Ir ближе к эвтектической точке (см. диа-

грамму состояния на рис.1). Основой сплава является фаза  $\text{CeIr}_5$  поэтому, при образовании эвтектики, она является матрицей, в которую включена фаза Ir. Рельеф поверхности создавался электролитическим травлением, при этом химически стойкий Ir не поддается травлению и выглядит как светлые и выступающие над поверхностью столбчатые кристаллы.

Структура образца мелкодисперсная, размер кристаллов Ir в большинстве случаев менее 1 мкм. Кристаллизация зерен эвтектики проходила в условиях различной степени равновесности (например, различной скорости охлаждения областей материала), поэтому морфология фазы Ir, входящей в эвтектику, отличается в разных зернах образца. Разновидности эвтектики показаны на рис.4. По форме кристаллов фазы Ir можно выделить глобулярную и игольчатую эвтектику. На рис.4а показана область образца с глобулярной эвтектикой. Частицы Ir имеют форму округлых кристаллов, часто вытянутых в одном направлении (область 1 на рис.4а). Размеры и доля частиц Ir в разных зернах отличаются. Характерный размер глобулярных кристаллов 1-3 мкм, вытянутые кристаллы достигают 5 мкм. Во многих зернах частицы имеют форму близкую к сферической с диаметром около 1 мкм. В области 2 на рис.4а показаны глобулярные кристаллы неправильной формы.

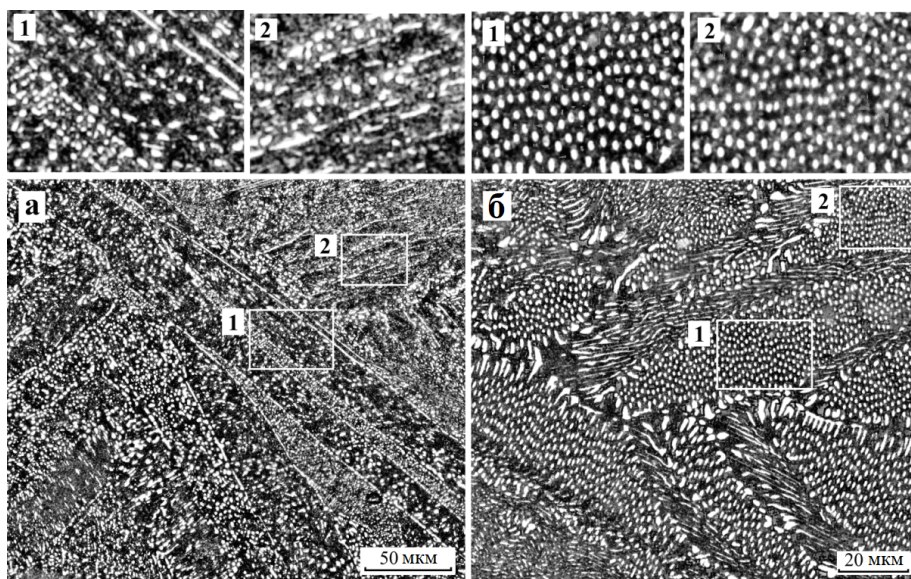
Одной из часто встречающихся структур является эвтектика, содержащая кристаллы Ir в виде системы тонких параллельных игл, простирающихся через все зерно от одной границы до другой. На рис.4б показаны зерна эвтектики, в которых игольчатые кристаллы направлены перпендикулярно поверхности образца. Видно, что их сечения круговой формы, диаметры всех кристаллов имеют одинаковые размеры, расположены кристаллы равномерно. Область 1 на рис.4б находится в зерне эвтектики, в котором иглы ориентированы под небольшим углом к поверхности образца, поэтому их сечения имеют вытянутую овальную форму. При измерении размеров необходимо учитывать, что диаметром игл является меньшая ось овала. В области 2 на рис.4б сечения игл близки к круговым.

По данным рентгенофазового анализа в образце присутствует соединение  $\text{Ce}_2\text{Ir}_7$ . Эта фаза, возможно, располагается по границам зерен эвтектики  $\text{CeIr}_5 + \text{Ir}$ . На рис.3 и 4а хорошо видно, что практически все границы зерен окаймлены сплошным слоем фазы, имеющей светлый контраст. Фаза  $\text{CeIr}_5$  содержит 20 ат. % Ce, а фаза  $\text{Ce}_2\text{Ir}_7$  содержит 29 ат. % Ce. Образование фазы



$Ce_2Ir_7$  с большим содержанием Ce на границах зерен связано с различием размеров атомов компонентов, а также с особенностями их электронного строения. Атомные радиусы Ce и Ir составляют 183 пм и 136 пм соответственно. Атом Ce значительно больше атома Ir, размерный фактор составляет 0,35. Ионные радиусы также существенно различаются. Ce имеет ионный радиус 149 пм, Ir – 112 пм, размерный фактор составляет 0,33. Границы зерен харак-

теризуются большим избыточным объемом [10, 11], поэтому на них происходит сегрегация атомов с большим размером [12-14]. Таким образом, слой на границе зерен имеет состав, содержащий повышенное количество Ce по сравнению со средним составом слитка. Фазообразование на границах зерен требует дополнительного изучения. Следует отметить, что фаза  $Ce_2Ir_7$  также является перспективным материалом для фотокатодов [15].



**Рис.4.** Эвтектическая структура зерен. Глобулярная (а) и игольчатая (б) эвтектика. Выделены области 1 и 2, которые показаны с увеличением вверху рисунков

**Fig.4.** Eutectic structure of grains. Globular (a) and acicular (b) eutectic. Areas 1 and 2 are highlighted, which are shown with magnification at the top of the figures

Для определения количественных характеристик структуры была проведена статистическая обработка фазового состава игольчатой эвтектики. Основной объем занимает  $CeIr_5$ , в нем включены вытянутые кристаллы Ir, имеющие форму близкую к цилиндрической. Измерения диаметров кристаллов показали, что их значения имеют небольшой разброс – величины расположены в узком диапазоне от 0,5 мкм до 1,0 мкм. Средний диаметр равен 0,8 мкм. Таким образом, размер кристаллов позволяет получить на поверхности игольчатые элементы Ir с радиусом кривизны около 400 нм. Учитывая, что эмиссионные свойства Ir ниже, чем  $CeIr_5$ , такая кривизна является положительным фактором, повышающим эмиссию фотокатода. По фотографиям микроструктуры проведен подсчет количества игл на известной площади и рассчитана их плотность. Плотность точек выхода Ir на поверхность составляет  $\rho = 33 \cdot 10^4 \text{ мм}^{-2}$ . Высокая плотность активных точек также дает вклад в эмиссию фотокатода.

Измеренные характеристики фазовой структуры позволяют рассчитать содержание элементов Ir и Ce в данном зерне. Предполагая, что фаза Ir имеет цилиндрическую форму и, используя среднее значение диаметра, можно рассчитать ее объемную долю. Оценка дала следующее значение – объемная доля фазы Ir составляет 12,7 % от всего объема зерна эвтектики. Учитывая атомный состав фаз, получим следующее соотношение элементов в данном зерне эвтектики: 85,4 ат. % Ir + 14,6 ат. % Ce. Таким образом, состав области в зерне образца содержит Ce на 2,1 ат. % меньше по сравнению со средним составом образца. Этот состав хорошо согласуется с эвтектическим составом системы Ir-Ce: 85,2 ат. % Ir + 14,8 ат. % Ce.

Высокодисперсная структура фотокатода дает большую плотность межфазных границ. Межфазные границы, как и границы зерен, являются плоскими дефектами с сильно искаженными межатомными связями. При среднем диаметре выходящей на поверхность образца иглы Ir  $d = 0,8 \text{ мкм}$  и плотности игл  $\rho = 33 \cdot 10^4 \text{ мм}^{-2}$ , длина сети межфаз-

ных границ на поверхности площадью  $1 \text{ мм}^2$  составляет  $L = 0,83 \text{ м}$ .

### Заключение

Проведенные исследования показали, что при определенных режимах кристаллизации сплава со стехиометрией  $\text{CeIr}_5$  образуется высокодисперсная многофазная структура с размером кристаллов  $0,5\text{-}1,0 \text{ мкм}$ . Основным элементом структуры образца является эвтектика  $\text{CeIr}_5 + \text{Ir}$ . Это связано с тем, что кристаллизация фазы  $\text{Ce}_2\text{Ir}_7$  по границам зерен обедняет церием состав материала внутри зерна и концентрация элементов становится близкой к эвтектическому. Интерметаллид  $\text{CeIr}_5$  образует матрицу, в которые включены кристаллы Ir. Кристаллы Ir в большинстве случаев имеют глобулярную и игольчатую форму.

Определены количественные характеристики поверхностной структуры фотокатода. Малый размер кристаллов позволяет получить на поверхности методом электролитического травления игольчатые элементы Ir с радиусом кривизны около  $400 \text{ нм}$  и плотностью  $\rho = 33 \cdot 10^4 \text{ мм}^{-2}$ . Наличие развитого рельефа поверхности катода приводит к увеличению фактической площади эмиссии электронов. Кроме того, вершины столбчатого рельефа обладают повышенной эмиссионной активностью и их высокая плотность может оказывать существенное влияние на эмиссионные свойства поверхности. Дисперсность структуры обеспечивает большую плотность межфазных границ. Оценка показывает, что на поверхности площадью  $1 \text{ мм}^2$  длина сети межфазных границ составляет  $0,83 \text{ м}$ . Присутствие межфазных границ, в области которых существенно изменена симметрия решетки, может понизить работу выхода электронов и увеличить квантовую эффективность.

### Список литературы

1. Abada A. et al. FCC-ee: the lepton collider // *Eur. Phys. J. Special Topics*. 2019. V. 228. P. 261–623.
2. Kuznetsov G.I. IrCe cathodes for EBIS // *Journal of Physics: Conference Series*. 2004. V. 2. P. 35–41.
3. Satoh D. et al. Characterization of binary Ce–Ir alloy photocathodes // *Japanese Journal of Applied Physics*. 2019. V. 58. S1B10.
4. Yoshida M. et al. Generation and acceleration of low-emittance, highcurrent electron beams for SuperKEKB // *Proc. of LINAC*. 2014. P. 21–25.
5. Inorganic material database (AtomWork): [Электронный ресурс] – Режим доступа <https://crystdb.nims.go.jp/en>. Дата обращения: 18.07.2023.
6. Xu Y., Yamazaki M., Villars P. Inorganic materials database for exploring the nature of material // *Jpn. J. Appl. Phys.* 2011. V. 50. P. 11RH02.
7. Никифоров А.Г., Демьянов Б.Ф., Старостенков М.Д., Никифоров Д.А., Левичев А.Е., Микерин С.Л., Кучьянов А.С., Логинова М.В., Агейкова Л.Н. Фазовая структура фотокатода Ir-16,7 ат.% Ce // *Фундаментальные проблемы современного материаловедения*. 2021. Т. 18, № 3. P. 311–318.
8. Никифоров А.Г., Демьянов Б.Ф., Никифоров Д.А., Левичев А.Е., Микерин С.Л., Кучьянов А.С., Старостенков М.Д. Особенности структуры поверхности фотокатода CeIr // *Фундаментальные проблемы современного материаловедения*. 2021. Т. 18, № 1. P. 129–134.
9. Okamoto H. The Ce–Ir (cerium-iridium) system // *J. Phase Equilibria*. 1991. V. 12. P. 563–565.
10. Векман А.В., Демьянов Б.Ф. Базовые элементы структуры границ зерен наклона. Часть 2. Оси разориентации [110] и [111] // *Физика твердого тела*. 2020. Т. 63, Вып. 1. P. 55–64.
11. Векман А.В., Драгунов А.С., Демьянов Б.Ф., Адарич Н.В. Энергетический спектр границ зерен наклона в меди // *Изв. вузов. Физика*. 2012. Т. 55, № 7. P. 65–71.
12. Gubbi A.N., George E.P., Ohriner E.K., Zee R.H. Influence of cerium additions on high-temperature-impact ductility and fracture behavior of iridium alloys // *Metall. Mater. Trans. A*. 1997. V. 28. P. 2049–2057.
13. Heatherly L., George E.P. Grain-boundary segregation of impurities in iridium and effects on mechanical properties // *Acta Mater.* 2001. V. 49. P. 289–298.
14. Sekido N., Murakami H., Yamabe-Mitarai Y. Phase equilibria and oxidation behavior of Ir-rich Ir–Y binary alloys // *Journal of Alloys and Compounds*. 2009. V. 476. P. 107–112.
15. Satoh D., Shibuya T., Hayashizaki N., Zhang R., Zhou X., Natsui T., Yoshida M. Research and development of iridium cerium photocathode for SuperKEKB injector linac // *Energy Procedia*. 2017. V. 131. P. 326–333.

### Информация об авторах

А. Г. Никифоров – кандидат физико-математических наук, доцент Алтайского государственного технического университета им. И.И. Ползунова.  
Б. Ф. Демьянов – доктор физико-математических наук, профессор Алтайского

государственного технического университета им. И.И. Ползунова.

Д. А. Никифоров – младший научный сотрудник Института ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН.

А. Е. Левичев – кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник Института ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН.

С. Л. Микерин – кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник, заведующий лабораторией физики лазеров Института автоматики и электрометрии СО РАН.

А. Э. Симанчук – младший научный сотрудник Института автоматики и электрометрии СО РАН.

### References

1. Abada, A. et al. (2019). FCC-ee: the lepton collider. *Eur. Phys. J. Special Topics*, 228, 261–623.
2. Kuznetsov, G. I. (2004). IrCe cathodes for EBIS. *Journal of Physics: Conference Series*, 2, 35–41.
3. Satoh, D. et al. (2019). Characterization of binary Ce–Ir alloy photocathodes. *Japanese Journal of Applied Physics*, 58, SIIB10.
4. Yoshida, M. et al. (2014). Generation and acceleration of low-emittance, highcurrent electron beams for SuperKEKB. *Proc. of LINAC*, 21–25.
5. Inorganic material database (AtomWork): [Electronic resource] – Access mode <https://crystdb.nims.go.jp/en>. Date of the application: 18.07.2023.
6. Xu, Y., Yamazaki, M. & Villars, P. (2011). Inorganic materials database for exploring the nature of material. *Jpn. J. Appl. Phys.*, 50, 11RH02.
7. Nikiforov, A. G., Dem'yanov, B. F., Starostenkov, M. D., Nikiforov, D. A., Levichev, A. E., Mikerin, S. L., Kuch'yanov, A. S., Loginova, M. V. & Ageykova, L. N. (2021). Fazovaya struktura fotokatoda Ir-16.7 at. % Ce. *Fundamental'nye problemy sovremennogo materialovedeniya (Basic Problems of Material Science (BPMS))*, 18(3), 311–318. (In Russ.).
8. Nikiforov, A. G., Dem'yanov, B. F., Nikiforov, D. A., Levichev, A. E., Mikerin, S. L., Kuch'yanov, A. S. & Starostenkov, M. D. (2021). Osobnosti struktury poverkhnosti fotokatoda

CeIr. *Fundamental'nye problemy sovremennogo materialovedeniya (Basic Problems of Material Science (BPMS))*, 18(1), 129–134. (In Russ.).

9. Okamoto, H. (1991). The Ce–Ir (cerium-iridium) system. *J. Phase Equilibria*, 12, 563–565.

10. Vekman, A. V. & Dem'yanov, B. F. (2020). Bazovyye elementy struktury granits zeren naklona. Chast' 2. Osi razoriyentatsii [110] i [111]. *Fizika tverdogo tela*, 63(1), 55–64. (In Russ.).

11. Vekman, A. V., Dragunov, A. S., Dem'yanov, B. F. & Adarich, N. V. (2012). Energeticheskiy spektr granits zeren naklona v medi. *Izv. vuzov. Fizika*, 55(7), 65–71. (In Russ.).

12. Gubbi, A. N., George, E. P., Ohriner, E. K. & Zee, R. H. (1997). Influence of cerium additions on high-temperature-impact ductility and fracture behavior of iridium alloys. *Metall. Mater. Trans. A*, 28, 2049–2057.

13. Heatherly, L. & George, E. P. (2001). Grain-boundary segregation of impurities in iridium and effects on mechanical properties. *Acta Mater.*, 49, P. 289–298.

14. Sekido, N., Murakami, H. & Yamabe-Mitarai, Y. (2009). Phase equilibria and oxidation behavior of Ir-rich Ir–Y binary alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 476, 107–112.

15. Satoh, D., Shibuya, T., Hayashizaki, N., Zhang, R., Zhou, X., Natsui, T. & Yoshida, M. (2017). Research and development of iridium cerium photocathode for SuperKEKB injector linac. *Energy Procedia*, 131, 326–333.

### Information about the authors

A. G. Nikiforov – Candidate of Physical and Mathematical Sciences, Assistant Professor, I.I. Polzunov Altai State Technical University.

B. F. Demyanov – Doctor of Physical and Mathematical Sciences, Professor, I.I. Polzunov Altai State Technical University.

D. A. Nikiforov – Junior Researcher, Budker Institute of Nuclear Physics SB RAS.

A. E. Levichev – Candidate of Physical and Mathematical Sciences, Senior Researcher, Budker Institute of Nuclear Physics SB RAS.

S. L. Mikerin – Candidate of Physical and Mathematical Sciences, Senior Researcher, Head of the Laser Physics Laboratory, Institute of Automation and Electrometry SB RAS.

A. E. Simanchuk – Junior Researcher, Institute of Automation and Electrometry SB RAS.

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.  
The authors declare that there is no conflict of interest.

Статья поступила в редакцию 21.06.2023; одобрена после рецензирования 03.07.2023; принята к публикации 17.07.2023.

The article was received by the editorial board on 21 June 23; approved after reviewing 03 July 23; accepted for publication 17 July 23.

## РАЗДЕЛ 2. МЕТАЛЛОВЕДЕНИЕ И ТЕРМИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

Научная статья

2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов (технические науки)

УДК 621.762; 62-408.2

doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.010

### ОДНОСТАДИЙНОЕ ОСАЖДЕНИЕ Ti–Cu ПОКРЫТИЯ ЭЛЕКТРОИСКРОВОЙ ОБРАБОТКОЙ ТИТАНОВОГО СПЛАВА Ti6Al4V АНОДОМ ИЗ МЕДНЫХ И ТИТАНОВЫХ ГРАНУЛ

**Александр Анатольевич Бурков**

Хабаровский федеральный исследовательский центр ДВО РАН, ул. Тихоокеанская 153, 680042, Хабаровск, Россия  
burkovalex@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-5636-4669>

**Аннотация.** В настоящее время титано-медные покрытия привлекли большое внимание исследователей в области модификации поверхности промышленных и биомедицинских материалов из-за их превосходных механических свойств и биосовместимости. Приготовление интерметаллидного Ti–Cu покрытия осуществлялось методом электроискровой обработки в эквимолярной смеси гранул из электротехнической меди М0 и титанового сплава ВТ1-00. По данным энергодисперсионного анализа средняя концентрация меди и титана в покрытии составляла 30 и 70 ат. %, соответственно. По данным рентгенофазового анализа в структуре покрытия обнаружены интерметаллиды: CuTi<sub>3</sub>, CuTi, Cu<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub> благодаря которым микротвердость покрытия достигала 498,5 НВ. Средняя толщина покрытия составила 43,7 мкм. Микроструктура покрытия представлена равноосными зёрнами диаметром 70-500 нм. Угол контакта с водой для Ti–Cu покрытия на 24 % больше чем у исходного сплава. Ti–Cu покрытие позволяет повысить жаростойкость титанового сплава Ti6Al4V в 1,3 раза. Приведенная величина износа покрытия составила 0,67·10<sup>5</sup> мм<sup>3</sup>/Нм. Применение электроискровых Cu–Ti покрытий позволяет повысить интенсивность изнашивания поверхности сплава Ti6Al4V в 11 раз. Сочетание окислительного и абразивного износа было механизмом изнашивания Ti–Cu покрытия, в то время как адгезионный износ был более характерен для сплава Ti6Al4V.

**Ключевые слова:** электроискровое легирование, Ti6Al4V, Ti–Cu покрытие, износ, микротвердость, смазываемость, коэффициент трения, жаростойкость.

**Благодарности:** Работа выполнена за счет средств гранта Российского научного фонда № 23-23-00032.

---

**Для цитирования:** Бурков А.А. Одностадийное осаждение Ti–Cu покрытия электроискровой обработкой титанового сплава Ti6Al4V анодом из медных и титановых гранул // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. 2023. Т. 20, № 3. С. 372–380. doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.010.

---

Original article

### ONE-STAGE DEPOSITION OF Ti–Cu COATINGS BY ELECTRIC SPARK TREATMENT OF Ti6Al4V TITANIUM ALLOY WITH AN ANODE OF COPPER AND TITANIUM GRANULES

**Alexander A. Burkov**

Khabarovsk Federal Research Center of the Far Eastern Branch of the Russian Academy of sciences, 153 Tikhookeanskaya, Khabarovsk, 680042, Russia  
burkovalex@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-5636-4669>

**Abstract.** Currently, copper-titanium coatings have attracted a lot of attention from researchers in the field of surface modification of industrial and biomedical materials due to their excellent mechanical properties and biocompatibility. The preparation of the intermetallic Ti–Cu coating was carried out by electrospark deposition in an

equimolar mixture of granules from electrical copper M0 and titanium alloy VT1-00. According to the energy dispersive analysis data, the average concentration of copper and titanium in the coating was 30 and 70 at. %, respectively. According to X-ray phase analysis, intermetallic compounds were found in the coating structure: CuTi<sub>3</sub>, CuTi, Cu<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub> due to which the microhardness of the coating reached 498.5 HV. The average coating thickness is 43.7 μm. The microstructure of the coating is represented by equiaxed grains with a diameter of 70-500 nm. The water contact angle for the Ti–Cu coating is 24 % greater than that of the original alloy. The Ti–Cu coating makes it possible to increase the oxidation resistance of Ti6Al4V titanium alloy by 1.3 times. The wear rate of the coating was 0.67·10<sup>5</sup>, mm<sup>3</sup>/Nm. The use of Ti–Cu electrospark coatings makes it possible to decrease the wear rate of the Ti6Al4V alloy surface by 11 times. A combination of oxidative and abrasive wear was the wear mechanism of the Ti–Cu coating, while adhesive wear was more characteristic for the Ti6Al4V alloy.

**Keywords:** electrospark deposition, Ti6Al4V, Ti–Cu coating, wear, microhardness, wettability, coefficient of friction, oxidation resistance.

**Acknowledgements:** The work was performed according by the grant of the Russian Science Foundation No. 23-23-00032.

**For citation:** Burkov, A. A. (2023). One-stage deposition of Ti–Cu coatings by electric spark treatment of Ti6Al4V titanium alloy with an anode of copper and titanium granules. *Fundamental'nye problemy sovremennogo materialovedeniya (Basic Problems of Material Science (BPMS))*, 20(3), 372–380. (In Russ.). doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.010.

## Введение

Ti–Cu сплавы в основном используются для изготовления высокопрочных проводящих пружин, диафрагм, а также коррозионноустойчивых и износостойких материалов благодаря их высокому пределу прочности на разрыв более 700 МПа, высокой твердости до 550 HV, хорошей обрабатываемости и свойствам релаксации напряжений [1-2]. Кроме того, Ti–Cu сплавы могут стать удачной альтернативой Cu–Be сплавам, которые используются для электронных компонентов, таких как реле и разъемы [3].

На сегодняшний день известны следующие интерметаллидные соединения меди и титана: α-Cu<sub>4</sub>Ti, β-Cu<sub>4</sub>Ti, Cu<sub>3</sub>Ti, Cu<sub>2</sub>Ti, Cu<sub>3</sub>Ti<sub>2</sub>, Cu<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub>, CuTi, CuTi<sub>2</sub> и CuTi<sub>3</sub>, причем их твердость значительно различается. Так для соединения CuTi<sub>2</sub>, она составляет 746,9 ± 67,7 HV, а для CuTi всего 298,2 ± 20,7 HV [4].

В работе [5] Ti–Cu листы приготавливали методом холодной прокатки с последующей термической обработкой. Объемные Ti–Cu материалы изготавливают длительной плавкой смеси медного и титанового порошков при температуре 1200 °C [4]. Ti–Cu сплавы обладают устойчивой антибактериальной активностью при содержании меди ≥5 вес. %, и благодаря этому рассматриваются в качестве кандидатов в пластической хирургии и стоматологии, как альтернатива бериллиевой бронзе [6].

В статье [7] Ti–Cu покрытие было получено плазменным напылением механически смешанных Cu и Ti порошков, однако оно имело

чередующуюся ламинированную структуру микронного размера из слоев меди и титана. В работе [8] показана высокая антибактериальная активность Ti–Cu PVD покрытий на нержавеющей стали AISI316. Ti–Cu покрытия могут использоваться в качестве промежуточного слоя, при сварке титанового сплава с нержавеющей сталью [9]. Однако в целом, на сегодняшний день наблюдается недостаток работ по Ti–Cu покрытиям и исследованию их свойств.

Технология электроискрового легирования (ЭИЛ) является одной из наиболее простых и эффективных для создания покрытий на металлических материалах [10]. При электроискровой обработке анод подвергается электрической эрозии под действием электрических разрядов, этот материал переносится на катод и образует покрытие, металлургически связанное с подложкой за счет конвективного смешения анодного и катодного материалов [11]. Метод ЭИЛ нелокализованным электродом был предложен для автоматизации ЭИЛ даже при обработке криволинейных поверхностей [12]. Автоматизация в технологии ЭИЛ снижает вмешательство человека в процессы осаждения за счет заранее заданных критериев принятия решений [13]. Он основан на использовании гранул в качестве источника материала для формирования поверхностного слоя. Образец (катод) погружается в слой гранул (анод), окружающих его со всех сторон. Этот прием позволяет формировать покрытие одновременно по всей поверхности подложки, контактирующей с

гранулами. Ранее мы показали, что ЭИЛ позволяет осаждать интерметаллические Ti–Al покрытия с использованием смеси гранул титана и алюминия [14]. Цель настоящей работы заключается в исследовании применимости электроискрового легирования нелокализованным электродом из медных и титановых гранул, для нанесения Ti–Cu покрытия на титановый сплав Ti6Al4V и изучение его структуры, смачиваемости, коррозионных и триботехнических свойств.

### Материалы и методы

Приготовление интерметаллидного Ti–Cu покрытия осуществлялось методом электроискровой обработки в эквимольной смеси гранул из электротехнической меди М0 и титанового сплава ВТ1-00. Гранулы были изготовлены в форме цилиндров длиной  $4 \pm 1$  мм из прутков диаметром  $4 \pm 0,2$  мм. Покрытие наносилось на подложку из сплава Ti6Al4V в форме цилиндров высотой 10 мм и диаметром 12 мм. Подложка закреплялась на вращающемся титановом стержне в центре металлического контейнера, а оставшееся пространство заполнялось анодной смесью. Титановый контейнер с приводом от электродвигателя расположен под углом  $35^\circ$  к горизонту. Положительный вывод от генератора подавался на контейнер, а отрицательный – на подложку. При прохождении разрядов контейнер вращался со скоростью 60 об/мин, а катод-подложка вращалась с аналогичной скоростью в противоположном направлении. Прямоугольные импульсы разрядного тока имели среднюю амплитуду 110 А при напряжении 30 В. Длительность импульса составляла 100 мкс, частота повторения – 1 кГц. Общая продолжительность ЭИЛ составляла 12 минут. В рабочий объем контейнера вводился защитный газ (аргон) с расходом 10 л·мин<sup>-1</sup>. Перед нанесением покрытия анодная смесь была приработана в течение 120 минут для формирования вторичной структуры на поверхности гранул.

Прирост массы катода при ЭИЛ изучали периодическим взвешиванием на аналитических весах с точностью до 0,1 мг. Для повышения точности измерений продукты электроэрозии отделяли от гранул просеиванием через сито с ячейкой 1,6 мм. Фазовый состав образца исследовали на рентгеновском дифрактометре ДРОН-7 с Cu-K $\alpha$ -излучением. Линии рентгенодифракционного спектра идентифицировали по

базе данных PDF-2. Микрорельеф поверхности и элементный состав образца изучали с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) Vega 3 LMH (Tescan, Чехия), оснащенного энергодисперсионным спектрометром (EDS) X-max 80 (Oxford Instruments). Шероховатость покрытия была измерена на профилометре TR 200 на участке длиной 3 мм. Твердость покрытия по Виккерсу измеряли на микротвердомере ПМТ-3М при нагрузках 0,3 Н, 1 Н, 3 Н и выдержке 12 с. Износостойкость покрытия исследовали по ASTM G99-17 при сухом трении скольжения со скоростью 0,47 мс<sup>-1</sup>, при нагрузке 25 Н, в течение 10 минут, с использованием контртела, в виде диска из быстрорежущей стали Р6М5, твердостью 60 HRC. Для обеспечения воспроизводимости результатов были протестированы три образца и рассчитано стандартное отклонение.

Испытания на стойкость к окислению проводили в муфельной печи при температуре 900 °С на воздухе. Общее время испытаний составило 100 часов. Образцы выдерживали при заданной температуре ~ 6 ч, затем извлекали и охлаждали в эксикаторе до комнатной температуры. В ходе испытаний все образцы помещались в корундовый тигель для учета массы расплывшихся оксидов. Изменение массы всех образцов измеряли с помощью весов с чувствительностью 0,1 мг. Измерение краевого угла смачивания проводилось согласно методу сидячей капли [15].

### Результаты и обсуждение

Изучение массопереноса при ЭИЛ имеет важное значение для установления факта положительного привеса катода, а в противном случае ЭИЛ не эффективно. А, во-вторых, толщину ЭИЛ покрытий рассматривают как функцию от привеса катода [16]. В процессе ЭИЛ между гранулами и подложкой возникали электрические разряды, приводящие к жидкофазному переносу металла с поверхности Ti и Cu гранул на подложку из сплава Ti6Al4V, сопровождавшемуся монотонным увеличением массы катода. Скорость привеса катода монотонно снижалась с ростом времени обработки, что характерно для ЭИЛ. Максимальный привес катода за 12 минут составил  $1,16 \pm 0,61$  мг·см<sup>2</sup>. Средняя толщина осажденного Ti–Cu покрытия 43,7 мкм.

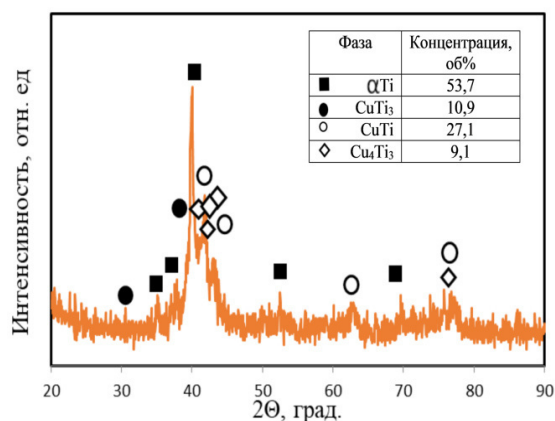


Рис.1. Результаты рентгенофазового анализа покрытия

Fig.1. X-ray patterns of coating

Результаты рентгенофазового анализа (рис.1) показывают, что в составе покрытий помимо исходных титана и меди наблюдаются интерметаллидные соединения CuTi<sub>3</sub>, CuTi, Cu<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub>. В работе [14] были приготовлены Ti–Al покрытия электроискровой обработкой в смеси гранул из титана и алюминия, и также было отмечено присутствие смеси фаз интерметаллидов и исходных металлов. На рис.2а изображено Ti–Cu покрытие в поперечном сечении. Структура покрытия содержит редкие мельчайшие поры и поперечные трещины. Возникновение пор при ЭИЛ принято объяснять испарением материала электродов в условиях высоких температур низковольтного электрического

разряда, поскольку газовый пузырь не успевает выйти на поверхность микрованны расплава из-за высокой скорости охлаждения материала после окончания разряда [17]. Поперечные трещины возникают из-за различий в коэффициентах теплового расширения покрытия и подложки в условиях высокой скорости охлаждения материала. Покрытие металлургически связано со сплавом Ti6Al4V, а граница раздела не содержит пор и продольных трещин. Этот факт свидетельствует о хорошей адгезии слоя Ti–Cu к подложке. Микроструктура покрытия представлена равноосными темно-серыми зернами диаметром 70–500 нм, погруженными в светлую матрицу (рис.2б). Вероятно, они представляют собой кристаллиты интерметаллидов, тогда как матрица обогащена медью. По данным энергодисперсионного анализа (рис.3) средняя концентрация титана в покрытии (70 ат. %) выше по сравнению с медью (30 ат. %). Это можно объяснить переносом титана как с подложки, и в меньшей степени с поверхности титанового контейнера, что подтверждается предыдущими исследованиями [14]. Средняя шероховатость покрытия составила 6,9±0,9.

Известно, что более низкий краевой угол смачивания водой (УСВ) обычно соответствует более высокой биологической активности поверхности, которая играет важную роль в определении гистосовместимости биоматериалов [8].

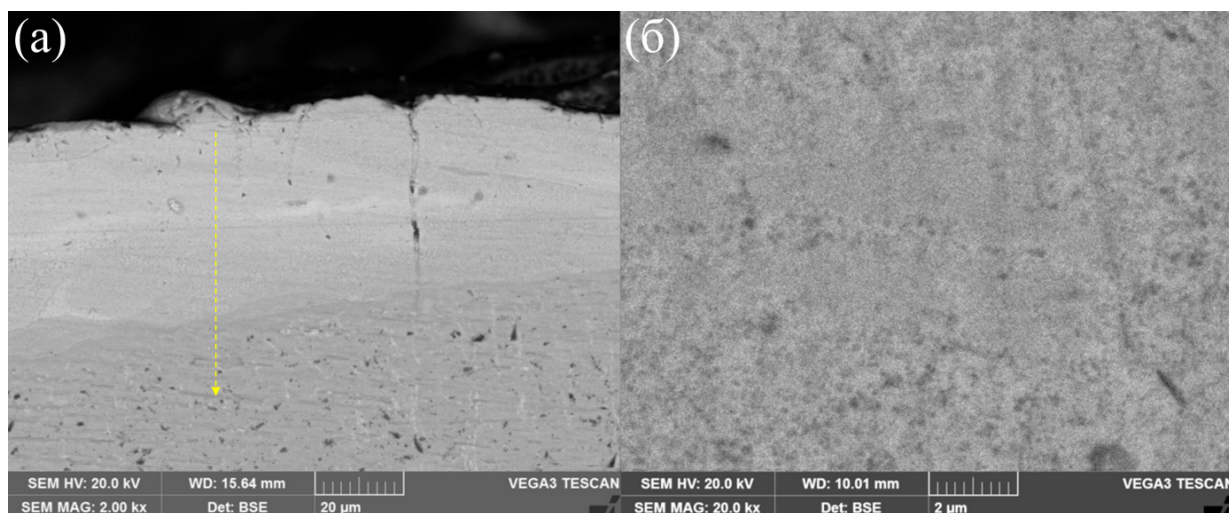
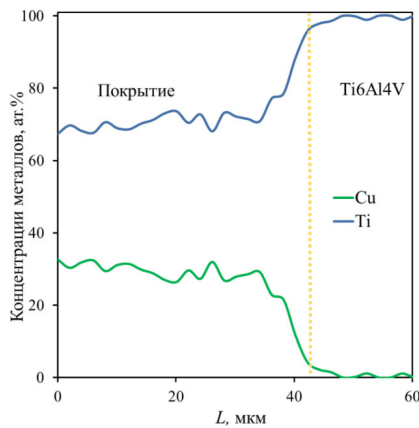


Рис.2. СЭМ изображения поперечного сечения Ti–Cu покрытия при увеличениях 2 kX (a), 20 kX (б)

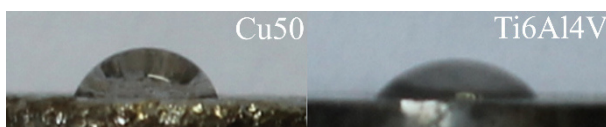
Fig.2. SEM images of the cross section of the Ti–Cu coating at magnifications of 2kX (a), 20 kX (b)



**Рис.3.** Распределение элементов к Рис.2а, согласно ЭДС анализу

**Fig.3.** Distribution of elements to Fig.2a, according to EDS analysis

На рис.4 показан УСВ Ti–Cu покрытия и сплава Ti6Al4V при температуре 20 °C равны 71,1° и 57,5°, соответственно. В статье [18] сообщили, что биоматериалы с углами смачивания более 80° могут быть классифицированы как гидрофобные, и такие поверхности могут препятствовать прикреплению клеток. К примеру, широко используемый в ортопедии высокомолекулярный полиэтилен (UHMWPE) имеет УСВ 103°, и поэтому много исследований направлено на его снижение [19]. Тогда как поверхности с УСВ в диапазоне примерно 40-80° проявляют адгезионные свойства (относительно высокое приращение клеток). Таким образом, Ti–Cu покрытие на 24 % более гидрофобное, чем Ti6Al4V сплав, но ниже допустимого уровня в 80° и может проявлять адгезионные свойства с биологическими клетками.



**Рис.4.** Смачиваемость поверхности Ti–Cu покрытия и сплава Ti6Al4V

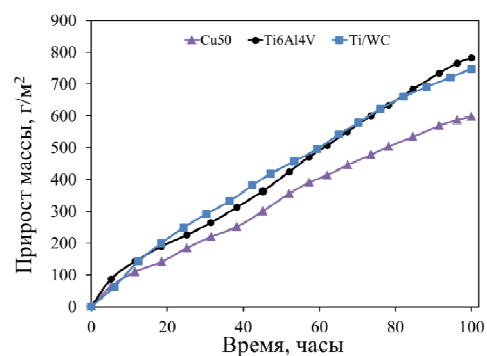
**Fig.4.** Wettability of the surface of the Ti–Cu coating and Ti6Al4V alloy

Данные о потенциодинамической поляризации Ti–Cu покрытия и сплава Ti6Al4V получены в 3,5 % растворе NaCl при 20 °C. Потенциал коррозии ( $E_{corr}$ ) Ti–Cu покрытия составил –0,68 В относительно Ag/AgCl. Это свидетельствует о том, что Ti–Cu покрытие облагораживает поверхность сплава Ti6Al4V (–0,73 В) и между покрытием и подложкой может возник-

нуть гальваническая коррозия, т. е. подложка может подвергнуться анодной коррозии. Плотность тока коррозии ( $I_{corr}$ ) определяет скорость коррозии образцов с покрытием. Несмотря на более высокий  $E_{corr}$ , плотность ток коррозии Ti–Cu покрытия (10,85 мкА/см<sup>2</sup>) был значительно выше, чем у сплава Ti6Al4V (2,64 мкА/см<sup>2</sup>). Это объясняется наличием барьерного слоя TiO на поверхности сплава Ti6Al4V, тогда как медь не формирует плотных оксидных слоев.

На рис.5 показаны результаты циклических испытаний Ti–Cu покрытия на жаростойкость при температуре 900 °C. Он показывает, что покрытие имело более высокую жаростойкость по сравнению со сплавом Ti6Al4V. В целом, за 100 часов испытаний Ti–Cu покрытие позволяет повысить жаростойкость титанового сплава Ti6Al4V в 1,3 раза. На рисунок 5 для сравнения добавлено металлокерамическое покрытие на основе карбида вольфрама. Скорость его окисления была близка к сплаву без покрытия. Это показывает, что Ti–Cu покрытие лучше защищает титановый сплав от высокотемпературного окисления по сравнению карбидом вольфрама.

Увеличение массы образцов при высокотемпературном окислении в основном связано с образованием рутила ( $rTiO_2$ ). По данным рентгенофазового анализа, на поверхности Ti–Cu образца после испытания на циклическое окисление также наблюдались брукит ( $bTiO_2$ ) и титанат меди (II).



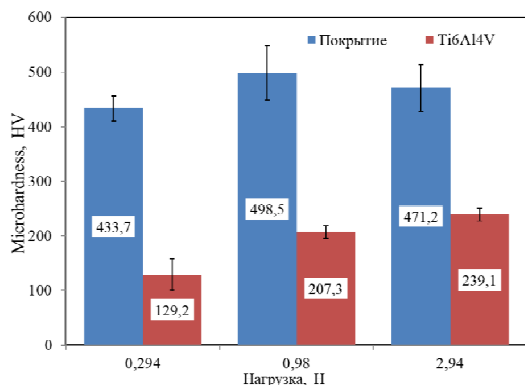
**Рис.5.** Жаростойкость образца Ti–Cu в сравнении со сплавом Ti6Al4V и Ti/WC покрытием при 900 °C

**Fig.5.** Cyclic oxidation resistance of Ti–Cu sample as compared alloy Ti6Al4V and Ti/WC coating at 900 °C

Результаты испытания поверхности медно-титанового покрытия на микротвердость в зависимости от прилагаемой нагрузки показаны на рис.6. Из него следует, что величина твердо-



сти осажденного покрытия изменялась от 433,7 HV до 498,5 HV, тогда как у сплава Ti6Al4V от 129,2 HV до 239,1 HV. Максимальная величина твердости покрытия была зафиксирована при нагрузке 0,98 Н.

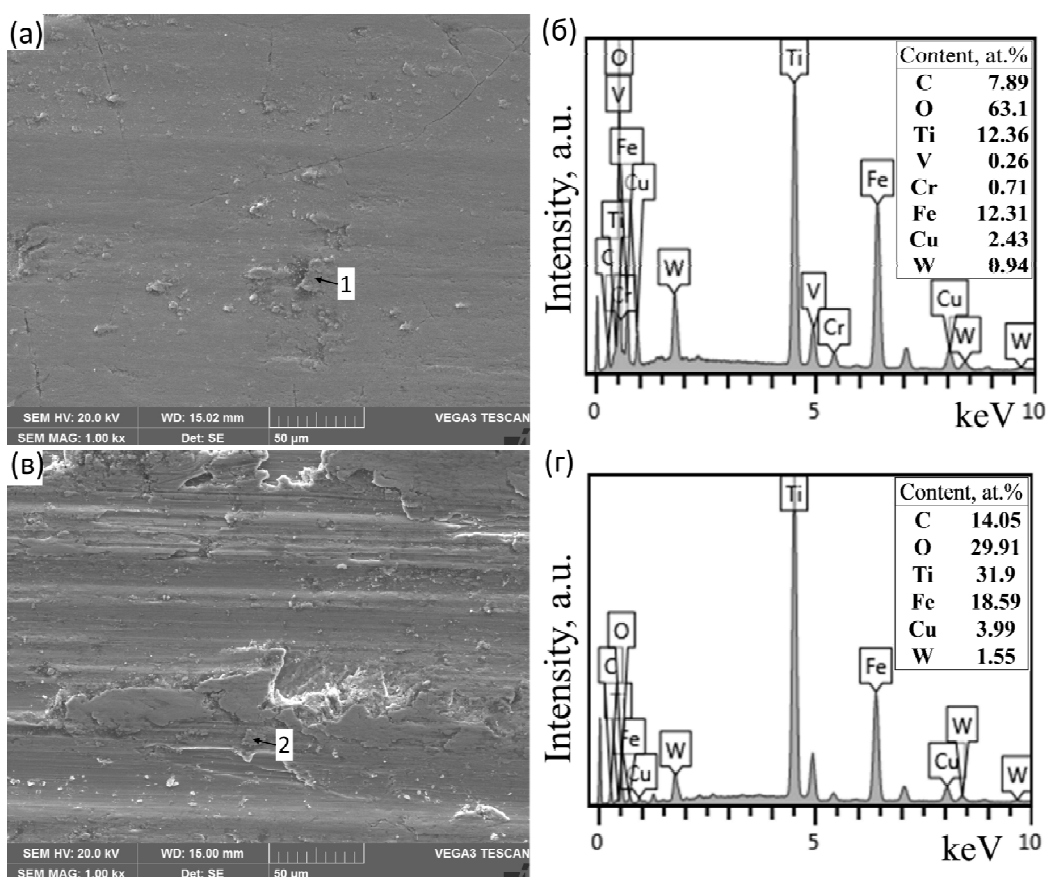


**Рис.6.** Микротвердость Ti–Cu покрытия по сравнению со сплавом Ti6Al4V без покрытия  
**Fig.6.** Microhardness of Ti–Cu coatings as compared to uncoated Ti6Al4V alloy

Таким образом, твердость Ti–Cu покрытия была выше в 2,0-3,4 раза, чем у сплава Ti6Al4V. Это объясняется присутствием в покрытии относительно твердых интерметаллидных соединений, в виде равноосных зерен, оказывающих дисперсное упрочнение титановой матрицы покрытия. Полученное Ti–Cu покрытие можно классифицировать как металломатричный композит.

Результаты трибологических испытаний Ti–Cu покрытия в режиме сухого скольжения показали, что коэффициент трения осажденного покрытия составил 0,86, что выше, чем у непокрытого сплава Ti6Al4V (0,57). Несмотря на более высокий коэффициент трения, интенсивность изнашивания Ti–Cu покрытия составила 0,67 мм<sup>3</sup>/Нм, что в 11 раз ниже, чем у исходного сплава Ti6Al4V (7,5 мм<sup>3</sup>/Нм).

На рис.7 показаны СЭМ изображения следов износа Ti–Cu покрытия (рис.7а) и сплава Ti6Al4V (рис.7в).



**Рис.7.** СЭМ изображения вида изношенной поверхности Ti–Cu покрытия (а) после испытания на износ по сравнению со сплавом Ti6Al4V (в). Данные ЭДС анализа покрытия (б) и сплава Ti6Al4V (г), соответствующие участкам 1 и 2 на рис.а и в

**Fig.7.** SEM images of worn surface view of (a) Ti–Cu coating and (c) Ti6Al4V after wear test. EDS analysis data of coating (b); and (d) alloy Ti6Al4V, corresponding to areas are marked 1 and 2 in fig. a and c

Изношенная поверхность Ti–Cu покрытия была значительно более гладкой по сравнению со сплавом Ti6Al4V. На изношенной поверхности покрытия наблюдаются узкие царапины. На поверхности сплава Ti6Al4V наблюдаются широкие канавки износа и царапины, образовавшиеся в результате вспахивания при абразивном износе. Ямки, образовавшиеся в результате отслаивания, и сильная деформация указывают на адгезионный износ. Хлопья износа, выявленные на поверхности покрытий и сплава Ti6Al4V, по данным ЭДС анализа содержат значительное количество кислорода и поэтому представляют собой скопления оксидов, свидетельствующие об окислительном износе [20]. Хлопья содержат Fe, W и Cr (рис.7), перешедшие на поверхность покрытия в результате интенсивного износа контртела из быстрорежущей стали М45. Таким образом, сочетание окислительного и абразивного износа было основным механизмом изнашивания Ti–Cu покрытия, в то время как адгезионный износ был более характерен для сплава Ti6Al4V.

### Выводы

Методом ЭИЛ впервые получено Ti–Cu покрытие на Ti6Al4V сплаве в смеси гранул из электротехнической меди М0 и титанового сплава ВТ1-00. Максимальный привес катода за 12 минут составил 1,16 мг·см<sup>-2</sup>. Средняя толщина осажденного Ti–Cu покрытия составила 43,7 мкм.

В структуре покрытий помимо титана и меди были обнаружены интерметаллидные соединения: CuTi<sub>3</sub>, CuTi, Cu<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub>. По данным энергодисперсионного анализа средняя концентрация титана в покрытии (70 ат. %) превышает концентрацию меди (30 ат. %). Угол контакта с водой для Ti–Cu покрытия равен 71,1°, на 24 % больше чем у исходного сплава.

Ti–Cu покрытие позволяет повысить жаростойкость титанового сплава Ti6Al4V в 1,3 раза. Нанесение Ti–Cu покрытия позволяет повысить поверхностную твердость титанового сплава Ti6Al4V более чем в два раза. Коэффициент трения нанесенного покрытия выше, чем у непокрытого сплава в 1,5 раза. Интенсивность изнашивания Ti–Cu покрытия ниже, чем у исходного сплава Ti6Al4V в 11 раз. Сочетание окислительного и абразивного износа было механизмом изнашивания покрытия Ti–Cu, в то время как адгезионный износ был более характерен для сплава Ti6Al4V.

### Список литературы

1. Karakulak E. Characterization of Cu-Ti powder metallurgical materials // *Int. J. Min. Met. Mater.* 2017. V. 24, N 1. P. 83–90.
2. Kondo S.-I., Nakashima H., Morimura T. On the solid solubility extension by rapid quenching and spinodal decomposition during aging in melt-spun CuTi alloys // *Materials Transaction.* 2019. V. 60. P. 338–345.
3. Semboshi S., Kaneno Y., Takasugi T., Han S.Z., Masahashi N. Effect of composition on the strength and electrical conductivity of Cu-Ti binary alloy wires fabricated by aging and intense drawing // *Metallurgical and Materials Transactions A.* 2019. V. 50, N 3. P. 1389–1396.
4. Fan Y., Fan J., Wang C. Wang Formation of typical Ti–Cu intermetallic phases via a liquid-solid reaction approach // *Intermetallics.* 2019. V. 113. P. 106577.
5. Kim Y.K., Pouraliakbar H., Hong S.I. Effect of interfacial intermetallic compounds evolution on the mechanical response and fracture of layered Ti/Cu/Ti clad materials // *Materials Science and Engineering: A.* 2020. V. 772. P. 138802.
6. Cao S., Zhang Z.-M., Zhang J.-Q., Qin G.-W., Zhang E.-L. Improvement in antibacterial ability and cell cytotoxicity of Ti–Cu alloy by anodic oxidation // *Rare Metals.* 2022. V. 41, N 2. P. 594–609.
7. Tian J., Xu K., Hu J., Zhang S., Cao G., Shao G. Durable self-polishing antifouling Cu–Ti coating by a micron-scale Cu/Ti laminated microstructure design // *Journal of Materials Science and Technology.* 2021. V. 79. P. 62–74.
8. Jin X., Gao L., Liu E., Yu F., Shu X., Wang H. Microstructure, corrosion and tribological and antibacterial properties of Ti-Cu coated stainless steel // *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials.* 2015. V. 50. P. 23–32.
9. Elmi Hosseini S.R., Feng K., Nie P., Zhang K., Huang J., Li Z., Kokawa H., Guo B., Xue S. Enhanced Strength of 304 SS-Ti6Al4V Laser-Welded Joints Containing Composite Interlayers // *Journal of Materials Engineering and Performance.* 2018. V. 27. P. 6135–6148.
10. Бурков А.А., Быцур А.Ю. Коррозионные свойства и трибологическое поведение покрытий из карбида вольфрама с алюминидной матрицей на нержавеющей стали AISI304 // *Фундаментальные проблемы современного материаловедения.* 2022. Т. 19, № 4. С. 509–519.
11. Shafyei H., Salehi M., Bahrami A. Fabrication, microstructural characterization and me-

chanical properties evaluation of Ti/TiB/TiB<sub>2</sub> composite coatings deposited on Ti6Al4V alloy by electro-spark deposition method // *Ceramics International*. 2020. V. 46, N 10. P. 15276–15284.

12. Burkov A.A., Pyachin S.A. Formation of WC–Co coating by a novel technique of electro-spark granules deposition // *Mater. Des.* 2015. V. 80. P. 109–115.

13. Groover M.P. *Fundamentals of modern manufacturing: materials, processes, and systems.* – John Wiley & Sons. 2020. 1025 p.

14. Burkov A.A., Chigrin P.G. Synthesis of Ti–Al intermetallic coatings via electrospark deposition in a mixture of Ti and Al granules technique // *Surface and Coatings Technology*. 2020. V. 387. P. 125550.

15. Kwok D.Y., Neumann A.W. Contact angle measurement and contact angle interpretation // *Advances in colloid and interface science*. 1999. V. 81, N 3. P. 167–249.

16. Jamnapara N.I., Frangini S., Alphonsa J., Chauhan N.L., Mukherjee S., Jamnapara N.I. et al. Comparative analysis of insulating properties of plasma and thermally grown alumina films on electrospark aluminide coated 9Cr steels // *Surface and Coatings Technology*. 2015. V. 266. P. 146–150.

17. Liu J., Wang R., Qian Y. The formation of a single-pulse electrospark deposition spot // *Surface and coatings technology*. 2005. V. 200, N 7. P. 2433–2437.

18. Matlaga B.F., Yasenchak L.P., Salthouse T.N. Tissue response to implanted polymers: the significance of sample shape // *Journal of biomedical materials research*. 1976. V. 10, N 3. P. 391–397.

19. Efe G.Ç., Yenilmez E., Altinsoy I., Türk S., Bindal C.. Characterization of UHMWPE-HAp coating produced by dip coating method on Ti6Al4V alloy // *Surface and Coatings Technology*. 2021. V. 418. P. 127091.

20. Shao J.Z. et al. Microstructure and wear behaviors of TiB/TiC reinforced Ti<sub>2</sub>Ni/α (Ti) matrix coating produced by laser cladding // *Rare Metals*. 2020. V. 39. P. 304–315.

#### Информация об авторах

А. А. Бурков – кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник Хабаровского федерального исследовательского центра ДВО РАН.

#### References

1. Karakulak, E. (2017). Characterization of Ti–Cu powder metallurgical materials. *Int. J. Min. Met. Mater.*, 24(1), 83–90.

2. Kondo, S.-I., Nakashima, H. & Morimura, T. (2019). On the solid solubility extension by rapid quenching and spinodal decomposition during aging in melt-spun CuTi alloys. *Materials Transaction*, 60, 338–345.

3. Semboshi, S., Kaneno, Y., Takasugi, T., Han, S. Z. & Masahashi, N. (2019). Effect of composition on the strength and electrical conductivity of Cu–Ti binary alloy wires fabricated by aging and intense drawing. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 50(3), 1389–1396.

4. Fan, Y., Fan, J. & Wang, C. (2019). Formation of typical Ti–Cu intermetallic phases via a liquid-solid reaction approach. *Intermetallics*, 113, 106577.

5. Kim, Y. K., Pouraliakbar, H. & Hong, S. I. (2020). Effect of interfacial intermetallic compounds evolution on the mechanical response and fracture of layered Ti/Cu/Ti clad materials. *Materials Science and Engineering: A*, 772, 138802.

6. Cao, S., Zhang, Z. M., Zhang, J. Q., Wang, R. X., Wang, X. Y., Yang, L. & Zhang, E. L. (2022). Improvement in antibacterial ability and cell cytotoxicity of Ti–Cu alloy by anodic oxidation. *Rare Metals*, 41(2), 594–609.

7. Tian, J., Xu, K., Hu, J., Zhang, S., Cao, G. & Shao, G. (2021). Durable self-polishing antifouling Cu–Ti coating by a micron-scale Cu/Ti laminated microstructure design. *Journal of Materials Science & Technology*, 79, 62–74.

8. Jin, X., Gao, L., Liu, E., Yu, F., Shu, X. & Wang, H. (2015). Microstructure, corrosion and tribological and antibacterial properties of Ti–Cu coated stainless steel. *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, 50, 23–32.

9. Elmi Hosseini, S. R., Feng, K., Nie, P., Zhang, K., Huang, J., Li, Z. & Xue, S. (2018). Enhanced Strength of 304 SS–Ti6Al4V Laser-Welded Joints Containing Composite Interlayers. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 27(11), 6135–6148.

10. Burkov, A. A. & Bytsura, A. Y. (2022). Corrosion properties and tribological behavior of tungsten carbide coatings with alumide matrix on ss AISI304. *Fundamental'nye problemy sovremen-nogo materialovedeniya (Basic Problems of Material Science (BPMS))*, 19(4), 509–519. (In Russ.).

11. Shafyei, H., Salehi, M. & Bahrami, A. (2020). Fabrication, microstructural characterization and mechanical properties evaluation of Ti/TiB/TiB<sub>2</sub> composite coatings deposited on Ti6Al4V alloy by electro-spark deposition method. *Ceramics International*, 46(10), 15276–15284.
12. Burkov, A. A. & Pyachin, S. A. (2015). Formation of WC–Co coating by a novel technique of electrospark granules deposition. *Materials & Design*, 80, 109–115.
13. Groover, M. P. (2020). *Fundamentals of modern manufacturing: materials, processes, and systems*. John Wiley & Sons. P. 1025.
14. Burkov, A. A. & Chigrin, P. G. (2020). Synthesis of Ti–Al intermetallic coatings via electrospark deposition in a mixture of Ti and Al granules technique. *Surface and Coatings Technology*, 387, 125550.
15. Kwok, D. Y. & Neumann, A. W. (1999). Contact angle measurement and contact angle interpretation. *Advances in colloid and interface science*, 81(3), 167–249.
16. Jamnapara, N. I., Frangini, S., Alphonsa, J., Chauhan, N. L., Mukherjee, S. & Jamnapara, N. I. et al. (2015). Comparative analysis of insulating properties of plasma and thermally grown alumina films on electrospark aluminide coated 9Cr steels. *Surface and Coatings Technology*, 266, 146–150.
17. Liu, J., Wang, R. & Qian, Y. (2005). The formation of a single-pulse electrospark deposition spot. *Surface and coatings technology*, 200(7), 2433–2437.
18. Matlaga, B. F., Yassenchak, L. P. & Salthouse, T. N. (1976). Tissue response to implanted polymers: the significance of sample shape. *Journal of biomedical materials research*, 10(3), 391–397.
19. Efe, G. Ç., Yenilmez, E., Altinsoy, I., Türk, S. & Bindal, C. (2021). Characterization of UHMWPE-HAp coating produced by dip coating method on Ti6Al4V alloy. *Surface and Coatings Technology*, 418, 127091.
20. Shao, J. Z., Li, J., Song, R., Bai, L. L., Chen, J. L., & Qu, C. C. (2020). Microstructure and wear behaviors of TiB/TiC reinforced Ti<sub>2</sub>Ni/α (Ti) matrix coating produced by laser cladding. *Rare Metals*, 39, 304–315.

#### **Information about the authors**

*A. A. Burkov – Candidate of Physical and Mathematical Sciences, Senior Staff Scientist, Khabarovsk Federal Research Center of the Far Eastern Branch of the Russian Academy of sciences.*

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.  
The authors declare that there is no conflict of interest.

Статья поступила в редакцию 15.06.2023; одобрена после рецензирования 04.07.2023; принята к публикации 15.07.2023.

The article was received by the editorial board on 15 June 23; approved after reviewing 04 July 23; accepted for publication 15 July 23.

Научная статья

2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов (технические науки)

УДК 669.017; 620.186

doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.011

## ИНТЕНСИВНАЯ ПЛАСТИЧЕСКАЯ ДЕФОРМАЦИЯ КРУЧЕНИЕМ НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ ЭК61, ЭП975 И ЭК79

Эльвина Венеровна Галиева<sup>1†</sup>, Екатерина Юрьевна Классман<sup>2</sup>, Венер Анварович Валитов<sup>3</sup>, Радим Рифкатович Габбасов<sup>4</sup>, Егор Михайлович Степухов<sup>5</sup>

<sup>1, 2, 3</sup> Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, ул. Степана Халтурина 39, 450001, Уфа, Россия

<sup>3, 4, 5</sup> Уфимский университет науки и технологий, ул. Заки Валиди, 32, 450076, Уфа, Россия

<sup>1</sup> galieva\_elvina\_v@mail.ru<sup>†</sup>, <https://orcid.org/0000-0002-1074-6274>

<sup>2</sup> klassman@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-1984-5137>

<sup>3</sup> valitov\_va@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-1349-6047>

<sup>4</sup> awesome.radim@yandex.ru

<sup>5</sup> egorstepukhov@mail.ru

**Аннотация.** Проанализировано влияние интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК) на формирование нанокристаллической (НК) структуры применительно к жаропрочным никелевым сплавам ЭК79, ЭП975 (упрочняющая  $\gamma'$ -фаза  $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ ) и ЭК61 (упрочняющая  $\gamma''$ -фаза  $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ). По результатам исследования показано, что в процессе ИПДК исходная крупнозернистая структура в никелевых сплавах с различным типом упрочняющей фазы  $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$  и  $\text{Ni}_3\text{Nb}$  трансформируется в УМЗ структуру дуплексного типа со средним размером зерен матрицы ( $\gamma$ -фазы): для ЭК61 – 50 нм, для ЭК79 – 55 нм, а для ЭП975 – 40 нм. Микротвердость после ИПДК увеличилась на 85 % для сплава ЭК61, на 28 % для сплава ЭК79 и на 37 % для сплава ЭП975 по сравнению с исходным состоянием. Определены условия получения НК структуры дуплексного типа. Проведены исследования влияния отжига при температуре 800 °С, 30 мин. на микротвердость сплавов ЭК61, ЭК79 и ЭП975. Установлено, что значение микротвердости в сплаве ЭК61 снижается на 19 %, а в сплавах ЭК79 и ЭП975 увеличивается на 29 % по сравнению с нанокристаллическим состоянием. Очевидно, это связано с укрупнением размера зерна сплаве ЭК61, а в сплавах ЭК79 и ЭП975 – с высокой термической стабильностью нанокристаллической структуры и дополнительным выделением внутризеренных наноразмерных частиц упрочняющей  $\gamma'$ -фазы.

**Ключевые слова:** жаропрочные никелевые сплавы, интенсивная пластическая деформация, микроструктура.

**Благодарности:** Условия получения НК структуры в жаропрочном никелевом сплаве ЭК61 разработаны в рамках Госзадания ИПСМ РАН № 122011900470-7, а сплавов ЭП975 и ЭК79 – в рамках проекта РНФ № 22-79-00271. Микроструктурные исследования и оценка механических свойств проводились на базе ЦКП ИПСМ РАН «Структурные и физико-механические исследования материалов».

**Для цитирования:** Галиева Э.В., Классман Е.Ю., Валитов В.А., Габбасов Р.Р., Степухов Е.М. Интенсивная пластическая деформация кручением никелевых сплавов ЭК61, ЭП975 И ЭК79 // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. 2023. Т. 20, № 3. С. 381–389. doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.011.

Original article

**INTENSIVE PLASTIC BY TORSION OF EK61, EP975, AND EK79  
NICKEL-BASED SUPERALLOYS****Elvina V. Galieva<sup>1†</sup>, Ekaterina Yu. Klassman<sup>2</sup>, Vener A. Valitov<sup>3</sup>, Radim R. Gabbasov<sup>4</sup>,  
Egor M. Stepukhov<sup>5</sup>**<sup>1,2,3</sup> Institute for Metals Superplasticity Problems of Russian Academy of Sciences, Khalturina Str., 39, Ufa, 450001, Russia<sup>3,4,5</sup> Ufa University of Science and Technology, Zaki Validi Str., 32, Ufa, 450076, Russia<sup>1</sup> galieva\_elvina\_v@mail.ru<sup>†</sup>, <https://orcid.org/0000-0002-1074-6274><sup>2</sup> klassman@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-1984-5137><sup>3</sup> valitov\_va@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-1349-6047><sup>4</sup> awesome.radim@yandex.ru<sup>5</sup> egorstepukhov@mail.ru

**Abstract.** The influence of severe plastic deformation by torsion (SPDT) on the formation of a nanocrystalline (NC) structure is analyzed as applied to heat-resistant nickel based superalloys EK79, EP975 (hardening  $\gamma'$ -phase  $\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti})$ ) and EK61 (hardening  $\gamma''$ -phase  $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ). According to the results of the study, it was shown that during HPT the initial coarse-grained structure in nickel alloys with various types of strengthening phase  $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$  and  $\text{Ni}_3\text{Nb}$  is transformed into a UFG structure of a duplex type with an average grain size of the matrix ( $\gamma$ -phase): for EK61 – 50 nm, for EK79 – 55 nm, and for EP975 – 40 nm. The microhardness after HPT increased by 85 % for the EK61 alloy, by 28 % for the EK79 alloy, and by 37 % for the EP975 alloy compared to the initial state. The conditions for obtaining an NC structure of a duplex type are determined. Studies of the effect of annealing at a temperature of 800 °C for 30 min on microhardness of EK61, EK79 and EP975 superalloys have been carried out. It has been established that the value of microhardness in the EK61 superalloy decreases by 19 %, while in the EK79 and EP975 alloys it increases by 29 % compared to the nanocrystalline state. It is probably due to coarsening of the grain size of the EK61 superalloy, as for the EK79 and EP975 superalloys it is due to the high thermal stability of the nanocrystalline structure and possible additional precipitation intragranular nanosized particles of the strengthening  $\gamma'$ -phase.

**Keywords:** nickel-based alloys, severe plastic deformation, microstructure.

**Acknowledgements:** The conditions for obtaining an NC structure in the EK61 superalloy with were developed within the framework of the State Task of the IPSM RAS No. 122011900470-7, and for EP975 and EK79 superalloys – within the framework of the Russian Science Foundation project No. 22-79-00271. Microstructural studies and the measurement of microhardness were carried out on the basis of the Center for Collective Use of IPSM RAS «Structural and physical-mechanical studies of materials».

**For citation:** Galieva, E. V., Klassman, E. Yu., Valitov, V. A., Gabbasov, R. R. & Stepukhov, E. M. (2023). Intensive plastic by torsion of EK61, EP975, and EK79 nickel-based superalloys. *Fundamental'nye problemy sovremennogo materialovedeniya (Basic Problems of Material Science (BPMS))*, 20(3), 381–389. (In Russ.). doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.011.

**Введение**

В настоящее время в области материаловедения активно ведутся разработки по развитию и более широкому применению методов интенсивной пластической деформации (ИПД), которые позволяют получать объемные наноструктурированные заготовки различной геометрии из различных металлов и сплавов [1-3]. Из известных способов получения наноструктурных (НС) материалов довольно широкое распространение получили следующие методы ИПД: равноканальное угловое прессование (РКУП), многослойная прокатка ARB, совмещенная со

сваркой в твердой фазе, всесторонняя ковка, «twist» процесс и др. [1-4].

Жаропрочные никелевые сплавы (ЖНС) – это уникальный класс материалов, способный работать при повышенных температурах и в агрессивных средах благодаря сложному химическому составу [4]. Поэтому ЖНС широко используются для изготовления различных деталей авиационных газотурбинных двигателей (ГТД), а также и ракетных двигателей [4-6].

Представителями современных деформируемых отечественных ЖНС, упрочняемых  $\gamma'$ -фазой, являются разработанные в последнее время и наиболее перспективные сплавы для дисков ГТД ЭП975 и ЭК79, которые способны

обеспечить рабочую температуру 750-975 °С [5-7]. Сплав ЭП975 по своим параметрам превосходит существующие опытные и серийные сплавы, он предназначен для изготовления дисков турбин и компрессоров высокого давления современных ГТД, т.е. способен работать в самых горячих частях двигателя. Однако, сложный химический состав этих сплавов привел к существенному снижению их технологической пластичности, повышению трудоемкости при обработке, а также к снижению коэффициента использования металла.

Сплав ЭК61 (российский аналог зарубежного сплава Inconel 718), в котором упрочнение достигается за счет выделения интерметаллидной фазы  $Ni_3Nb$  ( $\gamma''$ ,  $\delta$ -фаза), предназначенный для изготовления штампосварных конструкций, например, ракетных двигателей, наоборот, характеризуется повышенной технологической пластичностью [8-11].

Сравнительно недавно возникла потребность получать в ЖНС более мелкозернистую структуру ультрамелкозернистого и нанокристаллического диапазона [2-4]. Такие структуры позволяют получать качественные неразъемные соединения путем сварки давлением в температурно-скоростных условиях низкотемпературной сверхпластичности не только из никелевых, но и других сплавов [12-15]. Принимая во внимание низкие технологические свойства этих сплавов с исходной крупнозернистой структурой для формирования НК структуры весьма перспективным для отработки технологии получения нанокристаллической структуры является широко применяемый метод интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК) [1-3]. В результате такой обработки, как известно [1-3], в тонкостенных дисках из различных металлов и сплавов может быть сформирована нанокристаллическая структура с размером зерен и фрагментов не более 100 нм. В дальнейшем такие тонкостенные диски с НК структурой могут быть использованы, например, в качестве промежуточных прокладок между свариваемыми под давлением в температурно-скоростных условиях сверхпластичности заготовками, например, из одноименных сплавов на основе никеля [14].

Детальные исследования закономерностей формирования нанокристаллической структуры при ИПДК под давлением были проведены в работах [16-18] на однофазном сплаве X20Ni80 (нихром). Показано [17, 18], что сформированная при ИПД  $e = 5,5$  НК структура характеризуется размером зерен  $\sim 50$  нм, высоким значе-

нием микронапряжений (0,33 %) и микротвердостью 4,6 ГПа, что в 4 раза превышает микротвердость сплава в крупнозернистом состоянии.

Формирование НК структуры в ЖНС во многом аналогично рассмотренному на примере нихрома. Однако, в сложнолегированном ЖНС присутствуют когерентные упрочняющие интерметаллидные частицы, в отличие от нихрома, что обуславливает отличия в деформационном поведении при ИПДК. Например, в сплаве ПДУ-1 зёрнистая НК структура формируется на более ранних стадиях деформации, что связано с высоким содержанием  $\gamma'$ -фазы и тугоплавких частиц фазы  $Y_2O_3$  [19].

Сильнонеравновесное энергетическое состояние НК структуры, сформированной при ИПД, обуславливает ее неустойчивость при нагреве. Термическую стабильность при нагреве изучили в работе [20]. В дисперсионно-твердеющих сплавах Inconel 718 и ЭП962 наноструктура стабильна соответственно при 600 и 700 °С, т.е. граница стабильности практически совпадает с температурой начала растворения основной упрочняющей фазы или ее низкотемпературной модификации, а в сплаве ПДУ-1 НК структура стабильна при нагреве до температуры  $\sim 800$  °С [20].

Таким образом, разработка эффективных способов получения полуфабрикатов с НК структурой для никелевых является актуальной научной и материаловедческой задачей.

Целью работы является сравнительная оценка эффективности применения ИПДК для получения НК структуры в никелевых сплавах ЭК79, ЭП975 и ЭК61 с различным количеством и типом упрочняющей фазы.

## Материалы и методики исследований

Материалами для исследований были выбраны жаропрочный деформируемый никелевый сплав ЭК61 с упрочняющей  $\gamma''$  ( $\delta$ )-фазой  $Ni_3Nb$ , а также жаропрочные деформируемые никелевые сплавы ЭП975 и ЭК79 с упрочняющей  $\gamma'$ -фазой  $Ni_3(Al,Ti)$  стандартного химического состава согласно ТУ 14-1-50-45-91 (для сплава ЭК61) и ГОСТ 5632-2014 (для сплавов ЭК79 и ЭП975). В исходном состоянии сплав ЭК61 представлял собой горячедеформированный прутки с исходной крупнозернистой (КЗ) структурой (рис.1а) со средним размером ( $d$ ) зерен матричной  $\gamma$ -фазы  $62 \pm 3$  мкм, в теле зерен которой выделены когерентные частицы уп-

рочняющей  $\gamma'$ -фазы со средним размером  $40 \pm 2$  нм (рис. 1г).

Сплав ЭК79 имел КЗ структуру со средним размером  $\gamma$ -зерен  $d = 250 \pm 20$  мкм (рис. 1б), а сплав ЭП975 имел КЗ структуру, представляющую собой крупные  $\gamma$ -зерна со средним размером  $200 \pm 13$  мкм (рис. 1в). В теле крупных

$\gamma$ -зерен сплавов ЭК79 и ЭП975 наблюдаются гомогенно распределенные когерентные дисперсные частицы  $\gamma'$ -фазы со средним размером  $0,20 \pm 0,03$  и  $0,30 \pm 0,05$  мкм соответственно (рис. 1д, 1е). В сплаве ЭК79 объемная доля упрочняющей  $\gamma'$ -фазы составляет 40 %, а в сплаве ЭП975 – 55 %.

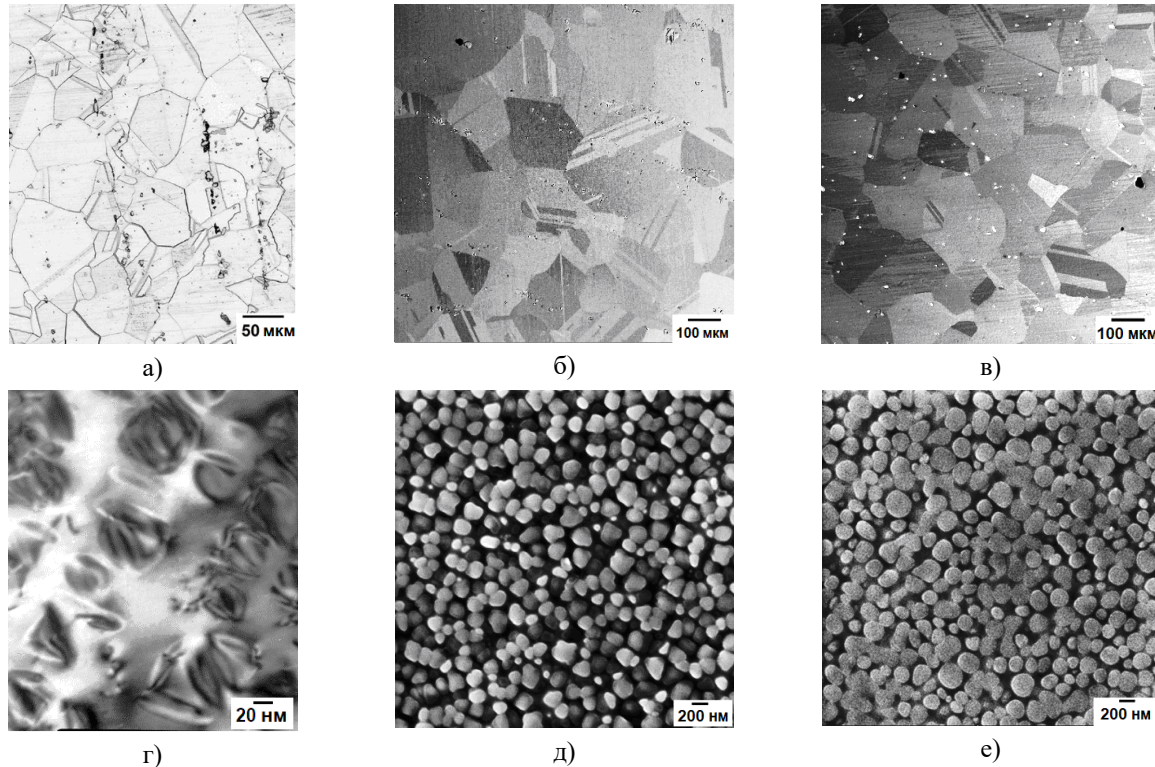


Рис.1. Исходная микроструктура сплавов ЭК61 (а, г), ЭК79 (б, д) и ЭП975 (в, е)

Fig.1. The initial microstructure of the EK61 (a, d), EK79 (b, e) and EP975 (c, f) superalloys

Применительно к жаропрочным никелевым сплавам при традиционной схеме осадки не удастся накопить достаточную степень деформации, чтобы сформировать во всем объеме нанокристаллическую структуру, поэтому в данной работе использовался метод ИПДК. Интенсивную пластическую деформацию проводили по комбинированной схеме кручением под высоким квазигидростатическим давлением (6 ГПа) на установке типа наковальни Бриджмена со скоростью  $v=2$  об/мин при комнатной температуре. Размер образцов для ИПД составлял  $\varnothing 10 \times 0,7$  мм.

Термическую обработку (ТО) в виде отжига деформированных образцов проводили при температуре  $800$  °С в течение 30 минут. Выбранная температура  $800$  °С соответствует температурам старения и максимального выделения упрочняющей  $\gamma'$ -фазы в сплавах ЭП975 и ЭК79, поскольку эта температура на  $25-50$  °С ниже температуры начала растворения  $\gamma'$ -фазы. В менее жаропрочном сплаве ЭК61 при этой

температуре метастабильная  $\gamma'$ -фаза полностью растворяется или преобразуется в более термически стабильную  $\delta$ -фазу. Предполагается, что присутствие в сплавах упрочняющих фаз будет способствовать термической стабильности нанокристаллической структуры в изучаемых сплавах при последующей термической обработке. Как показали ранее проведенные исследования, выбранное время (30 мин.) отжига вполне достаточно для сравнительной оценки термической стабильности исследуемых сплавов ЭК61, ЭК79 и ЭП975, которые различаются по химическому и фазовому составу.

Все микроструктурные исследования и механические испытания осуществляли на оборудовании Центра Коллективного Пользования ИПСМ РАН.

Микроструктуру изучали методом растровой и просвечивающей электронной микроскопии с использованием микроскопов Mira 3LMN (TESCAN) и JEM-2000EX. Измерения микротвердости проводили на приборе MHT-10 Microhardness Tester.



## Результаты и обсуждение

Никелевый сплав ЭК61 и его зарубежный аналог сплав Inconel 718, упрочняемые интерметаллидной фазой  $Ni_3Nb$ , обладают хорошей технологической пластичностью. Анализ микроструктуры показал, что после ИПДК со степенью деформации  $e = 5,5$  наблюдали типичную НК структуру со средним размером зерен и фрагментов  $\sim 50$  нм (рис.2а). Кольцевая электронограмма свидетельствует о том, что в объектив диафрагмы (диаметром  $\sim 0,8$  мкм) попало большое количество фрагментов. Механизм формирования НК структуры в сплаве ЭК61 аналогичен сплаву Inconel 718 [11]. Преимущественное наложение рефлексов может говорить о том, что наблюдается текстура, а наличие отдельных рефлексов на кольцевых электроно-

граммах, может свидетельствовать о наличии высокоугловых разориентировок между фрагментами.

При достижении 5 оборотов во всем объеме исследуемых сплавов, упрочняемых фазой  $Ni_3(Al,Ti)$ , происходит трансформация крупнозернистой структуры в НК со средним размером зерен и фрагментов матричной  $\gamma$ -фазы: для сплава ЭК79  $d \sim 55$  нм (рис.2б), а для ЭП975  $d \sim 40$  нм (рис.2в). При этом необходимо отметить, что в процессе ИПДК имеет место деформация выделений частиц упрочняющих фаз, их фрагментация которая приводит их к измельчению до размера зерен матрицы ( $\gamma$ -фазы) и даже менее. В результате после ИПДК во всех исследованных сплавах формируется НК структуры нанодуплексного типа: ЭК61 ( $\gamma+\gamma''$ ), в сплавах ЭК79 и ЭП975 – ( $\gamma+\gamma'$ ).

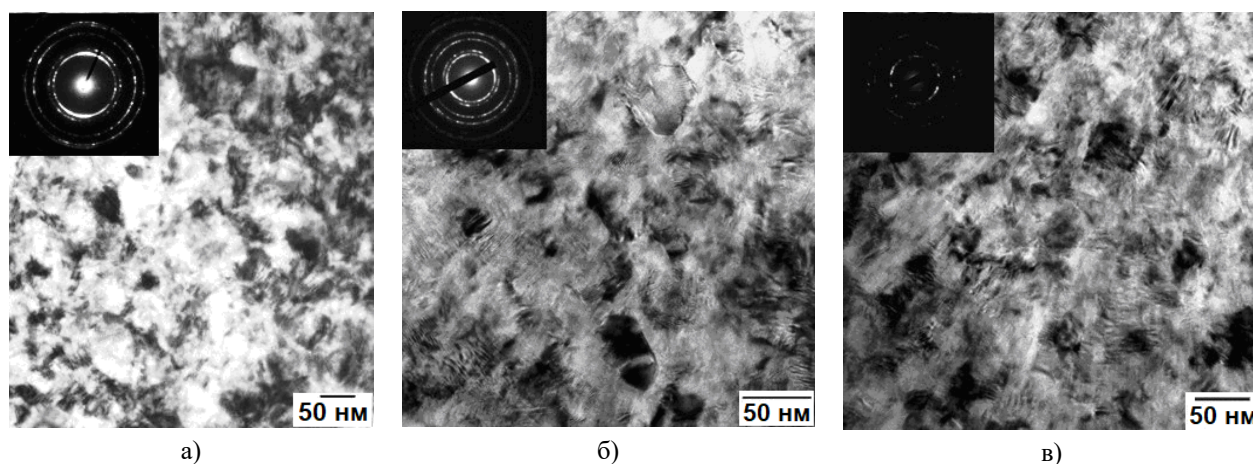


Рис.2. Микроструктура после ИПДК ( $e = 5,5$ ) сплавов: ЭК61 (а), ЭК79 (б), ЭП975 (в)

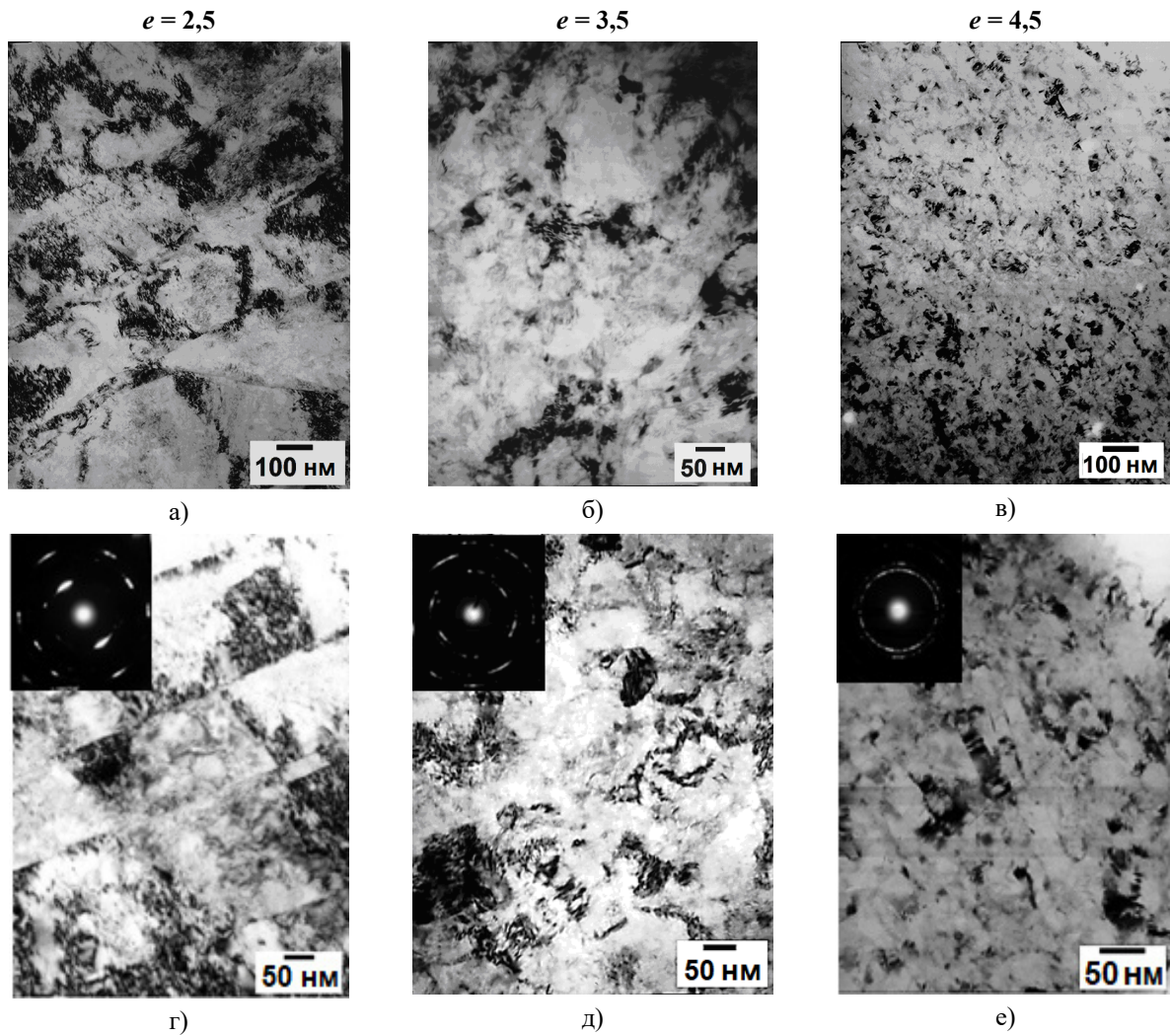
Fig.2. Microstructure of superalloys after torsion ( $e = 5.5$ ): EK61 (a), EK79 (b), EP975 (c)

При анализе влияния степени деформации при ИПДК на эволюцию микроструктуры было обнаружено следующее. В структуре сплава ЭП975, деформированного со степенью  $e = 2,5$  наблюдается образование ячеек. Средний размер ячеек составляет  $250 \pm 22$  нм, а ширина их границ  $80 \pm 10$  нм. При этом в структуре выявляются относительно крупные ячейки размером  $400 \pm 35$  нм. Наблюдаются отдельные участки, на которых присутствуют деформационные полосы (рис.3г). На электронограмме присутствуют размытые кольцевые рефлексы, свидетельствующие о внутренних напряжениях, возникших из-за искажений решетки.

Более существенные изменения в сплаве ЭП975 наблюдаются с повышением степени деформации до  $e = 3,5$  (рис.3б). При такой степени деформации формируются более мелкие ячейки с размером близким к нанометрическому. Границы ячеек размыты, что характерно для сильно наклепанного состояния. Рефлексы

на электронограмме становятся менее размытыми, а сама электронограмма начинает принимать вид концентрических колец с расположенными на них отдельными рефлексами, что свидетельствует о малом размере зерен и высокоугловой разориентировке их границ. Об этом свидетельствует формирование отдельных рекристаллизованных зерен и фаз нанометрического размера (рис.3б).

После степени деформации  $e = 4,5$  (рис.3в) удельный объем рекристаллизованных зерен существенно увеличивается. Электронограмма является кольцевой, то есть представляет собой множество рефлексов, расположенных на окружности. Такой вид электронограммы характерен для материалов имеющих поликристаллическую структуру, иными словами электронограмма получена от множества мелких зерен и фрагментов нанокристаллического размера с высокоугловой разориентировкой их границ.



**Рис.3.** Микроструктура после ИПДК сплава ЭП975:  $e = 2,5$  (а),  $e = 3,5$  (б),  $e = 4,5$  (в)

**Fig.3.** Microstructure of the EP975 superalloy after torsion:  $e = 2.5$  (a),  $e = 3.5$  (b),  $e = 4.5$  (c)

На рис.4 представлены значения микротвердости исследованных материалов после ИПДК и ИПДК с последующей термической обработкой. Значения микротвердости в исследованных материалах после ИПДК увеличились. По сравнению с исходными крупнозернистыми состояниями в сплавах с нанокристаллической структурой микротвердость возросла: в сплаве ЭК61 на 85 %, а в сплавах ЭК79 и ЭП975 на 28 % и 37 % соответственно. После термической обработки микротвердость в сплаве ЭК61 снизилась на 19 %, что, на наш взгляд, связано с частичным растворением  $\delta$ -фазы и укрупнением размера зерен  $\gamma$ -фазы до среднего размера  $400 \pm 15$  нм (рис.5а).

После отжига укрупнение размера зерна наблюдалось также в сплавах ЭК79 и ЭП975: в ЭК79 средний размер  $\gamma$ -зерен  $d = 80 \pm 6$  нм (рис.5б), а в ЭП975  $d = 100 \pm 8$  нм (рис.5в). О наличии преимущественно большеугловых границ, т.е. зеренной структуры, судили по наличию кольцевой электронограммы с точечными

рефлексами и полосчатому контрасту на границах.

Микротвердость сплавов при этом не только не уменьшилась, а, наоборот, несколько увеличилась. На наш взгляд это может быть связано с тем, что температура отжига  $800$  °С фактически соответствует температуре старения, поэтому при данных температурах возможно дополнительное выделение в зернах  $\gamma$ -фазы наноразмерных когерентных частиц  $\gamma'$ -фазы. По видимому, это обстоятельство, свидетельствует о том, что при этой температуре ( $800$  °С) НК структура в сплавах ЭК79 и ЭП975 более термически стабильна по сравнению со сплавом ЭК61.

Полученные данные будут полезны для оптимизации технологических режимов получения тонких пластин из исследованных сплавов с НК структурой, которые в дальнейшем могут быть использованы для получения в режиме низкотемпературной сверхпластичности твердофазных соединений из одноименных и раз-

ноименных никелевых сплавов, например, ЭП975//ЭК79 с НК структурой//ЭК79, где соединяемые сплавы ЭП975 и ЭК79 могут иметь

мелкозернистую типа микродуплекс или крупнозернистую структуру.

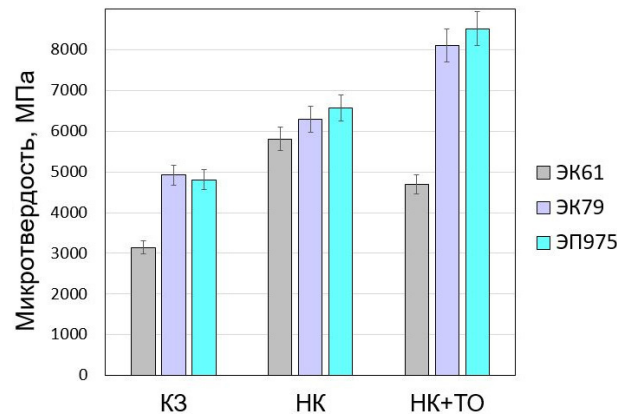


Рис.4. Значения микротвердости после ИПДК ( $e = 5,5$ ) и ИПДК+ТО сплавов ЭК61, ЭК79, ЭП975

Fig.4. Microhardness value of EK61, EK79, EP975 superalloys after torsion ( $e = 5.5$ ) and torsion+heat treatment

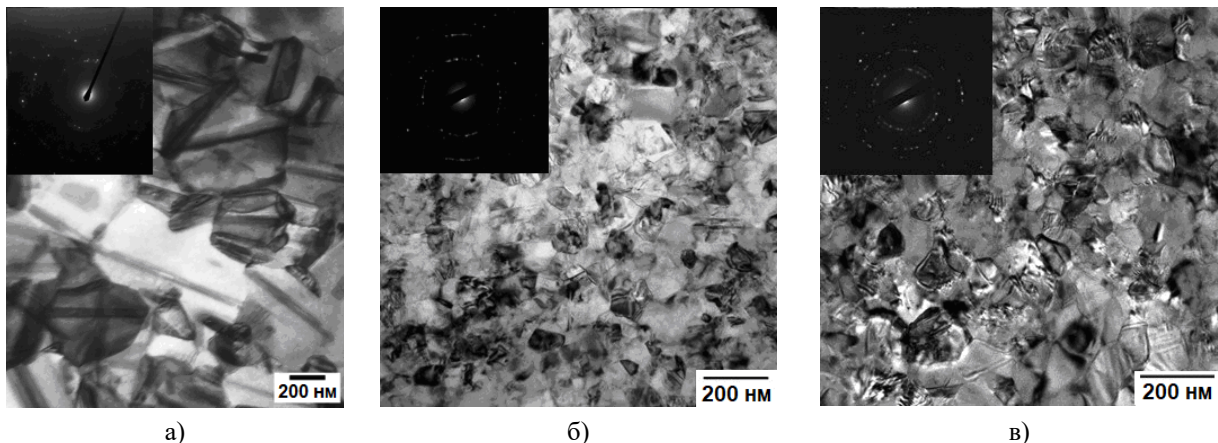


Рис.5. Микроструктура сплавов после ИПДК ( $e = 5,5$ ) и ТО: а – ЭК61, б – ЭК79, в – ЭП975

Fig.5. Microstructure of alloys after HPT ( $e = 5.5$ ) and HT: а – EK61, б – EK79, в – EP975

### Заклучение

Экспериментально установлено, что ИПДК является эффективным методом для получения НК структуры в жаропрочных никелевых сплавах. Показано, что в процессе ИПДК исходная КЗ структура в никелевых сплавах с различным типом упрочняющей фазы  $Ni_3(Al, Ti)$  и  $Ni_3Nb$  трансформируется в НК структуру дуплексного типа со средним размером зерен матрицы ( $\gamma$ -фазы) и второй некогерентной фазы: в сплаве ЭК61( $\gamma+\gamma''$ ) – 50 нм; в сплаве ЭК79( $\gamma+\gamma'$ ) – 55 нм; в сплаве ЭП975 – 40 нм. Микротвердость после ИПДК увеличилась на 85 % для сплава ЭК61, на 28 % для сплава ЭК79 и на 37 % для сплава ЭП975. После отжига при 800 °С в сплавах ЭК79 и ЭП975 микротвердость несколько повышается за счет сохранения термически стабильной НК структуры и возможного дополнительного выделения нано-

размерных частиц  $\gamma'$ -фазы. В менее жаропрочном сплаве ЭК61 микротвердость снизилась на 19 %, что связано с укрупнением размера зерен  $\gamma$ -фазы вследствие частичного растворения  $\delta$ -фазы.

### Список литературы

1. Мулюков Р.Р., Имаев Р.М., Назаров А.А. и др. Сверхпластичность ультрамелкозернистых сплавов: эксперимент, теория, технологии. М.: Наука, 2014. 284 с.
2. Valiev R.Z., Zhilyaev A.P., Langdon T.G. Bulk Nanostructured Materials: Fundamentals and Applications. John Wiley & Sons, Hoboken, NJ, USA, 2014. 440 p.
3. Валиев Р.З., Исламгалиев Р.К., Александров И.В. Объемные наноструктурированные материалы полученные интенсивной пластической деформацией. Москва: Академкнига, 2007. 398 с.

4. Рааб Г.И., Шибиков В.Г., Рааб А.Г. Перспективные методы ИПД для получения наноструктурированных металлических материалов // Физика и механика материалов. 2016. V. 25. P. 77–82.
5. Логунов А.В. Жаропрочные никелевые сплавы для лопаток и дисков газовых турбин. Москва, ООО «Издательский дом «Газотурбинные технологии», 2017. 854 с.
6. Rao K.A. Nickel Based Superalloys – Properties and Their Applications // International Journal of Management, Technology And Engineering. 2018. V. 8, Is. V. P. 268–277.
7. Reed R.C. The superalloys: Fundamentals and Applications. Cambridge University Press, 2006. 372 p.
8. Бабенцова Л.П., Анциферова И.В. Механические свойства сплава IN718 при статическом и циклическом деформировании // Современные наукоемкие технологии. 2019. № 6. С. 14–19.
9. Полянский А.М., Полянский В.М. Структурные изменения в сплаве ЭК61 в условиях циклической деформации при повышенной температуре // Металловедение и термическая обработка металлов. 2010. Т. 660, № 6. С. 50–53.
10. Valitov V.A., Mulyukov R.R., Gigliotti M.F.X., Subramanian P.R. Superalloys 2008 // TMS. 2008. P. 325–331.
11. Valitov V., Mukhtarov Sh., Lutfullin R., Safiullin R., Mukhametrakhimov M. Microstructure and Properties of Nanostructured Alloy 718 // Advanced Materials Research. 2011. V. 278. P. 283–288.
12. Хазгалиев Р.Г., Имаев М.Ф., Мулюков Р.Р., Сафин Ф.Ф. Модифицирование поверхности прослойки никеля для делокализации деформации при сварке давлением образцов титанового сплава и нержавеющей стали // Письма о материалах. 2015. Т. 5, № 2. С. 133–137.
13. Drozdov A.A., Valitov V.A., Povarova K.B., Bazyleva O.A., Galieva E.V., Ovsepyan S.V. The solid-phase joints of high-temperature nickel alloy with ultrafine-grained structure for disks and Ni<sub>3</sub>Al based single-crystal blade alloy // Lett. Mater. 2015. V. 5, N 2. P. 142–146.
14. Galieva E.V., Valitov V.A., Lutfullin R.Ya., Bikmukhametova A.A. Low Temperature Superplasticity of the Ni-Based EK61 Superalloy and Application of this Effect to Obtain Solid Phase Joints // Defect and Diffusion Forum. 2018. V. 385. P. 150–154.
15. Утяшев Ф.З., Рааб Г.И., Валитов В.А. Деформационное наноструктурирование металлов и сплавов. Монография. СПб.: Научно-технологические технологии, 2020. 185 с.
16. Dudova N.R., Kaibyshev R.O., Valitov V.A. Formation of nanocrystalline structure in a Ni-20%Cr alloy. TMS Annual Meeting. Seattle, Washington, 2002. P. 75–80.
17. Кайбышев О.А., Дудова Н.Р., Валитов В.А. Влияние интенсивной пластической деформации и последующего отжига на структуру и свойства сплава X20H80 // ФММ. 2003. Т. 96, № 1. С. 54–61.
18. Mukhtarov Sh., Dudova N., Valitov V. Processing and Mechanical Properties of Bulk Nanostructured Nickel Base Alloys. // Materials Science & Engineering A. 2009. V. 503. P. 181–184.
19. Valitov V.A., Kaibyshev O.A., Mukhtarov Sh.Kh., Gajnutdinova N.R. Formation of Micro-, Submicro- and Nanocrystalline Structures in Nickel-Base Alloys // Proceedings of the First Joint International Conference “Recrystallization and Grain Growth”, Springer-Verlag, 2001. P. 563–568.
20. Валитов В.А. Формирование нанокристаллической структуры при интенсивной деформационно-термической обработке и ее влияние на сверхпластические свойства никелевых сплавов // Вопросы материаловедения. 2007. Т. 52, № 4. С. 311–316.

#### Информация об авторах

Э. В. Галиева – кандидат технических наук, научный сотрудник Института проблем сверхпластичности металлов РАН.

Е. Ю. Классман – аспирант, инженер Института проблем сверхпластичности металлов РАН.

В. А. Валитов – доктор технических наук, ведущий научный сотрудник Института проблем сверхпластичности металлов РАН.

Р. Р. Габбасов – студент Уфимского университета науки и технологий.

Е. М. Степухов – студент Уфимского университета науки и технологий.

#### References

1. Mulyukov, R. R., Imayev, R. M. & Nazarov, A. A. et al. (2014). Superplasticity of ultrafine-grained alloys: Experiment, theory, technologies. Moscow, Nauka. P. 284. (In Russ.).
2. Valiev, R. Z., Zhilyaev, A. P. & Langdon, T. G. (2014). Bulk Nanostructured Materials: Fundamentals and Applications. John Wiley & Sons, Hoboken, NJ, USA. P. 440.
3. Valiev, R. Z., Islamgaliev, R. K. & Alexandrov, I. V. (2007). Bulk nanostructured materi-

- als from severe plastic deformation. Moscow, Akademkniga. P. 398. (In Russ.).
4. Raab, G. I., Shibakov, V. G. & Raab, A. G. (2016). Promising SPD Methods for Obtaining Nanostructured Metallic Materials. *Materials Physics and Mechanics*, 25, 77–82. (In Russ.).
  5. Logunov, A. V. (2017). Heat-resistant nickel alloys for blades and disks of gas turbines. Moscow, LLC Publishing House Gas Turbine Technologies. P. 854. (In Russ.).
  6. Rao, K. A. (2018). Nickel Based Superalloys – Properties and Their Applications. *International Journal of Management, Technology And Engineering*, 8(V), 268–277.
  7. Reed, R. C. (2006). The superalloys: Fundamentals and Applications. Cambridge University Press. P. 372.
  8. Babentsova, L. P. & Antsiferova, I. V. (2019). Mechanical properties of the IN718 alloy during static and cyclic deformation. *Modern science-intensive technologies*, 6, 14–19. (In Russ.).
  9. Polyasky, A. M. & Polyansky, V. M. (2010) Structural changes in the EK61 alloy under cyclic deformation at elevated temperature. *Metal science and thermal processing of metals*, 6(660), 50–53. (In Russ.).
  10. Valitov, V. A., Mulyukov, R. R., Gigliotti, M. F. X. & Subramanian, P. R. (2008). *Superalloys 2008. TMS*, 325–331.
  11. Valitov, V., Mukhtarov, Sh., Lutfullin, R., Safiullin, R. & Mukhametrakhimov, M. (2011). Microstructure and Properties of Nanostructured Alloy 718. *Advanced Materials Research*, 278–283.
  12. Khazgaliev, R. G. Imaev, M. F., Mulyukov, R. R. & Safin, F. F. (2015). Modification of the Nickel Interlayer Surface for Strain Delocalization in Pressure Welding of Titanium Alloy and Stainless Steel Specimens. *Letters on materials*, 5(2), 133–137. (In Russ.).
  13. Drozdov, A. A., Valitov, V. A. & Pova-rova, K. B. et al. (2015) The solid-phase joints of high-temperature nickel alloy with ultrafine-grained structure for disks and Ni<sub>3</sub>Al based single-crystal blade alloy. *Lett. Mater.*, 5(2), 142–146.
  14. Galieva, E. V., Valitov, V. A., Lutfullin, R. Ya. & Bikmukhametova A. A. (2018). Low-Temperature Superplasticity of the Ni-Based EK61 Superalloy and Application of this Effect to Obtain Solid Phase Joints. *Defect and Diffusion Forum*, 385, 150–154.
  15. Utyashev, F. Z., Raab, G. I. & Valitov, V. A. (2020). Deformation nanostructuring of metals and alloys. Monograph. St. Petersburg: Science-intensive technologies. P. 185. (In Russ.).
  16. Dudova, N. R., Kaibyshev, R. O. & Valitov, V. A. (2002). Formation of nanocrystalline structure in a Ni-20%Cr alloy. TMS Annual Meeting. Seattle, Washington. P. 75–80.
  17. Kaibyshev, O. A., Dudova, N. R. & Valitov, V. A. (2003). Influence of severe plastic deformation and subsequent annealing on the structure and properties of Kh20N80 alloy. *FMM*, 96(1), 54–61. (In Russ.).
  18. Mukhtarov, Sh., Dudova, N. & Valitov V. (2009). Processing and Mechanical Properties of Bulk Nanostructured Nickel Base Alloys. *Materials Science & Engineering A*, 503, 181–184.
  19. Valitov, V. A., Kaibyshev, O. A., Mukhtarov, Sh. Kh. & Gajnutdinova, N. R. (2001). Formation of Micro-, Submicro- and Nanocrystalline Structures in Nickel-Base Alloys. Proceedings of the First Joint International Conference “Recrystallization and Grain Growth”, Springer-Verlag. P. 563–568.
  20. Valitov, V. A. (2007). Formation of nanocrystalline structure upon severe thermomechanical processing and its effect on the superplastic properties of nickel base alloys. *Issues of materials science*, 52(4), 311–316. (In Russ.).

#### Information about the authors

*E. V. Galieva – Candidate of Technical Sciences, Researcher, Institute for Metals Superplasticity Problems of Russian Academy of Sciences.*

*E. Yu. Klassman – Post-Graduate Student, Engineer, Institute for Metals Superplasticity Problems of Russian Academy of Sciences.*

*V. A. Valitov – Doctor of Technical Sciences, Leading Researcher, Institute for Metals Superplasticity Problems of Russian Academy of Sciences.*

*R. R. Gabbasov – Student, Ufa University of Science and Technology.*

*E. M. Stepukhov – Student, Ufa University of Science and Technology.*

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.  
The authors declare that there is no conflict of interest.

Статья поступила в редакцию 01.07.2023; одобрена после рецензирования 17.07.2023; принята к публикации 01.08.2023.

The article was received by the editorial board on 01 July 23; approved after reviewing 17 July 23; accepted for publication 01 Aug. 23.

Научная статья

2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов (технические науки)

УДК 621.78

doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.012

## **ВЛИЯНИЕ ПОЛОЖЕНИЯ ЗАГОТОВКИ НА ПАЛLETTE ПРИ ЛАЗЕРНОМ РАСКРОЕ НА ФОРМИРОВАНИЕ ЗОНЫ ТЕРМИЧЕСКОГО ВЛИЯНИЯ**

**Ярослав Александрович Ерисов<sup>1†</sup>, Владимир Витальевич Африкантов<sup>2</sup>,  
Юрий Сергеевич Горшков<sup>3</sup>, Василий Андреевич Разживин<sup>4</sup>**

<sup>1,3,4</sup> Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева, Московское шоссе, 34, 443086, Самара, Россия

<sup>2</sup> ООО «Мехта», пр-д Мальцева, 7е, 443022, Самара, Россия

<sup>1</sup> yaroslav.erisov@mail.ru<sup>†</sup>, <https://orcid.org/0000-0001-9750-8211>

<sup>2</sup> afrikantovvv@mehta.ru, <https://orcid.org/0000-0001-5652-2818>

<sup>3</sup> usgorshkov@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0002-5165-005X>

<sup>4</sup> vasia.razzhivin@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9735-5307>

**Аннотация.** В данной работе выполнены исследования свойств и структуры материала зоны термического влияния, возникающей при лазерном раскросе металла, в зависимости от расположения заготовки на паллете: над выступом и между выступами паллеты. Показаны существенные отличия свойств и структуры на этих участках. Даны рекомендации по расположению заготовки относительно выступов паллеты. Свойства материала в зоне реза над выступом паллеты и между выступами существенно отличаются. Значения микротвердости в зоне над выступами паллеты на краю примерно на 50 % меньше, чем в зоне между выступами. По мере движения вглубь образца разница уменьшается. Содержание магния почти в два раза ниже в зоне над выступами, чем между выступами. В поверхностных слоях заготовки в зоне над выступами размеры включений по величине больше, чем в глубине. Это вызвано дополнительным закаливанием металла заготовки находящегося между выступами, и более длительным контактом с ванной жидкого металла из-за затруднения его удаления при резке на выступе паллеты. Удаление дефектного слоя методом фрезерования на глубину 0,5 мм нивелирует разницу свойств металла в зоне над выступом паллеты, между выступами и в глубине.

**Ключевые слова:** лазерный раскрой, зона термического влияния, паллета, конфигурация выступов на паллете, микроструктура, микротвердость, химический состав, изгиб, алюминиевый сплав АМг2.

---

**Для цитирования:** Ерисов Я.А., Африкантов В.В., Горшков Ю.С., Разживин В.А. Влияние положения заготовки на паллете при лазерном раскросе на формирование зоны термического влияния // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. 2023. Т. 20, № 3. С. 390–397. doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.012.

---

Original article

## **THE INFLUENCE OF WORKPIECE POSITION ON THE PALLET DURING LASER CUTTING ON THE FORMATION OF THE THERMAL EFFECT ZONE**

**Yaroslav A. Erisov<sup>1†</sup>, Vladimir V. Afrikantov<sup>2</sup>, Yuri S. Gorshkov<sup>3</sup>, Vasilii A. Razzhivin<sup>4</sup>**

<sup>1,3,4</sup> Samara National Research University, Moskovskoe shosse, 34, Samara, 443086, Russia

<sup>2</sup> LLC «Mehta», 7e Maltseva Ave., Samara, 443022, Russia

<sup>1</sup> yaroslav.erisov@mail.ru<sup>†</sup>, <https://orcid.org/0000-0001-9750-8211>

<sup>2</sup> afrikantovvv@mehta.ru, <https://orcid.org/0000-0001-5652-2818>

<sup>3</sup> usgorshkov@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0002-5165-005X>

<sup>4</sup> vasia.razzhivin@yandex.ru, <https://orcid.org/0000-0001-9735-5307>

**Abstract.** In this paper, the properties and material structure of the heat-affected zone, arising during laser cutting of metal, depending on the location of the workpiece on the pallet: over the protrusion and between the protrusions of the pallet were studied. Significant differences in properties and structure at these sites are shown. Recommendations on the location of the workpiece relative to the pallet's projections are given. Material properties in the cutting zone above the pallet ledge and between the ledges are significantly different. The microhardness values in the area above the pallet projections at the edge are about 50 % less than in the area between the projections. As we move deeper into the sample, the difference decreases. Magnesium content is almost two times lower in the zone above the protrusions than between the protrusions. In the surface layers of the blank in the zone above the projections the sizes of inclusions are larger than in the depth. This is caused by additional hardening of the workpiece metal located between the projections, and a longer contact with the bath of liquid metal due to the difficulty of its removal when cutting on the ledge of the pallet. Removal of the defective layer by milling to a depth of 0.5 mm levels out the difference in metal properties in the area above the pallet ledge, between the ledges and in the depth.

**Keywords:** laser cutting, thermal influence zone, pallet, configuration of protrusions on the pallet, microstructure, microhardness, chemical composition, bending, aluminum alloy AMg2.

**For citation:** Erisov, Ya. A., Afrikantov, V. V., Gorshkov, Yu. S. & Razzhivin, V. A. (2023). The effect of the position of the workpiece on the pallet during laser cutting on the formation of a zone of thermal influence. *Fundamental'nye problemy sovremennogo materialovedeniya (Basic Problems of Material Science (BPMS))*, 20(3), 390–397. (In Russ.). doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.012.

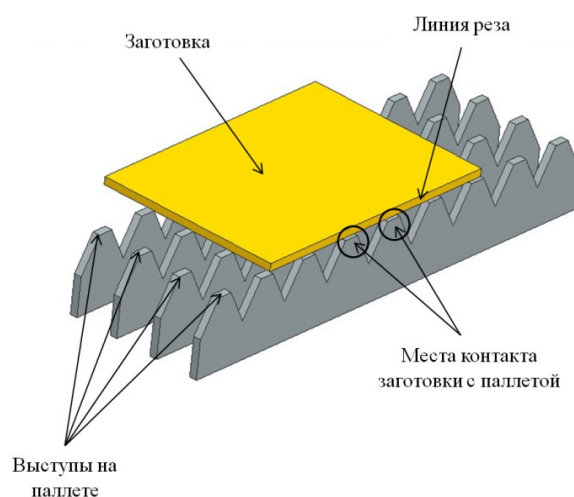
## Введение

К числу перспективных процессов разделения материалов следует отнести лазерную резку металлов, основанную на процессах нагрева, плавления, испарения, химических реакциях горения и удаления расплава из зоны реза [1-4]. В настоящее время лазерную резку применяют во всех отраслях промышленности – от раскроя листовых материалов для корпусов различных приборов до изготовления строительных конструкций, деталей машин, узлов летательных аппаратов, судов, специальных изделий. Лазерные технологии активно применяют в машиностроении, автомобилестроении, атомной, космической, авиационной и судостроительной промышленности, медицине и практически во всех направлениях оборонного производства. При лазерной резке отсутствует механическое воздействие на обрабатываемый материал. Вследствие этого лазерную резку можно осуществлять с высокой степенью точности, в том числе легкодеформируемых и нежестких заготовок или деталей. Благодаря большой мощности лазерного излучения обеспечивается высокая производительность процесса в сочетании с технологическими возможностями [5-8]. Легкое и сравнительно простое управление лазерным излучением позволяет осуществить лазерную резку по сложному контуру плоских и объемных деталей и заготовок с высокой степенью автоматизации процесса [9-10].

Одним из недостатков лазерной резки, помимо высокой стоимости оборудования и

сложности его обслуживания, является возникновение зоны термического влияния, структура и свойства материала которой существенно отличаются от основы. Из-за этого при последующем формообразовании заготовок, полученных методом лазерного раскроя, здесь могут образовываться трещины [11-13].

При лазерном раскрое заготовка размещается на специальном ложементе-паллете, представляющем собой основание с выступами различной формы, например трапециевидной. Назначение паллет – фиксирование заготовки в процессе ее обработки (рис.1).



**Рис.1.** Схема расположения образцов на паллете

**Fig.1.** Layout of samples on a pallet

Замечено, что положение заготовки на паллете оказывает влияние на процесс резки. Если

в зонах без выступов происходит беспрепятственное удаление расплавленного металла сжатым газом, то на выступах из-за подпора снизу жидкий металл задерживается и находится в более длительном контакте с кромкой заготовки. Визуально на заготовке это проявляется в виде почернения (прижогов) поверхности металла со стороны паллеты (рис.2).

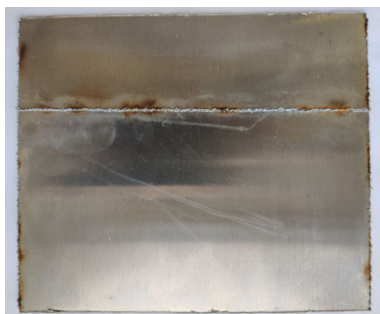


Рис.2. Прижоги на металлической заготовке

Fig.2. Cauterization on a metal workpiece

Все это может вызвать дополнительные изменения структуры и свойств в зоне термического влияния, что еще в большей степени может сказаться на технологических и эксплуатационных свойствах изделия. В данной работе выполнено исследование влияния положения заготовки на паллете при лазерном раскрое на формирование зоны термического влияния [14-18].

### Методика исследований

Исследования проводились на листах из алюминиевого сплава АМг2 (Al – 95,9 %, Mg – 2,6 %, Fe – 0,5 %, Si – 0,5 %, Mn – 0,5 %) толщиной 2 мм. Лазерная резка производилась на установке BYSTAR 3015 (BYSTRONIC, Китай) в режиме: мощность – 2500 Вт, защитная среда – аргон, давление газа – 10 бар, фокус – 1,4 мм, скорость резания – 4 мм/с. После лазерной резки отбирались образцы, полученные в зоне между выступами на паллете и непосредственно на выступе. Кроме того, исследования проводились на образцах после удаления зоны термического влияния методом фрезерования на глубину 0,5 мм. Для всех образцов определялись следующие параметры: микротвердость, химический состав и структура материала в зоне термического влияния, а также производилась технологическая проба на изгиб.

Микротвердость по Виккерсу определялась с помощью полуавтоматического микротвер-

домера ММТ-Х7 (Matsuzawa, Япония). Измерения производились с нагрузкой 100 г. На микротвердость исследовались поперечные шлифы образцов, отобранных между выступами и на выступе паллеты. Производилось 10 замеров по ширине на расстоянии 250 мкм от края заготовки, примерно через каждые 25 мкм. Измерения проводились на половине толщины заготовки (рис.3).

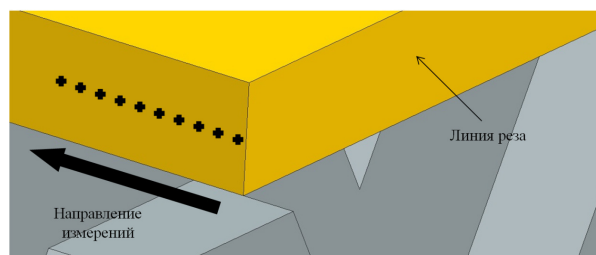


Рис.3. Схема измерений хим. состава и микротвердости образцов между выступами и на выступе паллеты

Fig.3. Scheme of measuring the chemical composition and microhardness of samples between the pins and on the pallet

Химический анализ проводился на сканирующем электронном микроскопе Phenom Pro X G5 (Phenom-World, Нидерланды) с энергодисперсионной приставкой. Измерения проводились также по ширине, примерно через каждые 20 мкм. Здесь и далее исследовались поперечные шлифы образцов, отобранных на выступе и между выступами паллеты. Фиксировалось содержание магния в весовых процентах.

Анализ микроструктуры материала осуществлялся на оптическом микроскопе Zeiss Axio Vert.A1 (Carl Zeiss, Германия) при увеличении 1000х. Предварительно шлифы подвергали травлению в растворе Келлера ( $\text{HNO}_3$  – 2,5 см<sup>3</sup>,  $\text{HCl}$  – 1,5 см<sup>3</sup>,  $\text{HF}$  – 1,0 см<sup>3</sup>,  $\text{H}_2\text{O}$  – 95 см<sup>3</sup>) в течение 2-4 минут.

Для изучения поведения заготовок, полученных лазерным раскроем, в процессе холодной листовой штамповки применяли технологическую пробу на изгиб. При изгибе плоской заготовки на ее наружной поверхности возникают растягивающие напряжения, которые вызывают образование трещин. По наличию трещин на кромке заготовки можно судить о деформационных возможностях материала в этой зоне. На рис.4 представлена инструментальная оснастка для гибки образцов с размерами 20x40 мм на угол 60°. Радиус скругления пуансона и матрицы 2,5 и 4 мм соответственно.





**Рис.4.** Оснастка для проведения технологической пробы на изгиб

**Fig.4.** Equipment for carrying out a technological bending test

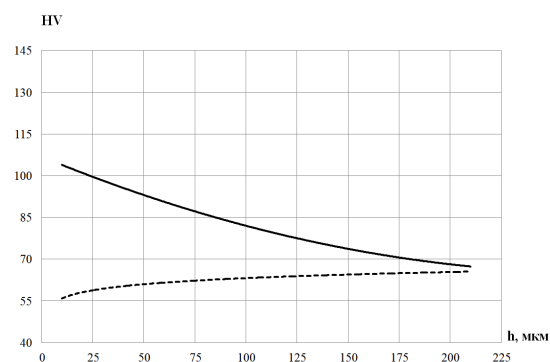
Для реализации процесса гибки использовался ручной механический пресс. Для осмотра края образцов на наличие трещин использовался оптический микроскоп Zeiss Axio Vert.A1 (Zeiss, Германия) при увеличении  $\times 100$ .

### Результаты и их обсуждение

Результаты исследования распределения микротвердости от кромки реза вглубь образца представлены на рис.5. Из графика следует, что значения микротвердости в зоне над выступами на кромке примерно на 50 % меньше, чем в зоне между выступами. По мере движения вглубь образца разница снижается и на глубине больше 250 мкм значения становятся практически одинаковыми и равными микротвердости материала основы. Это может свидетельствовать о разупрочнении материала, происходящем на выступе паллеты за счет более длительного контакта с жидким металлом. Повышение микротвердости между выступами, по-видимому, связано с эффектом закалывания. В соответствии с литературными данными [19] в сплавах системы Al-Mg с содержанием Mg до 5-6 % образуется фаза  $Al_8Mg_5$ , которая при закалке полностью растворяется в матрице твердого раствора на основе алюминия, что приводит к повышению прочности. Однако, при нагреве и медленном охлаждении происходит образование вторичных выделений фазы  $Al_8Mg_5$ , что соответственно приводит к разупрочнению матрицы.

Результаты исследований химического состава представлены на рис.6. Из графика следует, что содержание магния почти в два раза ниже в зоне над выступами, чем в зоне между выступами. Скорее всего, это вызвано как образо-

ванием выделений фазы  $Al_8Mg_5$ , так и частичным «выгоранием» магния при высоких температурах, так как температура кипения алюминия составляет  $2519^\circ$ , а у магния  $1100^\circ$ . В зоне между выступами, содержание Mg соответствует материалу основы.

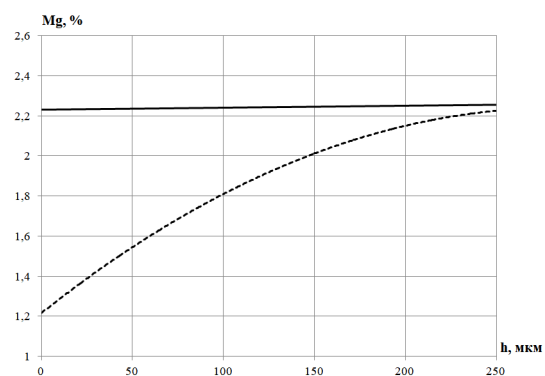


**Рис.5.** Распределение микротвердости по ширине образца от кромки вглубь:

— — между выступами; --- — на выступе паллет

**Fig.5.** Distribution of microhardness along the width of the sample from the edge into the depth:

— — between the ledges; --- — on the ledge of the pallet



**Рис.6.** Распределение содержания Mg от кромки вглубь образца:

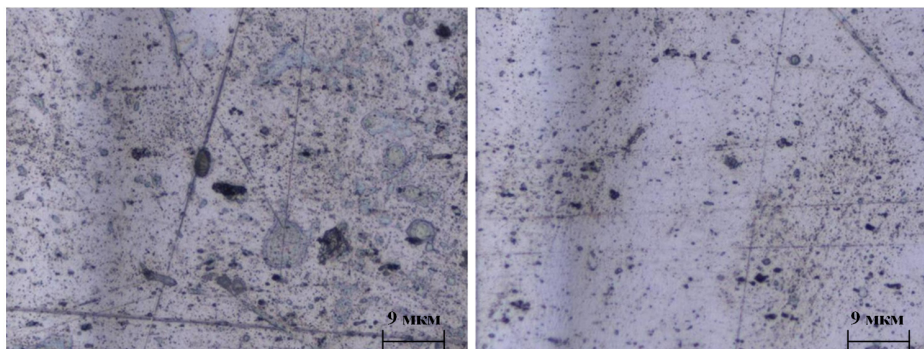
— — между выступами; --- — на выступе паллет

**Fig.6.** Distribution of Mg content from the edge deep into the sample:

— — between the ledges; --- — on the ledge of the pallet

Анализ микроструктуры образца, отобранного на выступе паллеты, показывает, что в поверхностных слоях размеры включений интерметаллидов больше, чем в глубине (рис.7). Это свидетельствует об их коагуляции и образовании вторичных выделений фазы  $Al_8Mg_5$ , что как уже было упомянуто ранее, может быть вызвано дополнительным нагревом и более длительным контактом с жидким металлом, что согласуется с данными полученными при замере микротвердости и химического состава.

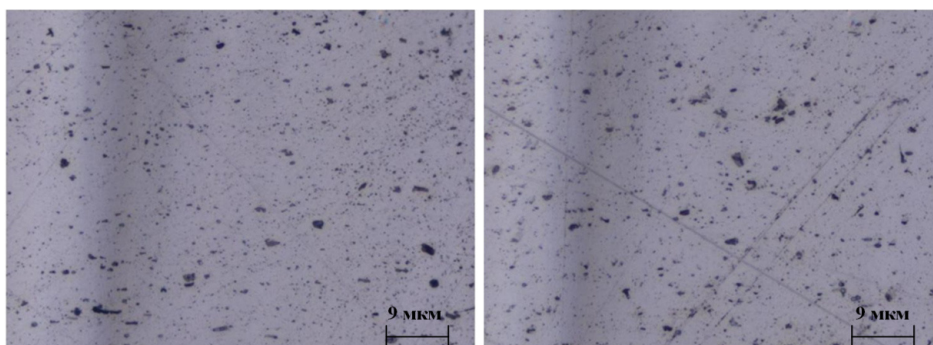
Микроструктура материала после удаления дефектного слоя практически не отличается на поверхности и в глубине образца (рис.8).



а) б)

**Рис.7.** Микроструктура образца сплава АМг2 отобранного на выступе паллеты:  
а – поверхностный слой, б – на глубине 0,5 мм

**Fig.7.** Microstructure of the AMg2 alloy sample selected on the pallet ledge:  
a – surface layer, b – at a depth of 0.5 mm



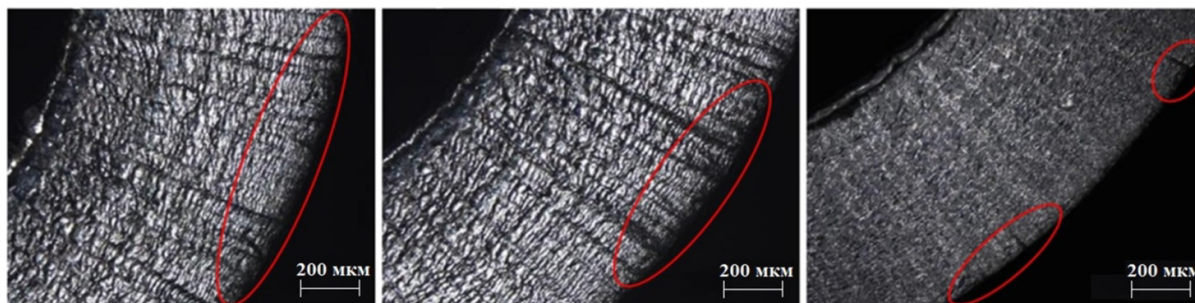
а) б)

**Рис.8.** Микроструктура образца сплава АМг2 после механической обработки кромок:  
а – поверхностный слой, б – на глубине 0,5 мм

**Fig.8.** Microstructure of the AMg2 alloy sample after edge machining:  
a – surface layer, b – at a depth of 0.5 mm

Образцы после технологической пробы на изгиб представлены на рис.9. Наибольшее количество трещин наблюдается в случаегиба образца с резом между выступами паллеты. В

случае реза над выступом трещин меньше. После снятия дефектного слоя трещины не обнаруживаются, что подтверждает результаты предыдущих исследований [20-21].



а) б) в)

**Рис.9.** Образцы с после гибки: образец, отобранный на выступе паллеты (а); образец, отобранный между выступами (б); образец после фрезерования (в)

**Fig.9.** Samples c after bending: the sample selected on the ledge of the pallet (a); the sample selected between the ledges (b); sample after milling (c)

## Выводы

Свойства материала в зоне реза над выступом паллеты и между выступами существенно отличаются. Значения микротвердости в зоне над выступами паллеты на краю примерно на 50 % меньше, чем в зоне между выступами. По мере движения вглубь образца разница уменьшается. Содержание магния почти в два раза ниже в зоне над выступами, чем между выступами. В поверхностных слоях заготовки в зоне над выступами размеры включений по величине больше, чем в глубине. Это вызвано дополнительным закаливанием металла заготовки находящегося между выступами, и более длительным контактом с ванной жидкого металла из-за затруднения его удаления при резке на выступе паллеты.

С одной стороны, более пластичный материал на кромке является как бы плакирующим слоем, защищающим от разрушения при дальнейшей обработке. С другой стороны, изменение свойств может оказать негативное влияние на эксплуатационные свойства конечного изделия.

Удаление дефектного слоя методом фрезерования на глубину 0,5 мм нивелирует разницу свойств металла в зоне над выступом паллеты, между выступами и в глубине.

Для снижения влияния положения заготовки при лазерном раскрое целесообразно назначать минимальную длину выступа на паллете, но при этом исключая образование рисков при перемещении листа, его установке и снятии с паллеты. Для выравнивания влияния выступа на паллете при резке вдоль и поперек выступов целесообразно длину выступа на паллете назначать равной толщине листа, из которого изготовлена паллета, в случае плоской вершины. Для облегчения удаления жидкого металла верхнюю часть выступа желательно выполнять по радиусу.

## Список литературы

1. Григорьянц А.Г. Основы лазерной обработки материалов. М.: Машиностроение, 1989. 304 с.
2. Мурзин С.П., Осетров Е.Л., Трегуб Н.В., Малов С.А., Никифоров А.М., Трегуб В.И. Повышение пластичности алюминиевого сплава АМГ6 воздействием лазерного излучения // Известия Самарского научного центра Российской

ской академии наук. 2010. Т. 12, № 4. С. 178–181.

3. Майоров В.С., Майоров С.В., Хоменко М.Д., Гришаев Р.В. Остаточные деформации и дефекты при лазерной резке // Сб. трудов Института проблем лазерных и информационных технологий РАН. Шатура, 2014. С. 56–64.

4. Амитан Г.Л., Байсупов И.А., Барон Ю.М. Справочник по электрохимическим и электрофизическим методам обработки: Под общ. ред. В. А. Волосатова. Л.: Машиностроение. Ленингр. отд-ние, 1988. 126 с.

5. Bogodukhov S., Kozik E., Svidenko E., Ovechkin M. Effect of Laser Hardening on Operational Properties of Single-Carbide Hard Alloys // Lecture Notes in Networks and Systems. 2023. V. 509. P. 805–812.

6. Ullah S., Li, X. Guo G., Rodríguez A.R., Li D., Du J., Cui L., Wei L. Energy efficiency and cut-quality improvement during fiber laser cutting of aluminum alloy in the different hardened conditions // Materials Today Communications. 2022. V. 33. P. 104236.

7. Morimoto K., Yagi A., Kai N., Okamoto Y., Okada, A., Ishiguro H., Ito R., Sugiyama A., Okawa H. Fiber laser cutting of steel materials with twin spot beam-twin spot setting in kerf width direction // Journal of Laser Applications. 2022. V. 34, N 4. P. 042009.

8. Абраимов Н.В., Елисеев Ю.С., Крымов В.В. Авиационное материаловедение и технология обработки металлов. М.: Высш. шк., 1998. 444 с.

9. Levichev N., Rodrigues G.C., Duflou J.R. Real-time monitoring of fiber laser cutting of thick plates by means of photodiodes // Procedia CIRP. 2020. V. 94. P. 499–504.

10. He Y., Xie H., Ge Y., Lin Y., Yao Z., Wang B., Jin M., Liu J., Chen X., Sun Y. Laser Cutting Technologies and Corresponding Pollution Control Strategy // Processes. 2022. V. 10, N 4. P. 732.

11. Блинков В.В., Макашов А. Моделирование процесса лазерной резки металлов с неактивным вспомогательным газом // В сборнике трудов Международной конференции «Промышленный лазер и лазерное применение». 1995. С. 250–255.

12. Новиков И.И., Золоторевский В.С., Портной В.К. Металловедение: В 2 т. Т.1: Основы металловедения. М.: Издательский дом МИСиС, 2009. 496 с.

13. Гречников Ф.В., Горшков Ю.С., Мишин А.М. Исследование влияния способа раскроя листовой алюминиевой заготовки на трещинообразование при холодной листовой штамповке // Известия Самарского научного центра РАН. 2015. Т. 17. С.454–457.

14. Nagasaka A., Kubota Y., Sugimoto K., Mio A., Hojo T., Makii K., Kawajiri M., Kitayama M. Effect of YAG laser cutting on stretch-flangeability of ultra high strength TRIP sheet steel with bainitic ferrite matrix // ISIJ International. 2010. V. 50. N 10. P. 1441–1446.

15. Thomas D.J. The effect of laser cutting parameters on the formability of complex phase steel // International Journal of Advanced Manufacturing Technology. 2012. V. 64. P. 9–12.

16. Miraoui I., Boujelbene M., Zaied M. High-power laser cutting of steel plates: Heat affected zone analysis // Advances in Material Science and Engineering. 2016. P. 1242565.

17. Chatterjee B., Mandal K. K., Kuar A. S., Mitra S. Parametric study of heat affected zone (HAZ) width in laser micro-drilling of copper sheet // ELK Asia Pacific Journals. 2016. Spec. Iss. 978-81-930411-8-5.

18. Костенко А.И. Микроструктурный анализ зоны термического влияния после лазерной резки образцов листовых материалов и их механические характеристики // Открытые информационные и компьютерные интегрированные технологии. 2010. Т. 46. С. 114–127.

19. Белов Н.А. Фазовый состав промышленных и перспективных алюминиевых сплавов: монография. Москва: Изд. Дом МИСиС, 2010. 511 с.

20. Gorshkov Y.S., Erisov Y.A., Petrov I.N. etc. Effect of the Heat-Affected Zone Formed during Laser Cutting on the Bending of an Aluminum Alloy Workpiece // Russian Metallurgy (Metally). 2021. V. 10. P. 1304–1308.

21. Горшков Ю.С., Ерисов Я.А., Петров И.Н. и др. Влияние зоны термического воздействия, образующейся при лазерном раскрое, на процесс гибки заготовки из алюминиевого сплава // Деформация и разрушение материалов. 2021. № 1. С. 24–28.

#### Информация об авторах

Я. А. Ерисов – доктор технических наук, доцент, профессор кафедры обработки металлов давлением Самарского университета.

В. В. Африкантов – генеральный директор ООО «Мехта».

Ю. С. Горшков – кандидат технических наук, доцент, доцент кафедры обработки металлов давлением Самарского университета.

В. А. Разживин – инженер кафедры обработки металлов давлением Самарского университета.

#### References

1. Grigoryants, A. G. (1989). Fundamentals of laser processing of materials. M.: Mechanical Engineering. P. 304. (In Russ.).

2. Murzin, S. P., Osetrov, E. L., Tregub, N. V., Malov, S. A., Nikiforov, A. M. & Tregub, V. I. (2010). Increasing the plasticity of aluminum alloy AMG6 by laser radiation. *Izvestia. Samara Scientific Center of the Russian Academy of Sciences*, 12(4), 178–181. (In Russ.).

3. Mayorov, V. S., Mayorov, S. V., Khomenko, M. D. & Grishaev, R. V. (2014). Residual deformations and defects in laser cutting. *Proceedings of the Institute of Problems of Laser and Information Technologies of the Russian Academy of Sciences*, Shatura, P. 56–64. (In Russ.).

4. Amitan, G. L., Baysupov, I. A. & Baron, Yu. M. (1988). Handbook of electrochemical and electrophysical processing methods: Under the general editorship of V. A. Volosatov. L.: Mechanical engineering. Leningr. otd-nie. P. 126. (In Russ.).

5. Bogodukhov, S., Kozik, E., Svidenko, E. & Ovechkin, M. (2023). Effect of Laser Hardening on Operational Properties of Single-Carbide Hard Alloys. *Lecture Notes in Networks and Systems*, 509, 805–812.

6. Ullah, S., Li, X., Guo, G., Rodríguez, A. R., Li, D., Du, J., Cui, L. & Wei, L. (2022). Energy efficiency and cut-quality improvement during fiber laser cutting of aluminum alloy in the different hardened conditions. *Materials Today Communications*, 33, 104236.

7. Morimoto, K., Yagi, A., Kai, N., Okamoto, Y., Okada, A., Ishiguro, H., Ito, R., Sugiyama, A. & Okawa, H. (2022). Fiber laser cutting of steel materials with twin spot beam-twin spot setting in kerf width direction. *Journal of Laser Applications*, 34(4), 042009.

8. Abramov, N. V., Eliseev, Yu. S. & Krymov, V. V. Aviation (1998). Materials science and technology of metal processing. Moscow: Higher School. P. 444. (In Russ.).

9. Levichev, N., Rodrigues, G. C. & Dufloy, J. R. (2020). Real-time monitoring of fiber laser cut-

ting of thick plates by means of photodiodes. *Proceedia CIRP*, 94, 499–504.

10. He, Y., Xie, H., Ge, Y., Lin, Y., Yao, Z., Wang, B., Jin, M., Liu, J., Chen, X. & Sun, Y. (2022). Laser Cutting Technologies and Corresponding Pollution Control Strategy. *Processes*, 10(4), 732.

11. Blinkov, V. & Makashov, A. (1995). Simulation of the process of laser cutting of metals with inactive auxiliary gas. *Proceedings of the International Conference on Industrial Laser and Laser Application*, 250–255. (In Russ.).

12. Novikov, I. I., Zolotarevsky, V. S. & Portnoy, V. K. (2009). *Metallovedenie*. Moscow: Publishing House MISIS. P. 496. (In Russ.).

13. Grechnikov, F. V., Gorshkov, Yu. S. & Mishin, A. M. (2015). Investigation of the effect of the method of cutting aluminum sheet billet on cracking during cold sheet stamping. *Proceedings of the Samara Scientific Center of the Russian Academy of Sciences*, 17, 454–457. (In Russ.).

14. Nagasaka, A., Kubota, Y., Sugimoto, K., Mio, A., Hojo, T., Makii, K., Kawajiri, M. & Kitayama, M. (2010). Effect of YAG laser cutting on stretch-flangeability of ultra high strength TRIP sheet steel with bainitic ferrite matrix. *ISIJ International*, 50(10), 1441–1446.

15. Thomas, D. J. (2012). The effect of laser cutting parameters on the formability of complex phase steel. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 64, 9–12.

16. Miraoui, I., Boujelbene, M. & Zaied, M. (2016). High-power laser cutting of steel plates: Heat affected zone analysis. *Advances in Material Science and Engineering*, 1242565.

17. Chatterjee, B., Mandal, K. K., Kuar, A. S. & Mitra, S. (2016). Parametric study of heat affected zone (HAZ) width in laser micro-drilling of

copper sheet. *ELK Asia Pacific Journals*, 978-81-930411-8-5.

18. Kostenko, A. I. (2010). Microstructural analysis of the zone of thermal influence after laser cutting of samples of sheet materials and their mechanical characteristics. *Open information and computer integrated technologies*, 46, 114–127. (In Russ.).

19. Belov, N. A. (2010). Phase composition of industrial and promising aluminum alloys: monograph. Moscow: Ed. House of MISIS. P. 511. (In Russ.).

20. Gorshkov, Y. S., Erisov, Ya. A. & Petrov, I. N. et al. (2021). Effect of the Heat-Affected Zone Formed during Laser Cutting on the Bending of an Aluminum Alloy Workpiece. *Russian Metallurgy (Metallically)*, 10, 1304–1308.

21. Gorshkov, Yu. S., Erisov, Ya. A. & Petrov, I. N. et al. (2021). The influence of the thermal impact zone formed during laser cutting on the bending process of the aluminum alloy workpiece. *Deformation and destruction of materials*, 1, 24–28. (In Russ.).

#### Information about the authors

Ya. A. Erisov – Doctor of Technical Sciences, Associate Professor, Professor of the Department of Metal Processing by Pressure of Samara University.

V. V. Afrikantov – General Director of LLC «Mehta».

Yu. S. Gorshkov – Candidate of Technical Sciences, Associate Professor, Associate Professor of the Department of Metal Processing by Pressure of Samara University.

V. A. Razzhivin – Engineer of the Department of Metal Processing by Pressure of Samara University.

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.  
The authors declare that there is no conflict of interest.

Статья поступила в редакцию 08.06.2023; одобрена после рецензирования 04.07.2023; принята к публикации 15.07.2023.

The article was received by the editorial board on 08 June 23; approved after reviewing 04 July 23; accepted for publication 15 July 23.

Научная статья

2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов (технические науки)

УДК 533.924

doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.013

**ИЗМЕНЕНИЕ ШЕРОХОВАТОСТИ И МИКРОТВЕРДОСТИ СТАЛИ ШХ15  
ПРИ ОБРАБОТКЕ ИМПУЛЬСНЫМИ ПЛАЗМЕННЫМИ ПОТОКАМИ****Антон Константинович Кутуков<sup>1†</sup>, Антон Александрович Сергеечев<sup>2</sup>,  
Мария Александровна Миллер<sup>3</sup>, Вероника Валерьевна Гапонова<sup>4</sup>**<sup>1, 2, 3, 4</sup> АО «Государственный научный центр Российской Федерации Троицкий институт инновационных и термоядерных исследований», ул. Пушкинских, 12, 108840, Москва, Троицк, Россия<sup>1, 3, 4</sup> НИТУ «Московский институт стали и сплавов», Ленинский пр., 4, 119049, Москва, Россия<sup>1</sup> kutukov@triniti.ru<sup>†</sup>, <https://orcid.org/0009-0005-9737-3405><sup>2</sup> sergeechev@triniti.ru, <https://orcid.org/0009-0007-5220-7408><sup>3</sup> miller@triniti.ru, <https://orcid.org/0009-0002-3920-7968><sup>4</sup> gaponova@triniti.ru, <https://orcid.org/0009-0000-9191-5174>

**Аннотация.** В современной промышленности существует необходимость модификации поверхностных слоев составных частей подшипников, выполненных из стали ШХ15, для увеличения их ресурса работы. Такой эффект достигается за счет повышения микротвердости. На данный момент активно изучается метод обработки импульсными плазменными потоками (ИПП). Ограничением применимости ИПП в отношении подшипниковой стали является высокие требования к шероховатости поверхности изготавливаемых изделий. В настоящей работе исследовалось влияние режимов при обработке ИПП с различной тепловой нагрузкой и количеством импульсов на шероховатость и микротвердость стали ШХ15. Целью было определение оптимальных параметров обработки, позволяющих получить сочетание наибольшего упрочнения при наименьшем изменении шероховатости. Согласно полученным результатам, после ИПП обработки при определенных параметрах удастся добиться повышения микротвердости в 4 раза. Кроме того, при достижении порога плавления шероховатость образца резко возрастает. Также проведен ряд экспериментов по определению влияния числа импульсов на изучаемые характеристики. В ходе облучения ШХ15 несколькими импульсами выяснено, что увеличение количества воздействий на материал провоцирует уменьшение микротвердости ввиду изменения количественного соотношения фаз. Показатель шероховатости изменяется в пределах 10–40 %, при этом колебания значений происходят хаотично.

**Ключевые слова:** подшипниковая сталь, упрочнение материалов, обработка импульсными плазменными потоками, микротвердость, шероховатость.

**Благодарности:** Работа выполнена в рамках государственного контракта с ГК «Росатом» от 25.08.2022 № Н.4ф.241.09.22.1120.

**Для цитирования:** Кутуков А.К., Сергеечев А.А., Миллер М.А., Гапонова В.В. Изменение шероховатости и микротвердости стали ШХ15 при обработке импульсными плазменными потоками // *Фундаментальные проблемы современного материаловедения*. 2023. Т. 20, № 3. С. 398–405. doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.013.

Original article

**ROUGHNESS AND MICROHARDNESS CHANGES OF STEEL SHKH15 AFTER PULSED  
PLASMA FLOWS TREATMENT****Anton K. Kutukov<sup>1†</sup>, Anton A. Sergeechev<sup>2</sup>, Maria A. Miller<sup>3</sup>, Veronika V. Gaponova<sup>4</sup>**<sup>1, 2, 3, 4</sup> JSC «State Research Center of the Russian Federation Troitsk Institute for Innovation and Fusion Research», Pushkovs Str., 12, Moscow, Troitsk, 108840, Russia<sup>1, 3, 4</sup> NUST «Moscow Institute of Steel and Alloys», Leninsky Pr., 4, Moscow, 119049, Russia<sup>1</sup> kutukov@triniti.ru<sup>†</sup>, <https://orcid.org/0009-0005-9737-3405>

<sup>2</sup> sergeechev@triniti.ru, <https://orcid.org/0009-0007-5220-7408>

<sup>3</sup> miller@triniti.ru, <https://orcid.org/0009-0002-3920-7968>

<sup>4</sup> gaponova@triniti.ru, <https://orcid.org/0009-0000-9191-5174>

**Abstract.** In modern industry, there is a need to modify the surface layers of bearing components made of ShKh15 to increase their service life. This effect is achieved by increasing the microhardness. Currently, the method of pulsed plasma flows (PPF) treatment is being actively studied. The limitation of PPF applicability in relation to bearing steel is the high requirements for the surface roughness of manufactured products. In this work, we studied the influence of PPF treatment modes on roughness and microhardness of ShKh15 steel by changing thermal load and number of pulses. The goal was to determine the optimal processing parameters allowing to obtain a combination of the highest hardening with the least change in roughness. According to the results, after PPF processing under certain parameters, it is possible to achieve 4-fold increase in microhardness. In addition, when the melting threshold is reached, samples roughness sharply rises. A number of experiments were also carried out to determine the influence of the number of pulses on the studied characteristics. During the ShKh15 irradiation with several pulses, it was found out that an increase in the number of impacts on the material provokes a decrease in microhardness due to a change in the quantitative ratio of the phases. The roughness index varies within 10-40 %, while fluctuations in values occur chaotically.

**Keywords:** bearing steel, material hardening, pulsed plasma flows treatment, microhardness, roughness.

**Acknowledgements:** The work is carried out within the framework of the state contract with the State Corporation «Rosatom» dated August 25, 2022 No. N.4f.241.09.22.1120.

**For citation:** Kutukov, A. K., Sergeechev, A. A., Miller, M. A. & Gaponova, V. V. (2023). Roughness and microhardness changes of steel ShKh15 after pulsed plasma flows treatment. *Fundamental'nye problemy sovremennogo materialovedeniya (Basic Problems of Material Science (BPMS))*, 20(3), 398–405. (In Russ.). doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.013.

## Введение

Во многих конструкциях применяются компоненты, выполненные из конструкционной стали ШХ15 [1]. Основное направление использования данной марки – составные части подшипников: внешние и внутренние кольца и тела качения в виде шариков и роликов. Главная функция подшипника – обеспечивать вращение с наименьшим сопротивлением, передавая нагрузку от подвижного узла на другие части конструкции. Подшипники подвергаются абразивному изнашиванию, приводящему к выводу из строя всего изделия. Повышенная микротвердость позволяет уменьшить степень износа рабочих тел и поверхностей, что продлевает ресурс работы изделия. При этом для корректной работы данного сборного узла требуется точное соблюдение норм шероховатости поверхности [2]. Поэтому при улучшении эксплуатационных характеристик стали важно учитывать роль шероховатости поверхности.

Сегодня для упрочнения стали ШХ15 используется термическая обработка (ТО) – отжиг, закалка и отпуск. Также применяются комбинации методов, такие как термохимическая (ТХО) и термомеханическая (ТМО) обработка. Указанные методы позволяют увеличивать микротвердость стали в 2-3 раза [3-5]. Кроме того, после закалки ввиду действия сильных остаточных напряжений часто возни-

кает коробление изделий. Похожий эффект наблюдается и в случае ТХО [6]. Также серьезным недостатком перечисленных видов обработки является их многостадийность, что делает процесс улучшения характеристик материала трудоемким и энергозатратным, а иногда и вовсе нецелесообразным.

Современными и более эффективными способами увеличения срока эксплуатации детали являются методы упрочнения поверхностного слоя изделия. Одним из наиболее перспективных видов обработки является воздействие на поверхность материала импульсными потоками плазмы (ИПП). Наряду с другими способами упрочнения концентрированными потоками энергии, в зависимости от режима обработки ИПП может наблюдаться изменение шероховатости [7-9]. В связи с этим целесообразно упрочнять только при режимах, которые позволяют получать шероховатость в допустимых диапазонах, установленных ГОСТ [2].

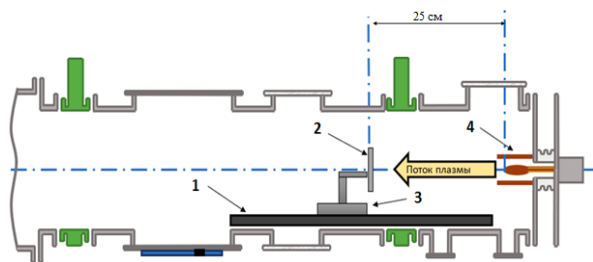
Целью данной исследовательской работы было определение оптимальных режимов обработки для максимального упрочнения ШХ15 при минимальном изменении шероховатости.

## Методика

Обработка ИПП стали ШХ15 осуществлялась на квазистационарном плазменном ускорителе (КСПУ) [10]. Ускоритель формирует ак-

сиальные импульсные потоки плазмы, бомбардирующие материал. Установка позволяет производить сверхбыструю нагрев материалов (закалку) при задаваемых условиях – режиме обработки. Режим обработки материалов на КСПУ складывается из выбора рабочего газа, напряжения зарядки конденсаторных батарей ( $U$ , кВ), а также длительности импульса ( $t$ , мс).

Процесс обработки на КСПУ заключается в следующем (рис.1). В вакуумной камере располагается мишень с обрабатываемым стальным образцом. Мишень закреплена на рейтере таким образом, чтобы образец располагается на оси плазменного потока. Плоскость мишени перпендикулярна падающему плазменному потоку. Рейтер, в свою очередь, фиксируется на рельсе на расстоянии 25 см от плазменного ускорителя. При фиксированной  $t = 1$  мс изменялось значение  $U$  от 1,4 до 1,75 кВ, выбранный плазмообразующий газ – гелий. Также варьировалось количество импульсов  $N$ : от 1 до 15. Выбранное расстояние между мишенью и плазменным ускорителем составляло 25 см.



**Рис.1.** Схема обработки образцов ИПП на установке КСПУ [7]: 1 – рельс; 2 – мишень с образцом; 3 – рейтер; 4 – электроды ускорителя

**Fig.1.** Scheme of processing PPF samples at the QSPA facility [7]: 1 – rail; 2 – target with a sample; 3 – rider; 4 – accelerator electrodes

Вышеперечисленные параметры оказывают влияние на ключевую характеристику обработки – плотность энергии, поглощенной материалом ( $Q$ , Дж/см<sup>2</sup>), при которой достигается определенная температура нагрева (закалки) поверхности. С целью измерения поглощаемой тепловой нагрузки была проведена калориметрия. В результате варьирования вышеупомянутых параметров в ходе эксперимента было определено, что  $Q$  находится в диапазоне от 10 до 65 Дж/см<sup>2</sup>. Значения  $Q$  определены на основе данных термо-ЭДС, полученных с хромель-алюмелевой термопары. В таблице 1 приведены значения температуры нагрева поверхности, рассчитанные, исходя из поглощенной тепловой нагрузки.

**Таблица 1.** Температура поверхности образцов, соответствующая различным значениям тепловой нагрузки

**Table 1.** Sample surface temperature corresponding to different values of thermal load

Тепловая нагрузка $Q$ , Дж/см <sup>2</sup> ± 10 %	Температура поверхности $T$ , °С
10	292-355
20	580-707
30	866-1058
40	1153-1400
50	1440-1750
65	1888-2300

Исследование влияния режима обработки на шероховатость проводилось по профилям шероховатости, полученным бесконтактным методом на конфокальном микроскопе. Основным параметром, выбранным для оценки шероховатости, является среднее арифметическое отклонение профиля –  $R_a$ . В данной работе использовалось относительное изменение шероховатости  $\delta_{III}$ , рассчитанное по формуле:

$$\delta_{III} = \frac{R_a^1 - R_a^0}{R_a^0} \cdot 100\%, \quad (1)$$

где  $R_a^0$  – среднее арифметическое отклонение профиля исходного образца, мкм;  $R_a^1$  – среднее арифметическое отклонение профиля облученного образца мкм.

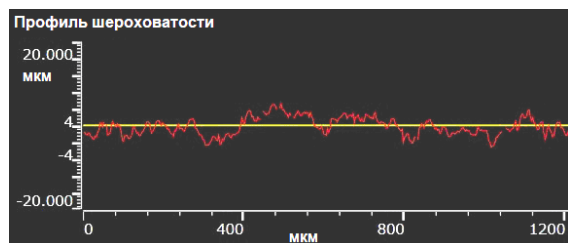
Измерение микротвердости проводилось методом Виккерса (нагрузка 50 г), исследование топографии осуществлялось с помощью сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). Также проведен рентгенофазовый анализ (РФА) образцов до и после облучения (излучение  $Co-K_{\alpha}$ ).

## Обсуждение результатов

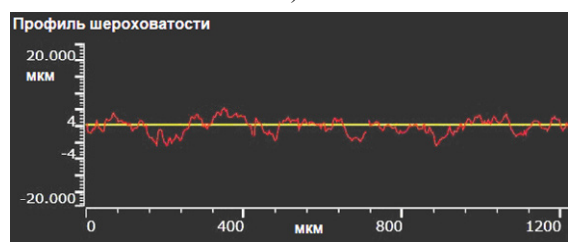
На рис.2 представлены профили шероховатости для образцов до и после обработки. Полученные результаты сведены в график на рис.3. В зависимости от достигаемой температуры поверхности происходят изменения амплитуды распределения высот и характера профиля. Так, при  $Q < 40$  Дж/см<sup>2</sup> (рис.3б), профилограмма практически не отличается от исходной, визуально на образцах наблюдаются цвета побежалости. При повышении тепловой нагрузки до 40-50 Дж/см<sup>2</sup> наблюдается сглаживание профиля: шероховатость уменьшается с 0,96 мкм до 0,84 мкм (рис.3). После достижения порога плавления ( $Q = 50$  Дж/см<sup>2</sup>) характер профиля изменяется на волнообразный, а ам-



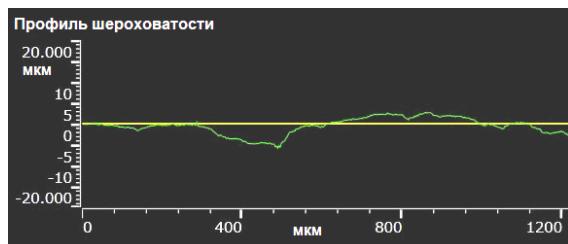
плитуда распределения высот растет (рис.2г). В работе [12] были исследованы механизмы наблюдаемого явления. Авторы пришли к выводу, что развитие волнообразного рельефа происходит в результате оплавления верхних слоев и их смещения под действием потоков плазмы.



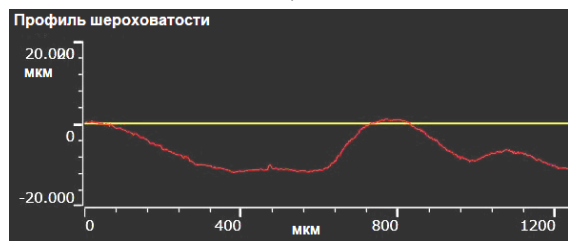
а)



б)



в)



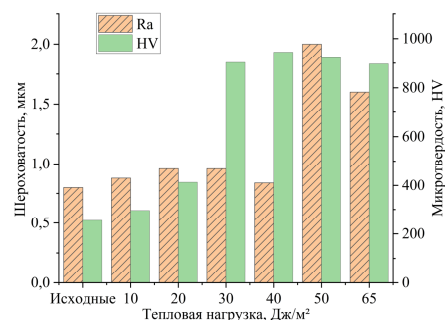
г)

**Рис.2.** Профилограммы образцов, облученных гелиевой плазмой: а – до обработки; б –  $Q < 40$  Дж/см<sup>2</sup>; в –  $Q = 40-50$  Дж/см<sup>2</sup>; г –  $Q > 50$  Дж/см<sup>2</sup>

**Fig.2.** Profile diagrams of samples irradiated with helium plasma: а – before treatment; б –  $Q < 40$  J/cm<sup>2</sup>; в –  $Q = 40-50$  J/cm<sup>2</sup>; г –  $Q > 50$  J/cm<sup>2</sup>

В ходе обработки ИПП изменяется фазовый состав стали, который оказывает влияние на конечную микротвердость образцов. Дифракционные спектры образцов представлены на рис.4. На рентгенограмме исходного образца установлено преобладание  $\alpha$ -фазы (рис.4а). При  $Q = 10$  Дж/см<sup>2</sup> на полученных дифрактограм-

мах (рис.4б) наблюдается увеличение интенсивности пиков. Учитывая температуру поверхности при данной тепловой нагрузке, можно предположить, что причиной указанного изменения являются процессы возврата.



**Рис.3.** Зависимость микротвердости и шероховатости образцов от количества поглощенной энергии для гелиевой плазмы

**Fig.3.** Dependence of microhardness and roughness of samples on the amount of absorbed energy for helium plasma

В целом при  $Q < 30$  Дж/см<sup>2</sup> протекание предполагаемых процессов отжига и рекристаллизации не приводят к существенному изменению микротвердости. С увеличением количества энергии дифракционные линии, соответствующие данной фазе, становятся менее интенсивными и при  $Q = 50$  Дж/см<sup>2</sup> некоторые сливаются с фоном. При  $Q = 30$  Дж/см<sup>2</sup> отмечается протекание мартенситного превращения, что отражается в резком скачке микротвердости (рис.3). Кроме того, отмечено образование  $\gamma$ -фазы (остаточного аустенита,  $A_{ост}$ ), пики которого приобретают более выраженный характер. Возможная причина подобных изменений – перераспределение легирующих компонентов в аустените: при повышении температуры поверхности образца происходит активное насыщение аустенитной фазы углеродом (за счет полного растворения карбидов) и другими легирующими компонентами (хром, марганец) [13, 14]. Предположительно происходит понижение  $T$  начала мартенситного превращения и увеличение содержания  $A_{ост}$ . В связи с протеканием данных процессов при обработке стали ШХ15 гелиевой плазмой в диапазоне  $Q$  от 40 до 65 Дж/см<sup>2</sup> значение микротвердости постепенно снижается.

На СЭМ-изображениях (рис.5) отчетливо просматривается разница в топографии поверхности образцов, обработанных при режимах до и после плавления. Так, при значениях  $Q < 45$  Дж/см<sup>2</sup> видны следы предобработки (шлифования), тогда как при  $Q > 45$  Дж/см<sup>2</sup> поверхность сглажена, появляются неровности в результате механического воздействия плазмы.

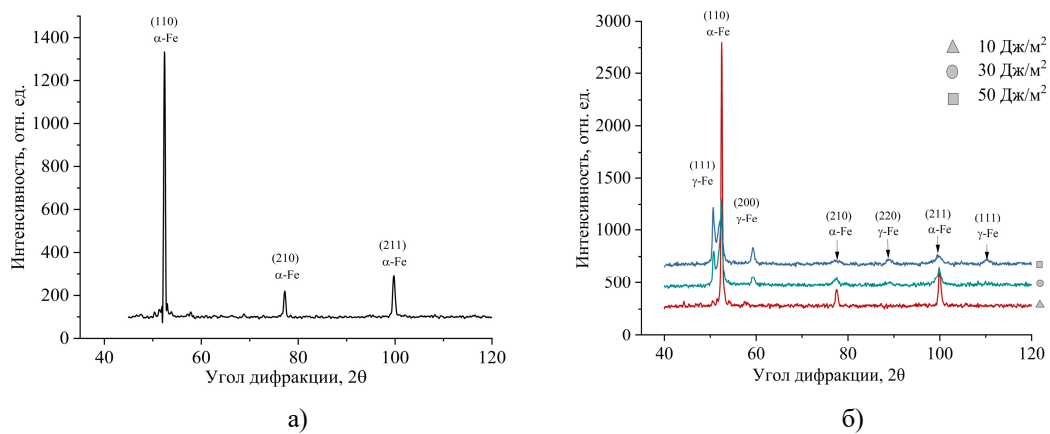


Рис.4. Дифрактограммы исходного (а) и облученных при разных режимах (б) образцов

Fig.4. X-ray diffraction patterns of the original (a) and irradiated under different modes (b) samples

Таким образом, к оптимальным режимам обработки стали ШХ15 следует отнести режимы с наибольшим приростом микротвердости при незначительном изменении шероховатости. В ходе анализа экспериментальных данных было установлено, что при воздействии гелиевой плазмой рекомендуется выбирать параметры, соответствующие поглощенной энергии равной 30-40 Дж/см<sup>2</sup>. При данном значении тепловой нагрузки и длительности импульса температура поверхности достигает примерно 960-1300 °С.

Кроме того, в рамках исследования влияния воздействия ИПП на характеристики стали ШХ15 проведены испытания с различным количеством импульсов. Результаты измерения микротвердости представлены на рис.6. Экспе-

римент осуществлялся при значениях  $Q = 45$  Дж/см<sup>2</sup>, плазмообразующий газ – гелий. В результате выяснено, что при возрастании количества импульсов от 1 до 15 происходит снижение микротвердости в пределах 25 % (от 945 до 700 HV). Согласно полученным результатам, шероховатость при данном режиме хаотично изменяется в пределах от 10 до 40 %. Для установления точной зависимости  $R_a$  от  $N$  требуется произвести ряд дополнительных исследований. Однако из имеющихся данных можно сделать вывод о том, что облучение несколькими импульсами нецелесообразно, так как в ходе увеличения этого параметра отмечается уменьшение микротвердости.

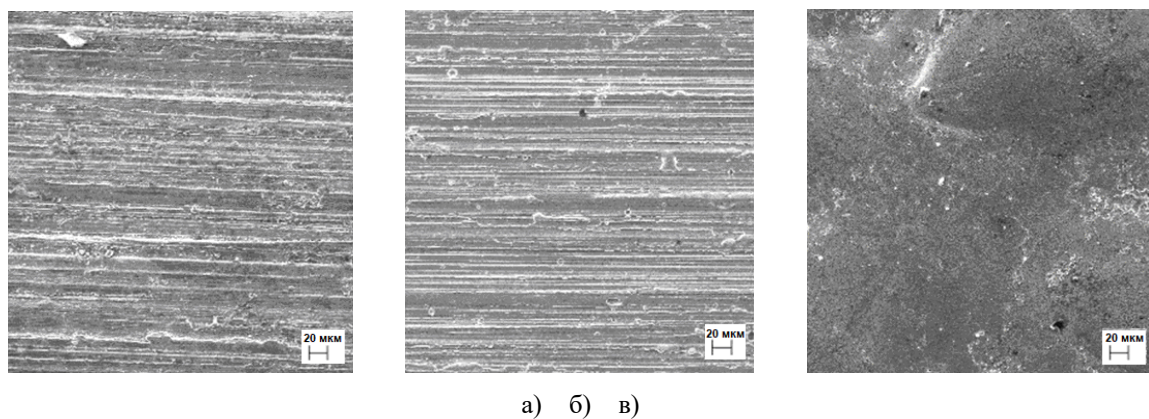


Рис.5. СЭМ-изображения поверхности после обработки ИПП при различных режимах: а –  $Q < 30$  Дж/см<sup>2</sup>; б –  $30 < Q < 45$  Дж/см<sup>2</sup>; в –  $Q > 45$  Дж/см<sup>2</sup>

Fig.5. SEM images of the surface after IPP treatment under different modes: а –  $Q < 30$  J/cm<sup>2</sup>; б –  $30 < Q < 45$  J/cm<sup>2</sup>; в –  $Q > 45$  J/cm<sup>2</sup>

На рис.7 представлены результаты РФА для образцов, облученных различным количеством импульсов (от 1 до 10). Процессы, наблюдаемые при данных режимах обработки, схожи с ранее изложенными для разной тепло-

вой нагрузки. Также отмечается уширение линии и уменьшение интенсивности для всех фаз, вызванное изменением размеров структурных составляющих с увеличением числа импульсов [15]. Наблюдаемая динамика увеличения со-

держания остаточного аустенита может быть объяснена тем, что порционный подвод тепла к поверхности образца обеспечивает стабилизацию  $A_{ост}$  за счет наклепа [16]. Твердость сталей складывается из количества и твердости фазовых составляющих [17]. Увеличение доли остаточного аустенита, обладающего меньшим показателем HV, приводит к снижению общего значения данной характеристики.

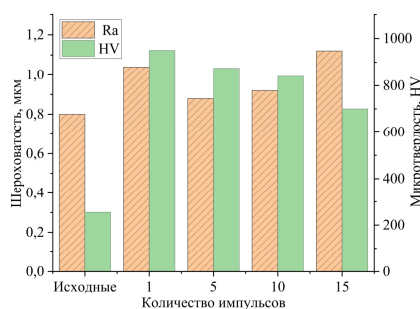


Рис.6. Зависимость микротвердости и шероховатости от количества импульсов гелиевой плазмы

Fig.6. Dependence of microhardness and roughness on the number of helium plasma pulses

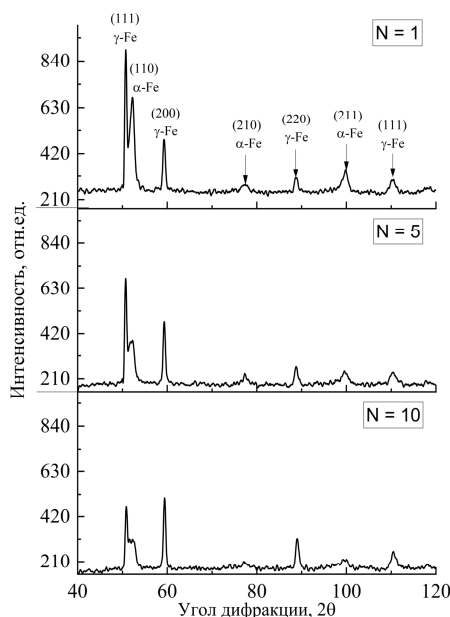


Рис.7. РФА образцов, облученных различным количеством импульсов

Fig.7. XPA of samples irradiated with different number of pulses

Таким образом, предпочтительны режимы с одинарными импульсами, так как в результате обнаруживается увеличение микротвердости модифицированного слоя примерно в 4 раза с увеличением шероховатости до 25 %. Также

полученные результаты указывают на то, что верхний диапазон оптимальных режимов обработки по  $Q$  может быть расширен до 45 Дж/см<sup>2</sup>.

### Заключение

В результате исследования установлено:

- применение ИПП обработки позволяет получать микротвердость порядка 1050 НВ, что в 4 раза больше исходного. При этом увеличение тепловой нагрузки приводит к снижению данного показателя ввиду повышения доли остаточного аустенита в фазовом составе;
- увеличение  $Q$  до 50 Дж/см<sup>2</sup> приводит к резкому росту шероховатости, связанного с движением расплавленных поверхностных слоев под действием плазмы;
- количество импульсов напрямую влияет на микротвердость: за счет стабилизации остаточного аустенита значение данной характеристики снижается с увеличением числа выстрелов;
- варьирование числа импульсов сопровождается хаотичным изменением шероховатости.

Таким образом, в ходе ИПП обработки гелиевой плазмой значительного повышения микротвердости без существенного изменения шероховатости удается достичь при  $Q = 30-45$  Дж/см<sup>2</sup> единичным импульсом. Обработка ИПП при данных режимах может продлить ресурс изделий из конструкционной стали ШХ15, а также расширить возможности в их эксплуатации.

### Список литературы

1. Зубченко А.С. Марочник сталей и сплавов. М.: Машиностроение, 2011. 782 с.
2. ГОСТ 3722-2014. Подшипники качения. Шарика стальные.
3. Водовозова Г.С., Жданов П.А., Ливанова О.В., Филиппов Г.А., Белоусов Г.С. Структура и механические свойства среднеуглеродистой подшипниковой стали // Технология колесных и гусеничных машин. 2013. № 6. С. 45–48.
4. Протасевич В.Ф., Стасевич Г.В., Басалай И.А. Влияние термической обработки на свойства боридного слоя на цементованной малоуглеродистой стали // Металлургия: республиканский межведомственный сборник научных трудов. Минск: БНТУ, 2011. Вып. 33, Ч. 2. С. 161–172.
5. Наседкина Я.И., Караваева М.В., Кайбышев О.А. Влияние комбинированной термо-

механической обработки на структуру и механические свойства высокоуглеродистой подшипниковой стали // Вестник Уфимского государственного авиационного технического университета. 2012. Т. 16, № 5(50). С. 145–148.

6. Малькова Н.Ю. Недостатки процессов и перспективные способы химико-термической обработки // Успехи современного естествознания. 2007. № 12. С. 106–107.

7. Иващенко С.А., Койда С.Г. Влияние ионной обработки на изменение исходной шероховатости поверхности образцов из сплава Д16Т // Наука и техника. 2010. № 5. С. 14–17.

8. Кацуба И.С., Перинская И.В. Влияние лазерной импульсной обработки на шероховатость поверхности хромоникелевой стали // Перспективы развития технологий обработки и оборудования в машиностроении. 2022. С. 83–88.

9. Ковалева М.Г., Прозорова М.С., Арсенко М.Ю., Новиков В.Ю., Вагина О.Н., Мамунин К.Н., Алтухов А.Ю. Структура и износостойкость твердосплавных нанокпозиционных покрытий  $\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-}25\text{NiCr}$  после импульсной плазменной обработки // Физика и технология наноматериалов и структур. 2017. С. 231–237.

10. Коваленко Д.В., Климов Н.С., Житлухин А.М., Музыченко А.Д., Подковыров В.Л., Сафронов В.М., Ярошевская А.Д. Получение потоков аргоновой плазмы и преобразование их энергии в излучение на установке КСПУ-Т для моделирования радиационных нагрузок, характерных для ослабленного срыва ИТЭР // ВАНТ. Сер. Термоядерный синтез. 2014. Т. 37, № 4. С. 39–48.

11. Кутуков А.К., Данилина Н.А., Панин С.Е., Гапонова В.В. Определение оптимальных условий упрочнения импульсными плазменными потоками низколегированных конструкционных сталей с различным содержанием углерода // Упрочняющие технологии и покрытия. 2023. Т. 19, № 1(217). С. 30–35.

12. Мартыненко Ю.В. Эрозия металла при воздействии плазменных потоков, характерных для переходных режимов ИТЭР // В сборнике материалов XVIII конференции «Взаимодействие плазмы с поверхностью». М.: НИЯУ МИФИ, 2015. С. 76–79.

13. Овчинников В.В. Металловедение: учебник. М.: ФОРУМ: ИНФРА-М, 2020. 320 с.

14. Филиппов М.А., Гервасьев М.А., Худорожкова Ю.В., Легчило В.В. Влияние температуры закалки на фазовый состав, структуру и износостойкость стали 150ХНМ // Известия

высших учебных заведений. Черная металлургия. 2015. Т. 56, № 11. С. 55–58.

15. Жукешов А.М., Габдуллина А.Т., Пак А.Т., Амренова А.У. Структурирование поверхности металлов под воздействием импульсных потоков плазмы // Вестник КазНУ. Серия физическая. 2010. № 2. С. 33.

16. Созыкина А.С. Моделирование превращений при аустенитизации и закалке и прогнозирование твердости высокохромистых сталей и чугунов на основе термодинамических и кинетических расчетов: дис. на соискание ученой степени канд. техн. наук. Челябинск, 2018. С. 41–42.

17. Счастливец В.М., Калетина Ю.В., Фокина Е.А., Калетин А.Ю. О роли остаточного аустенита в структуре легированных сталей и влиянии на него внешних воздействий // Физика металлов и металловедение. 2014. Т. 115, № 9. С. 962–962.

#### Информация об авторах

А. К. Кутуков – младший научный сотрудник АО «Государственный научный центр Российской Федерации Троицкий институт инновационных и термоядерных исследований».

А. А. Сергеечев – инженер АО «Государственный научный центр Российской Федерации Троицкий институт инновационных и термоядерных исследований».

М. А. Миллер – инженер АО «Государственный научный центр Российской Федерации Троицкий институт инновационных и термоядерных исследований».

В. В. Гапонова – стажер АО «Государственный научный центр Российской Федерации Троицкий институт инновационных и термоядерных исследований».

#### References

1. Zubchenko, A. S. (2011). Marker of steels and alloys. P. 782. (In Russ.).

2. GOST 3722-2014. Rolling bearings. Steel balls. (In Russ.).

3. Vodovozova, G. S., Belousov, G. S., Filippov, G. A., Livanova, O. V. & Zhdanov, P. A. Structure and mechanical properties of medium-carbon bearing steel. *Technology of wheels and tracked machines*, (6), 45–48. (In Russ.).

4. Protasevich, V. F., Stasevich, G. V. & Basalai, I. A. (2011). Influence of heat treatment on the properties of the boride layer on case-hardened mild steel. *Metallurgy: republican interdepartmental*

- tal collection of scientific papers*, 33(2), 161–172. (In Russ.).
5. Nasedkina, Ya. I., Karavaeva, M. V. & Kaibyshev, O. A. (2012). Influence of combined thermomechanical treatment on the structure and mechanical properties of high-carbon bearing steel. *Bulletin of the Ufa State Aviation Technical University*, 16(5(50)), 145–148. (In Russ.).
6. Malkova, N. Yu. (2007). Disadvantages of processes and promising methods of chemical-thermal treatment. *Successes of modern natural science*, (12), 106–107. (In Russ.).
7. Ivashchenko, S. A. & Koida, S. G. (2010). Influence of ion treatment on the change in the initial surface roughness of samples from D16T alloy. *Science and Technology*, (5), 14–17.
8. Katsuba, I. S. & Perinskaya, I. V. (2022). Influence of laser pulsed processing on the surface roughness of chromonikel steel. *In Prospects for the development of processing technologies and equipment in mechanical engineering*, 83–88. (In Russ.).
9. Kovaleva, M. G., Prozorova, M. S., Arseenko, M. Yu., Novikov, V. Yu., Vagina, O. N., Mamunin, K. N. & Altukhov, A. Yu. (2017). Structure and wear resistance of  $\text{Cr}_3\text{C}_2$ -25NiCr hardalloy nanocomposite coatings after pulsed plasma treatment. *In Physics and Technology of Nanomaterials and Structures*, 231–237. (In Russ.).
10. Kovalenko, D. V., Klimov, N. S., Zhitlukhin, A. M., Muzychenko, A. D., Podkovyrov, V. L., Safronov, V. M., & Yaroshevskaya, A. D. (2014). Obtaining argon plasma flows and converting their energy into radiation at the KSPU-T facility for modeling radiation loads characteristic of a weakened ITER disruption. *VANT. Ser. Thermonuclear Fusion*, 37(4), 39. (In Russ.).
11. Kutukov, A. K., Danilina, N. A., Panin, S. E. & Gaponova, V. V. (2023). Strengthening technologies and coatings. *Reinforcing technologies and coatings*, 19(1), 30–35. (In Russ.).
12. Martynenko, Yu. V. (2015). Eroziya metalla pri vozdeystvii plazmennyykh potokov, kharakternykh dlya perekhodnykh rezhimov ITER. *V sbornike materialov XVIII konferentsii «Vzaimodeystviye plazmy s poverkhnost'yu»*. M.: NIYAU MI-FI. P. 76–79. (In Russ.).
13. Ovchinnikov, V. V. (2020). Metallovedeniye: uchebnik. M.: FORUM: INFRA-M. P. 320. (In Russ.).
14. Filippov, M. A., Gervasiev, M. A., Khudorozhkova, Yu. V., & Legchilo, V. V. (2015). Effect of hardening temperature on the phase composition, structure and wear resistance of 150KhNM steel. News of higher educational institutions. *Ferrous Metallurgy*, 56(11), 55–58. (In Russ.).
15. Zhukeshov, A. M., Gabdullina, A. T., Pak, S. P. & Amrenova, A. U. (2018). Structuring of the metal surface under the influence of pulsed plasma flows. Herald. *Series Physical (VKF)*, 33(2), 8–14. (In Russ.).
16. Sozykina, A. S. (2018). Modelirovaniye prevrashcheniy pri austenitizatsii i zakalke i prognozirovaniye tverdosti vysokokhromistyykh staley i chugunov na osnove termodinamicheskikh i kineticheskikh raschetov: dis. na soiskaniye uchenoy stepeni kand. tekhn. nauk. Chelyabinsk. P. 41–42. (In Russ.).
17. Schastlivtsev, V. M., Kaletina, Yu. V., Fokina, E. A. & Kaletin, A. Yu. (2014). On the role of residual austenite in the structure of alloyed steels and the influence of external influences on it. *Physics of Metals and Metal Science*, 115(9), 962–962. (In Russ.).

#### Information about the authors

A. K. Kutukov – Junior Researcher, JSC «State Research Center of the Russian Federation Troitsk Institute for Innovation and Fusion Research».

A. A. Sergeev – Engineer, JSC «State Research Center of the Russian Federation Troitsk Institute for Innovation and Fusion Research».

M. A. Miller – Engineer, JSC «State Research Center of the Russian Federation Troitsk Institute for Innovation and Fusion Research».

V. V. Gaponova – Trainee, JSC «State Research Center of the Russian Federation Troitsk Institute for Innovation and Fusion Research».

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.  
The authors declare that there is no conflict of interest.

Статья поступила в редакцию 08.06.2023; одобрена после рецензирования 04.07.2023; принята к публикации 15.07.2023.

The article was received by the editorial board on 08 June 23; approved after reviewing 04 July 23; accepted for publication 15 July 23.

Научная статья

2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов (технические науки)

УДК 539.379:538.911

doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.014

## ПОЛУЧЕНИЕ ФРАГМЕНТИРОВАННОЙ СТРУКТУРЫ МИКРО И НАНОУРОВНЯ В ЧИСТОЙ МЕДИ ПОСЛЕ ВОЛОЧЕНИЯ И РКУП

Наталья Владимировна Землякова<sup>1†</sup>, Станислав Олегович Рогачев<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Институт проблем машиностроения РАН – филиал Федерального исследовательского центра «Институт прикладной физики РАН», ул. Белинского, 85, 603024, Нижний Новгород, Россия

<sup>2</sup> НИТУ «Московский институт стали и сплавов», Ленинский пр., 4, 119049, Москва, Россия

<sup>†</sup>serti222@ya.ru, <https://orcid.org/0000-0001-8908-0091>

<sup>2</sup>csaap@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-7769-7748>

**Аннотация.** В настоящее время представляет интерес возможность получения регламентированной субмикроструктуры меди методом равноканального углового прессования (РКУП). В работе показано изменение структуры субзерен чистой меди размером до 600 нм после интенсивной холодной пластической деформации. Цель работы – показать возможность получения микрофрагментов в регламентированной субструктуре меди на всех этапах холодной интенсивной пластической деформации. Для проведения работ был получен прутки технической чистой меди М1 диаметром 20 мм после холодной ( $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) деформации волочением (исходное состояние). Была проведена интенсивная пластическая деформация прутка методом РКУП по маршруту  $Vc$  за 4 и 8 проходов. Изображения субмикроструктуры и электронограмма образцов получены методом просвечивающей электронной микроскопии. В первичных субзернах, полученных после волочения, происходит сначала сдвиг с образованием деформационных дефектов в виде пакета нанодвойников, каждый толщиной 35 нм. Затем уже в объеме образца происходит аккомодационное скольжение, после чего пакеты нанодвойников разрушаются и образуются фрагменты округлой формы размером 100 нм. После четырех проходов РКУП в субзерне диаметром 500 нм были обнаружены фрагментированные микрополосы переориентации шириной от 70 нм и нанофрагменты шириной 20 нм. Отличие субструктуры меди, полученной в ходе интенсивной пластической деформации, состоит в том, что после четырех проходов РКУП присутствуют микрополосы переориентации, а после восьми проходов РКУП в границах и стыках субзерна образовались нанофрагменты диаметром от 35 нм. Микрополосы переориентации формировались под действием дисклинаций, расположенных в стыках и в субзеренных границах субзерна.

**Ключевые слова:** интенсивная холодная пластическая деформация, равноканальное угловое прессование, медь, субзерна, дефекты, дисклинации, полосы переориентации.

**Благодарности:** Работа выполнена в рамках госзадания России на фундаментальные научные исследования на 2021-2023 годы (тема № 0030-2021-0025).

---

**Для цитирования:** Землякова Н.В., Рогачев С.О. Получение фрагментированной структуры микро и наноуровня в чистой меди после волочения и РКУП // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. 2023. Т. 20, № 3. С. 406–413. doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.014.

---

Original article

## OBTAINING FRAGMENTED MICRO AND NANO LEVER STRUCTURE OF THE PURE COPPER AFTER DRAWING AND ECAP

Natalia V. Zemlyakova<sup>1†</sup>, Stanislav O. Rogachev<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Mechanical Engineering Research Institute, Branch of Federal Research Center, Institute of Applied Physics, The Russian Academy of Sciences, Belinsky Str., 85, Nizhny Novgorod, 603024, Russia

<sup>2</sup> NUST «Moscow Institute of Steel and Alloys», Leninsky Pr., 4, Moscow, 119049, Russia

<sup>†</sup>serti222@ya.ru, <https://orcid.org/0000-0001-8908-0091>

<sup>2</sup>csaap@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0001-7769-7748>

**Abstract.** At present, it is of interest to obtain the regulated copper submicrostructure after the equal-channel angular pressing (ECAP) method. The paper shows the change in the structure of subgrains of pure copper up to 600 nm in size after severe cold plastic deformation. The purpose of this work is to show the possibility of obtaining microfragments in a regulated copper substructure at all stages of cold severe plastic deformation. To carry out the study, a bar of commercially pure copper M1 with a diameter of 20 mm was obtained after cold ( $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) deformation by drawing (as delivered). Severe plastic deformation of the rod was carried out by the ECAP method along the route  $Bc$  through 4 and 8 passes. Images of the submicrostructure and electron diffraction patterns of the samples were obtained by transmission electron microscopy. In the primary subgrains obtained after drawing, shear first occurs with the formation of deformation defects in the form of a package of nanotwins, each 35 nm thick. Then, the accommodative slip occurs already in the bulk of the sample, after which the nanotwin packages are destroyed and rounded fragments 100 nm in size are formed. After four passes of ECAP, the fragmented reorientation microbands with a width of 70 nm and nanofragments with a width of 20 nm were found in a subgrain 500 nm in diameter. The difference between the copper substructure obtained during severe plastic deformation is that after four passes of ECAP, the reorientation microbands are present, and after eight passes of ECAP, nanofragments with a diameter of 35 nm or more are formed at the boundaries and joints of the subgrain. The reorientation microbands were formed under the action of disclinations located at the junctions and within the subgrain boundaries of the subgrain.

**Keywords:** severe cold plastic deformation, equal channel angular pressing, copper, subgrains, defects, disclinations, reorientation bands.

**Acknowledgements:** The work was carried out within the framework of the state assignment of Russia for fundamental scientific research for 2021-2023 (subject No. 0030-2021-0025).

**For citation:** Zemlyakova, N. V. & Rogachev, S. O. (2023). Obtaining fragmented micro and nano lever structure of the pure copper after drawing and ECAP. *Fundamental'nye problemy sovremennogo materialovedenia (Basic Problems of Material Science (BPMS))*, 20(3), 406–413. (In Russ.). doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.014.

## Введение

Повысить прочность металлов можно за счет ультрамелкого размера структурных составляющих (0,2-1 мкм) и неравновесных границ. Для достижения этой цели применяют интенсивную пластическую деформацию [1-3]. Представляет интерес получение объемных поликристаллических материалов с субмикроструктурной структурой (50-200 нм) [4-18]. В настоящее время нет единого понимания схемы разбиения субзерна размером 500 нм на более мелкие фрагменты [3].

Компьютерные модели фрагментации показали, как на дефектных участках границ и стыков субзерен образуются новые субграницы. В качестве мезодефектов в модели представлены дисклинации и планарные дефекты [4]. Для получения новых субграниц требуется низкая энергия дефекта упаковки (ЭДУ) и малое количество систем скольжения материала [9]. При измельчении субзерен на мезоуровне большую роль играют механизмы ротационной и изгибной моды деформации [6].

Процесс фрагментации поликристаллов большими пластическими деформациями следующий: скольжение, образование стыковых дисклинаций, аккомодационное скольжение, образование оборванных дислокационных границ, окончательное образование самих фрагментов [1, 6].

Известно, что в металлах с низкой энергией дефекта упаковки, например, меди – затруднено поперечное переползание дислокаций, поэтому пластическая деформация проходит через образование переориентированных полос сдвига [1].

В работе [8] показано, что при больших деформациях, в металле с низкой ЭДУ при блокировке механизмов скольжения зарождаются полосы сброса «kink bands». Они имеют некристаллографическую природу, кристаллическая решетка внутри полос сильно развернута относительно прилегающих к ним областей. Эти полосы ориентированные под определенными углами к главным напряжениям, могут перерезать несколько зерен и имеют ширину порядка 300-500 нм. При пересечении «kink band» образуются мелкие равноосные фрагменты с неравновесными большеугловыми границами [8].

Теоретические исследования показывают, что незавершенные полосы переориентации образуются путем достройки диполя частичных дисклинаций дислокационными границами разного знака, и образуется незавершенная полоса переориентации [2].

При асимметричной схеме деформирования на границах, разделяющих два субзерна, формируются плоские скопления планарных дефектов. При сдвиге планарные мезодефекты

образуют ступеньки на межзеренной границе. При аккомодации от этих ступеней формируются полосы переориентации [4].

В настоящей работе показано, как в большом сечении (20 мм), в условиях жесткой холодной пластической деформации, без предварительного отжига после волочения получить регламентированную структуру меди. Рассмотрены детали получения микрофрагментов в субзерне 500 нм на каждом этапе деформации. Показана роль дефектов в формировании структуры меди после волочения и интенсивной холодной пластической деформации методом равноканального углового прессования (РКУП).

Результаты данной работы являются продолжением исследований предыдущих работ [19, 20].

Полученные в работе данные можно отнести к разработке новых технологий, пониманию схемы деления субзерен на фрагменты в ГЦК металле при сдвиговой деформации.

### Материал и методика эксперимента

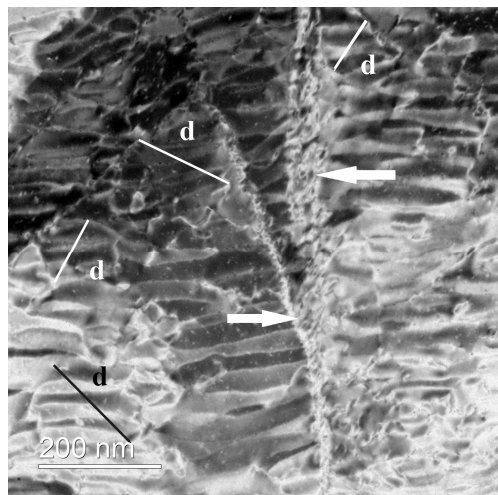
Был получен пруток из чистой меди М1 (99,95 %), диаметром 20 мм и длиной 150 мм в исходном крупнокристаллическом состоянии после деформации волочением с исходным размером зерна 200 мкм. Деформированные волочением образцы подвергали РКУП прохо-

ждением через канал пресса с прямым углом и с поворотом образца на 90 градусов после каждого прохода (маршрут *Вс*). Было проведено четыре и восемь проходов при комнатной температуре. РКУП проводили в МИСИС на вертикальном гидравлическом прессе марки RHP 250 с максимальным усилием 40 т.

Микроструктуру изучали с помощью просвечивающего электронного микроскопа JEM-2100 (JEOL) в режимах светлого и темного поля на поперечных сечениях после волочения, четвертого и восьмого проходов РКУП. Для приготовления фольг из исследуемого материала вырезали пластины, которые механически шлифовали на наждачной бумаге до толщины 120-140 мкм и полировали с помощью специальных суспензий. Далее из полученных пластин вырезали диски диаметром 3 мм, которые подвергали струйной электрополировке на установке Struers Lectropol-5 с использованием электролита «метанол + азотная кислота». Измерение фрагментов субмикроструктуры проводили по ПЭМ изображениям методом секущих с определением условного диаметра  $d$  [21].

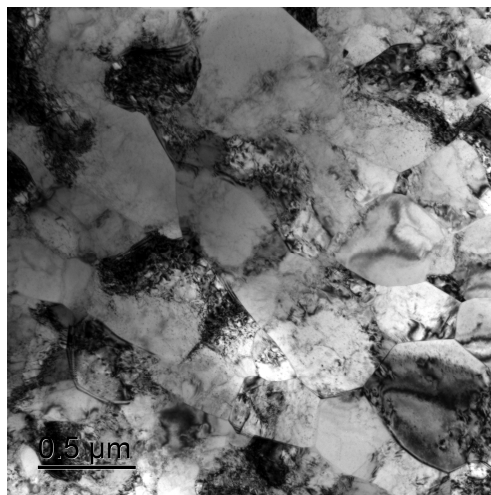
### Результаты и их обсуждение

ПЭМ – изображения субмикроструктуры меди после волочения и РКУП представлены на рис.1-6.



**Рис.1.** Структура субзерен (негатив) меди после волочения (ПЭМ): белые стрелки показывают границы субзерен – линзы, образованные фрагменты ( $d = 150$  нм) внутри субзерен

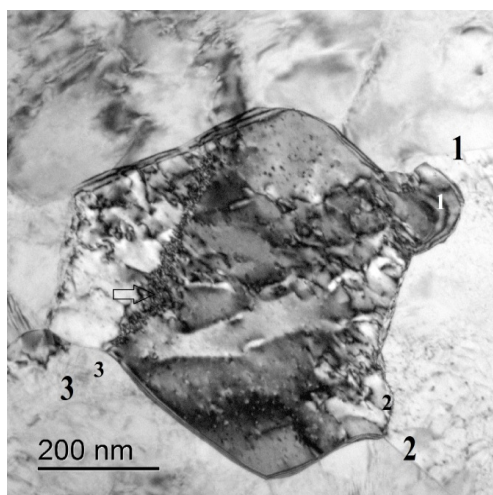
**Fig.1.** Structure of subgrains (negative) of copper after drawing (TEM): white arrows show the boundaries of subgrains – lenses, formed fragments ( $d = 150$  nm) inside the subgrains



**Рис.2.** Структура субзерен меди после 4 проходов РКУП (ПЭМ): общий вид – полосы расположены под углом и состоят из субзерен: темные – дефектные, переходные, светлые – менее дефектные

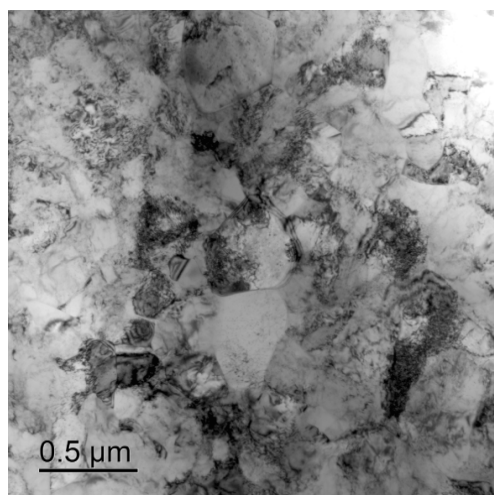
**Fig.2.** Structure of subgrains of copper after 4 passes ECAP (TEM): general view – the stripes are located at an angle and consist of subgrains: dark - defective, transitional, and light – less defective





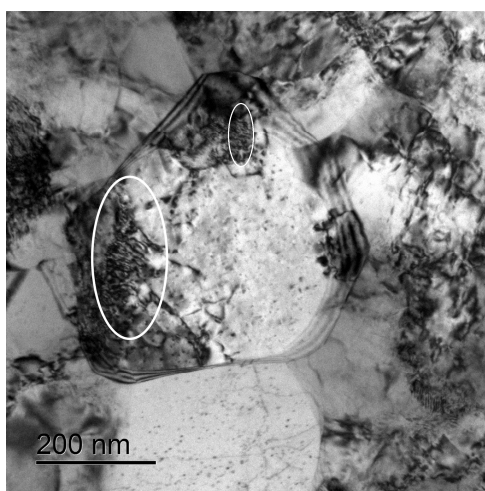
**Рис.3.** Структура субзерен меди после 4 проходов РКУП (ПЭМ): микрополосы, стыки границ субзерен 1–1, 2–2, 3–3, стрелкой показан дислокационный контур от стыка 3–3

**Fig.3.** Structure of subgrains of Cu after 4 passes ECAP (TEM): microbands, junctions of subgrain boundaries 1–1, 2–2, 3–3, the arrow shows the dislocation contour from junction 3–3



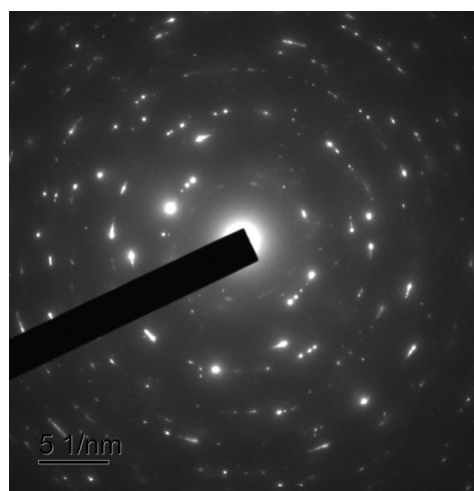
**Рис.4.** Структура субзерен меди после 8 проходов РКУП (ПЭМ), общий вид

**Fig.4.** Structure of subgrains of copper after 8 passes ECAP (TEM), general view



**Рис.5.** Структура субзерна меди размером 600 нм после 8 проходов РКУП (ПЭМ): в овалах дислокационные контуры, контуры напряжения по периметру, в области тройных стыков шириной 100–200 нм сформированы нанофрагменты  $d = 35$  нм с дефектными границами

**Fig.5.** Structure of 600-nm subgrain of copper after 8 passes ECAP (TEM): dislocation contours in ovals, stress contours along the perimeter, in the region of triple junctions 100–200 nm wide, nanofragments  $d = 35$  nm with defective boundaries are formed



**Рис.6.** Электронограмма меди после 8 проходов РКУП: зеренно-субзеренная структура

**Fig.6.** SAED pattern of copper after 8 passes ECAP

Микроструктура меди после волочения представляет собой полосы – линзы (600×1200 нм) с лестницей из двойников деформации (рис.1). Образование двойников де-

формации подтверждает проблемы со скольжением в виде переползания дислокаций в поперечном направлении. Фрагментация субзерен начинается с границы (указана стрелкой), со-

стоящей из двойниковых дефектов упаковки – нанодвойникового зародыша [2]. Пластины двойников размером  $35 \times 200$  нм расположены лестницей перпендикулярно границе субзерна – в направлении максимального сдвига. Аналогичная структура наблюдалась для магниевого сплава после РКУП за один проход [7].

В субзернах – линзах с двойниковыми пластинами видно, как при деформации произошло «перемалывание» этих пластин на фрагменты округлой формы  $d = 100-150$  нм (рис.1). Получение подобной структуры при сдвиговой деформации приводится в работе [3].

После четырех проходов РКУП микроструктура меди представляет собой полосы деформации (светлого цвета) и переходные полосы (темного цвета) (рис.2). Фрагментация субзерен на мезоуровне определяется действием сдвиговой и ротационной мод деформации. Внутренние сдвиговые напряжения привели к появлению в полосовой деформационной структуре субзерна с неравновесными высокоугловыми границами (рис.3) [8].

На ПЭМ-изображении видно субзерно размером 600 нм правильной геометрической формы с расположенными внутри него полосами переориентации (рис.3). В центре субзерна расположен дислокационный жгут (белая стрелка рис.3). Контуры экстинкции по границе субзерна характерны для внутреннего напряженного состояния меди.

Известно, что большие внутренние напряжения возникают именно в месте сопряжения кристаллических решеток, то есть, в месте расположения стыков субзерен [1]. Дефекты в месте невязки кристаллических решеток уходят со стыка в объем зерна и образуют диполь частичных дисклинаций [18]. При высоких напряжениях границы дисклинаций переходят полосы переориентации, которые участвуют в делении субзерна на фрагменты.

После четырех проходов РКУП произошло разбиение субзерна  $d = 600$  нм на микрополосовые фрагменты  $d = 100$  нм и  $d = 70$  нм и длиной до 400 нм. Границы микрополос имеют кривизну, что подтверждает наличие изгибной моды деформации [5]. В субзеренном стыке 2–2 дополнительно образовались полосы переориентации в виде трех нанополос шириной каждый по 20 нм и длиной 100 нм (рис.3). Разница в длине полос 100 нм и 400 нм очевидно, связана с уровнем напряжения в стыках субзерен. В работах [12] показано, что при большой кривизне решетки действие ротационной моды деформации приводит к образованию нанополос переориентации.

Полосы переориентации образовались в стыках границ субзерен под действием частичных дисклинаций [1, 4, 22, 23].

Интересно, что микрополосы имеют разное направление, различную длину от 100 нм до 400 нм и различную ширину от 20 нм до 70 нм. Это позволяет представить картину напряженного состояния субзерна. В нашем случае напряжения распределены неравномерно по межзеренным границам: в зоне 1–2 они были значительно больше, чем в зоне слева (рис.3).

Микроструктура меди после восьми проходов РКУП представлена на рис.4 и 5, а электронограмма на рис.6. Анализ полученных данных показал, что образована зеренно-субзеренная ультрамелкозернистая ( $d = 250$  нм) полосчатая микроструктура.

Однако, при всей однородности полученной УМЗ структуре (рис.4), необходимо отметить некоторые моменты.

Во-первых, несмотря на то, что после восьми проходов РКУП в меди образована зеренно-субзеренная УМЗ структура, остались большие внутренние напряжения в виде:

- контуров экстинкции толщиной 70 нм на межзеренных границах субзерна 500 нм;
- толщинные экстинкционные контуры внутри субзерна: малый и большой (в овалах).

Во-вторых, процесс фрагментации не закончен до конца, так как появились новые фрагментированные зерна.

Рассмотрим подробнее разбиение субзерна  $d = 500$  нм на фрагменты. Отметим, что субзерно имеет правильную геометрическую форму и высокоугловые границы субзерен (рис.5).

На ПЭМ микроструктуре (рис.5), можно видеть, что в угловых стыках (темного цвета) субзерна прошла фрагментация, с образованием нанофрагментов  $d = 35$  нм с широкими (до 13 нм), рыхлыми границами, состоящими из дефектов. Подобная картина похожа на модель сдвига в кристалле, который привел к формированию квадрупольных клиновых дисклинаций [1].

В центре субзерна образовались сетка из выходов решеточных дислокаций, которые потенциально перейдут в полигонизованную структуру.

### Заключение

В статье представлены экспериментальные результаты по разбиению субзерен меди  $d = 500$  нм на микрофрагменты размерами в поперечнике от  $d = 20$  нм до  $d = 150$  нм после волочения, четырех и восьми проходов РКУП.

После волочения модель фрагментации с двойникованием заключается в расщеплении мезограниц и образовании однослойного дефекта упаковки двойников – зародыша микродвойниковой структуры [2]. Для получения многослойного двойника в каждом из параллельных слоев решетки сечения с дефектом упаковки, необходимо движение двойниковой дислокации [8]. На субзеренном уровне – это формирование лестницы деформационных двойников, которые затем разбиваются полосами сдвига в объеме образца с образованием фрагментов.

Показано, что после восьми проходов РКУП получены нанофрагменты ( $d = 35$  нм), окруженные рыхлыми, широкими, дефектными границами.

Полученные экспериментальные данные по фрагментации субзерен меди после четырех и восьми проходов РКУП согласуются с данными работ Рыбина В.В., Сарафанова Г.Ф.

#### Список литературы

1. Золоторевский Н.Ю., Рыбин В.В. Фрагментация и текстурирование при деформации металлических материалов. Изд-во: СПбГУ, 2014. 207 с.
2. Перевезенцев В.Н., Рыбин В.В. Структура и свойства границ зерен. Нижний Новгород, ННГУ, 2012. 307 с.
3. Глезер А.М., Козлов Е.В., Конева Н.А. Основы пластической деформации наноструктурных материалов. М.: Физматлит, 2016. 360 с.
4. Сарафанов Г.Ф., Перевезенцев В.Н. Экранирование полей напряжений мезодефектов образованием ансамбля движущихся дислокаций и областей разориентации при пластическом деформировании металлов // Письма о материалах. 2011. Т. 1, № 1. С. 19–24.
5. Тюменцев А.Н., Дитенберг И.А. Нанодиполи частичных дисклинаций в зонах локализации упругих дисторсий // Физическая мезомеханика. 2014. Т. 16, № 6. С. 81–86.
6. Константинова Т.Э. Эволюция дислокационной структуры металлических систем в условиях высоких давлений // Физика и техника высоких давлений. 2009. Т. 17, № 1. С. 7–30.
7. Скрябина Н.Э., Аптуков В.Н., Романов П.В. Влияние равноканального углового пресования на механические свойства и микроструктуру образцов магниевых сплавов // Вестник ПНИПУ. Механика. 2014. № 3. С. 113–128.
8. Бейгельзимер Я.Е., Эфрос Б.М., Прокофьева О.В. Фрагментация структуры и разрушение металлических материалов при больших пластических деформациях: предпосылки к моделированию // Физика и техника высоких давлений 2004. Т. 14, № 3. С. 58–73.
9. Останина Т.В., Швейкин А.И., Трусов П.В. Измельчение зеренной структуры металлов и сплавов при интенсивном пластическом деформировании: экспериментальные данные и анализ механизмов // Вестник ПНИПУ. Механика. 2020. № 2. С. 85–111.
10. Колбасников Н.Г. Теория обработки металлов давлением. Физические основы прочности и пластичности металлов. Изд-во: СПбГУ, 2004. 256 с.
11. Панин А.В., Сон А.А., Иванов Ю.Ф., Копылов В.И. Особенности локализации и стабильности пластической деформации субмикрорекристаллического армко-железа с полосовой фрагментированной субструктурой // Физическая мезомеханика. 2004. Т. 7, № 3. С. 5–16.
12. Козлов Э.В., Попова Н.А., Конева Н.А. Дислокационная структура и ее компоненты в стали мартенситного класса // Известия высших учебных заведений. Черная Металлургия. 2015. Т. 58, № 1. С. 61–70.
13. Козлов Э.В., Тришкина Л.И., Попова Н.А., Конева Н.А. Место дислокационной физики в многоуровневом подходе к пластической деформации // Физическая мезомеханика. 2011. Т. 14, № 3. С. 95–110.
14. Kobaissy A.H., Ayoub G., Toth L.S. Continuum dislocation dynamics-based grain fragmentation modeling // Int. J. Plasticity. 2019. V. 114. P. 252–271.
15. Гуткин М.Ю., Ржавцев Е.А. Динамика формирования малоугловых границ наклона в металлах и сплавах при высоких скоростях нагружения // Физика твердого тела. 2015. Т. 57, Вып. 12. С. 2374–2385.
16. Полетаев Г.М., Новоселова Д.В., Ракитин Р.Ю., Семенов А.С. Моделирование формирования свободного объема в границах зерен и тройных стыках при кристаллизации никеля // Письма о материалах. 2020. Т. 10, № 3. С. 299–302.
17. Полетаев Г.М., Новоселова Д.В., Зоря И.В., Старостенков М.Д. Исследование формирования избыточного свободного объема в тройных стыках границ зерен при кристаллизации на примере никеля // Физика твердого тела. 2018. Т. 60, Вып. 5. С. 846–850.

18. Сарафанов Г.Ф., Перевезенцев В.Н., Рыбин В.В. Основы кинетической теории образования разориентированных структур при пластическом деформировании металлов. Н. Новгород: Литера, 2011. 359 с.

19. Землякова Н.В., Рогачев С.О.. Аккомодация структуры и механических свойств чистой меди в процессе интенсивной пластической деформации // *Фундаментальные проблемы современного материаловедения*. 2019. Т. 16, № 1. С. 131–136.

20. Rogachev S.O., Zemlyakova N.V. Structural accommodation by twinning of copper during severe plastic deformation // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2020. V. 709. P. 033001.

21. ASTM E1382-97. Standard Test Methods for Determining Average Grain Size Using Semi-automatic and Automatic Image Analysis. ASTM International West Conshohocken, Pennsylvania, USA.

22. Рыбин В.В., Перевезенцев В.Н., Свирина Ю.В. Модель формирования оборванных дислокационных границ на стыковых дисклинациях // *Журнал технической физики*. 2016. Т. 86, № 6. С. 100–105.

23. Рыбин В.В., Перевезенцев В.Н., Свирина Ю.В. Физическая модель начальных стадий фрагментации поликристаллов в процессе развитой пластической деформации. // *Физика металлов и материаловедение*. 2017. Т. 118, № 12. С. 999–1003.

### Информация об авторах

Н. В. Землякова – научный сотрудник Института проблем машиностроения РАН – филиала Федерального исследовательского центра «Институт прикладной физики РАН».

С. О. Рогачев – кандидат технических наук, доцент НИТУ «Московский институт стали и сплавов».

### References

1. Zolotarevsky, N. Yu. & Rybin, V. V. (2014). Fragmentation and texturing during deformation of metallic materials, St. Petersburg State University. P. 207. (In Russ.).

2. Perevezentsev, V. & Rybin, V. (2012). The structure and properties of grain boundaries, Nizhny Novgorod, Nizhny Novgorod University press. P. 307. (In Russ.).

3. Glezer, A. M., Kozlov, E. V. & Koneva, N. A. (2016). Fundamentals of plastic deformation of nanostructured materials, Moscow, Fizmatlit. P. 360. (In Russ.).

4. Sarafanov G. F. & Perevezentsev V. N. (2011). Screening of mesodefekt stress fields by ensemble of moving dislocations and misorientation regions formation during plastic deformation of metals. *Letters on Materials*, 1(1), 19–24. (In Russ.).

5. Tyumentsev, A. N. & Ditenberg, I. A. (2015). Nanodipoles of partial disclinations in the region of localized elastic distortions. *Physical Mesomechanics*, 18, 158–162. (In Russ.).

6. Konstantinova, T. E. (2009). Evolution of the dislocation structure of metallic systems under conditions of high pressures. *Physics and technology of high pressures*, 17(1), 7–30. (In Russ.).

7. Skryabina, N. E., Aptukov, V. N., Romanov, P. V. & Fruchart, D. (2014). Impact of equal-channel angular pressing on mechanical behavior and microstructure of magnesium alloys. *PNRPU Mechanics Bulletin*, (3), 113–128. (In Russ.).

8. Beigelzimer, Ya. E., Efros, B. M. & Prokofieva, O. V. (2004). Fragmentation of the structure and destruction of metallic materials under severe plastic deformations: prerequisites for modeling. *Physics and technology of high pressures*, 14(3), 58–73. (In Russ.).

9. Ostanina, T. V., Shveykin, A. I. & Trusov, P. V. (2020). The grain structure refinement of metals and alloys under severe plastic deformation: experimental data and analysis of mechanisms. *PNRPU Mechanics Bulletin*, (2), 85–111. (In Russ.).

10. Kolbasnikov, N. G. (2004). Theory of metal forming. Physical foundations of strength and plasticity of metals, St. Petersburg State University. P. 256. (In Russ.).

11. Panin, A. V., Son, A. A., Ivanov, Yu. F. & Kopylov, V. I. (2004). Features of localization and stage character of plastic deformation of submicrocrystalline armco-iron with the fragmented band substructure. *Physical Mesomechanics*, 7(3), 5–16. (In Russ.).

12. Kozlov, E. V., Popova, N. A. & Koneva, N. A. (2015). Dislocation structure and its components in steel of martensite class. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*, 58(1), 61-70. (In Russ.).

13. Kozlov, E. V., Trishkina, L. I., Popova, N. A. & Koneva, N. A. (2011). Dislocation physics in a multilevel approach to plastic deformation.

- Physical Mesomechanics*, 14(3), 95–110. (In Russ.).
14. Kobaissy, A. H., Ayoub, G. & Toth, L. S. (2019). Continuum dislocation dynamics-based grain fragmentation modeling. *Int. J. Plasticity*, 114, 252–271. (In Russ.).
15. Gutkin, M. Yu. & Rzhavtsev, E. A. (2015). Dynamics of formation of low-angle tilt boundaries in metals and alloys at high loading rates. *Physics of the Solid State*, 57(12), 2447–2457. (In Russ.).
16. Poletaev, G. M., Novoselova, D. V., Rakitin, R. Yu. & Semenov, A. S. (2020). Modeling the formation of free volume at grain boundaries and triple junctions during nickel crystallization. *Letters on Materials*, 10(3), 299–302. (In Russ.).
17. Poletaev, G. M., Novoselova, D. V., Zorya, I. V. & Starostenkov, M. D. (2018). Formation of the Excess Free Volume in Triple Junctions during Nickel Crystallization. *Physics of the Solid State*, 60(5), 847–851. (In Russ.).
18. Sarafanov, G. F., Perevezentsev, V. N. & Rybin, V. V. (2011). Fundamentals of the kinetic theory of the formation of misoriented structures during plastic deformation of metals, Nizhny Novgorod, Litera. P. 359. (In Russ.).
19. Zemlyakova, N. V. & Rogachev, S. O. (2019). Accommodation of structure and mechanical properties of pure copper during severe plastic deformation. *Fundamental'nye problemy sovremennoy materialovedeniya (Basic Problems of Material Science (BPMS))*, 16(1), 131–136. (In Russ.).
20. Rogachev, S. O. & Zemlyakova, N. V. (2020). Structural accommodation by twinning of copper during severe plastic deformation. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 709, 033001.
21. ASTM E1382-97. Standard Test Methods of Determining the Median Particle Size Using Semi-automatic and Automatic Image Analysis. ASTM International West Conshohocken, Pennsylvania, USA.
22. Rybin, V. V., Perevezentsev, V. N. & Svirina, Yu. V. (2016). Model of formation of dangling dislocation boundaries on butt disclinations. *Journal of technical physics*, 86(6), 100–105. (In Russ.).
23. Rybin, V. V., Perevezentsev, V. N. & Svirina, Yu. V. (2017). A Physical Model for the Initial Stages of the Fragmentation of Polycrystals in the Process of Developed Plastic Deformation. *Physics of Metals and Metallography*, 118(12), 1171–1175. (In Russ.).

#### Information about the authors

N. V. Zemlyakova – Researcher, Mechanical Engineering Research Institute, Branch of Federal Research Center, Institute of Applied Physics, The Russian Academy of Sciences.

S. O. Rogachev – Candidate of Technical Sciences, Assistant Professor, NUST «Moscow Institute of Steel and Alloys».

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.  
The authors declare that there is no conflict of interest.

Статья поступила в редакцию 21.06.2023; одобрена после рецензирования 03.07.2023; принята к публикации 17.07.2023.

The article was received by the editorial board on 21 June 23; approved after reviewing 03 July 23; accepted for publication 17 July 23.

Научная статья

2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов (технические науки)

УДК 621.791:621.771

doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.015

## **РЕИНЖИНИРИНГ ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ ОТЛИВОК ИЗ ВЫСОКОХРОМИСТОГО ЧУГУНА ЧХ28**

**Михаил Алексеевич Гурьев<sup>1†</sup>, Сергей Геннадьевич Иванов<sup>2</sup>,  
Евгения Владимировна Черных<sup>3</sup>, Вероника Викторовна Романенко<sup>4</sup>,  
Алексей Михайлович Гурьев<sup>5</sup>**

<sup>1, 2, 3, 4, 5</sup> Алтайский государственный технический университет им. И.И. Ползунова, пр. Ленина, 46, 656038, Барнаул, Россия

<sup>5</sup> Уханьский текстильный университет, ул. ФангЖи, 1, 430073, Ухань, КНР

<sup>1</sup> gurievma@mail.ru<sup>†</sup>, <https://orcid.org/0000-0002-9191-1787>

<sup>2</sup> serg225582@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-5965-0249>

<sup>3</sup> jane\_5@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-1128-8471>

<sup>4</sup> veronika\_65@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-2444-4848>

<sup>5</sup> gurievam@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-7570-8877>

**Аннотация.** Одной из важнейших задач горнодобывающей, рудо- и лесоперерабатывающей промышленности является импортозамещение и реинжиниринг деталей зарубежной техники. В настоящей работе с применением принципов реинжиниринга исследуется химический состав и структура отработанной детали дробильного оборудования. Установлено, что представленные образцы выплавлены из высокохромистого чугуна ЧХ28, дополнительно легированного молибденом, ванадием и никелем. Наиболее близким зарубежным аналогом данного материала может быть сталь марки DIN 1695-81: G-260Cr27. Результаты исследования показали, что материал отливок подвергался нагреву до температур 950-1050 °С и выдержке при этих температурах в течение времени не менее 2 ч, с последующим охлаждением на воздухе до температур 160-200 °С и отпуском при температуре 200 °С в течение времени не менее 2 ч, что подтверждается твердостью образцов на уровне 63-64 HRC и высокой степенью равновесности их структурно-фазового состояния и гомогенности фаз.

**Ключевые слова:** импортозамещение, реинжиниринг, хромистый чугун, термическая обработка, микроструктура, микротвердость.

**Благодарности:** Исследования выполнены в ИЦ «ХимБиоМаш» ФБГОУ ВО АлтГТУ.

---

**Для цитирования:** Гурьев М.А., Иванов С.Г., Черных Е.В., Романенко В.В., Гурьев А.М. Реинжиниринг технологии получения отливок из высокохромистого чугуна ЧХ28 // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. 2023. Т. 20, № 3. С. 414–419. doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.01.015.

---

Original article

## **REENGINEERING OF TECHNOLOGY FOR PRODUCING CASTINGS FROM HIGH-CHROMIUM CAST IRON ChKh28**

**Mikhail A. Guryev<sup>1†</sup>, Sergey G. Ivanov<sup>2</sup>, Evgeniya V. Chernykh<sup>3</sup>,  
Veronika V. Romanenko<sup>4</sup>, Alexey M. Guryev<sup>5</sup>**

<sup>1, 2, 3, 4, 5</sup> I.I. Polzunov Altai State Technical University, Lenin Pr., 46, Barnaul, 656038, Russia

<sup>5</sup> Wuhan Textile University, FangZhi Road, 1, Wuhan, 430073, China

<sup>1</sup> gurievma@mail.ru<sup>†</sup>, <https://orcid.org/0000-0002-9191-1787>

<sup>2</sup> serg225582@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-5965-0249>

<sup>3</sup> jane\_5@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-1128-8471>

<sup>4</sup> veronika\_65@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-2444-4848>

<sup>5</sup> gurievam@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0002-7570-8877>

**Abstract.** One of the most important tasks of the mining, ore and timber processing industries is import substitution and reengineering of foreign equipment parts. In this paper, using the principles of reengineering, we study the chemical composition and structure of a used part of crushing equipment. It has been established that the presented samples were smelted from high-chromium cast iron ChKh28, additionally alloyed with molybdenum, vanadium and nickel. Its closest foreign counterpart may be steel grade DIN 1695-81: G-260Cr27. The results of the study showed that the casting material was heated to hardening temperatures up to 950-1050 °C and held at these temperatures for at least 2 hours, followed by cooling in air to temperatures of 160-200 °C and tempering at a temperature of 200 °C for at least 2 hours, which is confirmed by the hardness of the samples at the level of 53-64 HRC and the high degree of equilibrium of their structural-phase state and phase homogeneity.

**Keywords:** import substitution, reengineering, chromium cast iron, heat treatment, microstructure, microhardness.

**Acknowledgements:** The studies were carried out at the Engineering Center «ChemBioMash» AltSTU.

**For citation:** Guryev, M. A., Ivanov, S. G., Chernykh, E. V., Romanenko V. V. & Guryev, A. M. (2023). Reengineering of technology for producing castings from high-chromium cast iron ChKh28. *Fundamental'nye problemy sovremennogo materialovedeniya (Basic Problems of Material Science (BPMS))*, 3(20), 414–419. (InRuss.). doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.03.015.

## Введение

Сегодняшние экономические и политические реалии таковы, что многие российские машиностроительные предприятия сталкиваются с нехваткой и отсутствием дефицитных запасных частей для различных производственных механизмов, из-за чего вынуждены простаивать и терпеть убытки. В связи с этим, как никогда, остро стоит вопрос замещения импортируемой техники и ее деталей отечественными аналогами. Эффективная реализация импортозамещения с привлечением собственных инновационных технологий позволит создать изделия, по своим эксплуатационным характеристикам не уступающие зарубежным аналогам, сократить износ оборудования, повысить производственные мощности и вывести машиностроительную отрасль на качественно новый технический уровень.

К числу наиболее приоритетных секторов экономики РФ для импортозамещения относятся горнодобывающая и лесоперерабатывающая отрасли промышленности. Импортозависимость в данных сегментах в среднем составляет 50 %. Горнодобывающие компании отмечают сложности с поиском альтернативы ряду дорогостоящего бурового, дробильного и насосного оборудования [1]. Оперативному решению указанной проблемы способствуют возможности разработки и изготовления импортозамещающих деталей для горнодобывающей, рудо- и лесоперерабатывающей техники с помощью реинжиниринга.

Задача процесса реинжиниринга состоит не только в полном копировании существующей

работающей детали, но и усовершенствовании материала, из которого она произведена, что обеспечит создание дополнительных функций оборудования, увеличение его износостойкости и долговечности.

Одним из этапов реинжиниринга является проведение анализа детали с целью получения необходимой информации о химическом составе, марки материала, структуры, физико-механических свойств и способов термической обработки, использованных в ходе её изготовления. В дальнейшем эти сведения могут повлиять на выбор материалов, которые будут отвечать современным стандартам качества, заданному уровню свойств и новым задачам.

В настоящей работе с применением принципов реинжиниринга исследуется химический состав и структура отработанной детали дробильного оборудования.

## Методика исследований

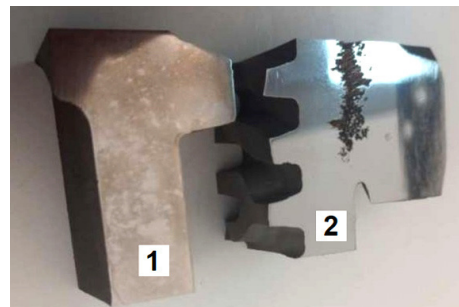
Исследования проводили на поперечных шлифах двух образцов изделия, бывшего в эксплуатации (рис.1). Химический состав образцов был определен с помощью эмиссионного спектрометра «SOLARIS CCD Plus» (табл.1). По результатам химического анализа можно сделать вывод о том, что представленные образцы наиболее близко соответствуют чугуну ЧХ28, выплавляемому по ГОСТ 7769–82 «Чугун легированный для отливок со специальными свойствами. Марки». При этом данный чугун дополнительно легирован молибденом, ванадием и никелем. Наиболее близкий зарубежный аналог по DIN 1695-81: G-260Cr27, содержащий

2,3-2,9 масс. % С; 0,5-1,5 масс. % Si; 0,5-1,5 масс. % Mn; до 1,2 масс. % Ni и до 1,0 масс. % Mo.

Шлифовка и полировка образцов производились на автоматическом шлифовально-полировальном станке DIGIPREP с применением алмазных кругов зернистостью 54, 18, 10, 6 мкм. Полировку осуществляли с применением сукон MET-Mambo и поликристаллических алмазных суспензий зернистостью 3, 1 и 0,5 мкм. Суперфинишную полировку осуществляли на сукне MET-FOKS с применением кислой суспензии коллоидного оксида кремния 0,05 мкм.

Травление приготовленных металлографических шлифов выполнялось последовательно 4 % раствором пикриновой кислоты в этиловом спирте с промежуточной мойкой и сушкой, за-

тем 4 % раствором азотной кислоты в этиловом спирте. Для повышения контрастности структурно-фазового состояния, образцы дополнительно травили реактивом Берахи II.



**Рис.1.** Шлифы образцов для исследования микроструктуры: № 1 – без дефекта, № 2 – с дефектом

**Fig.1.** Sections of specimens for studying the microstructure: No. 1 – without a defect, No. 2 – with a defect

**Таблица 1.** Химический состав образцов хромистого чугуна марки ЧХ28

**Table 1.** Chemical composition of ChKh28 chromium cast iron samples

Образец	Содержание элементов, %					
	C	Si	Mn	P	S	Cr
№ 1	1,637±0,01	0,890±0,01	0,746±0,10	0,0208±0,005	0,0220±0,002	27,791±0,44
№ 2	1,621±0,02	0,913±0,02	0,676±0,13	0,0214±0,005	0,0232±0,002	27,757±0,09
ЧХ28 <sup>1</sup>	0,5-1,6	0,5-1,5	≤1,0	≤0,10	≤0,08	25,0-30,0
	Ni	V	B	Al	Mo	Cu
№1	0,561±0,016	0,118±0,001	0,0004±0,00006	0,013±0,000	0,558±0,019	0,085±0,001
№2	0,567±0,01	0,118±0,005	0,0003±0,0005	0,011±0,0006	0,569±0,012	0,086±0,001
ЧХ28 <sup>1</sup>	–	–	–	–	–	–

<sup>1</sup> ГОСТ 7769–82 «Чугун легированный для отливок со специальными свойствами. Марки».

Структурные исследования образцов проводились с помощью оптического металлографического микроскопа «Carl Zeiss Axio Observer Z1m», оснащённого программно-аппаратным комплексом «Thixomet PRO» по разработанным методикам [2-6].

### Результаты и обсуждения

На рис.2 приведена макроструктура образцов. Исследуемая микроструктура изделия – равномерная, представлена игольчатыми дендритами, имеющими преимущественно оси первого порядка. Дендритное строение оформлено слабо. Причиной этого является то, что деталь прошла отжиг, приведший к гомогенизации

структурно-фазового состояния и частичному растворению дендритов. Дефекты отливки в виде неметаллических включений и пор в образце № 1 отсутствуют (рис.2а). В микроструктуре образца № 2 (рис.2б) присутствует усадочная пора, обусловленная усадкой металла при его кристаллизации из жидкого состояния. Причины образования данной усадочной поры – высокий коэффициент усадки данного сплава, сопряженный вероятно с неправильным выбором места установки питателя и/или прибыли и, возможно, недостаточным объемом прибыли. Исключая данную усадочную раковину, неметаллические включения и газовые поры в теле образца отсутствуют.



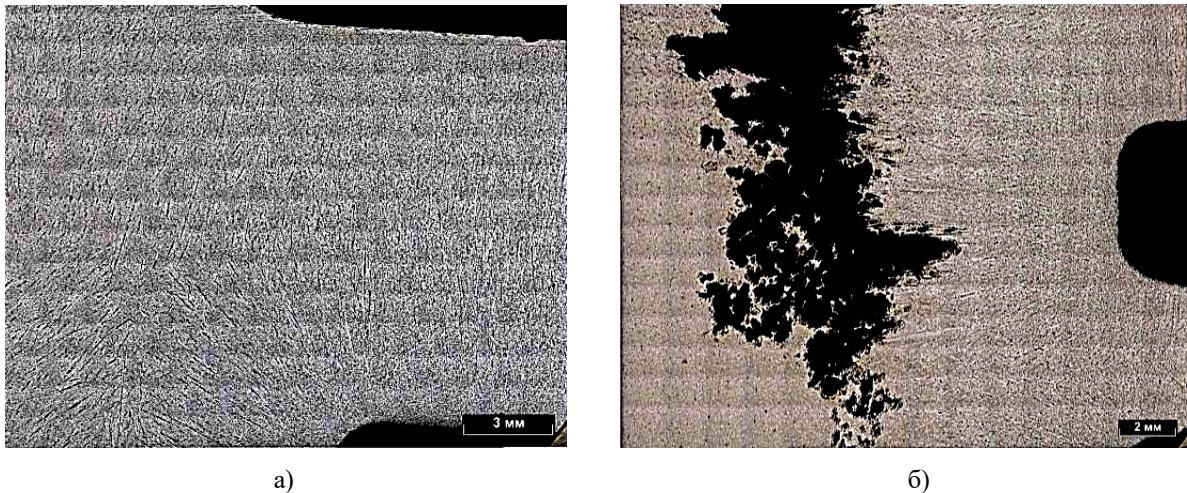


Рис.2. Панорамная микроструктура: а) образца №1, б) образца №2

Fig.2. Panoramic microstructure: a) sample No. 1, b) sample No. 2

Исследования структурно-фазового состояния образцов в поляризованном свете (рис.3) указывают на равномерность элементного и химического состава по сечению фаз. Очевидно, что структура материала представляет собой механическую смесь первичных карбидов хрома и твердого раствора хрома и углерода в железе, имеющего форму бесструк-

турного мартенсита, который в свою очередь обладает высокой твердостью и износостойкостью. Однако такой материал не обладает высокой износостойкостью при высоких температурах, что ограничивает его применение в высокотемпературных условиях. Выделения структурно-свободного графита отсутствуют.

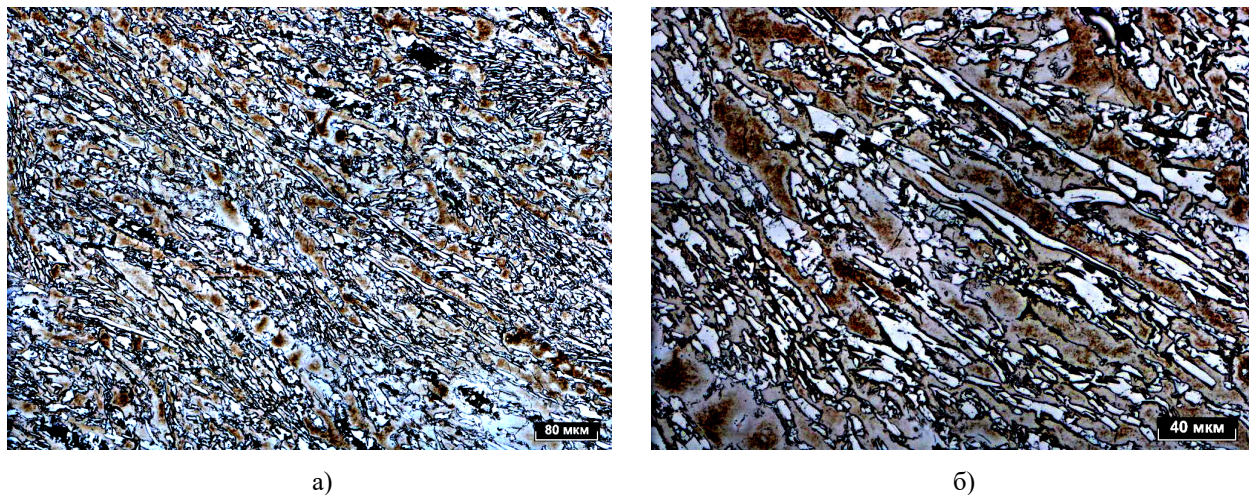


Рис.3. Структурно-фазовое состояние в поляризованном свете: а) образец № 1, б) образец № 2

Fig.3. Structural-phase state in polarized light: a) sample No. 1, b) sample No. 2

Согласно результатам микроструктурного анализа по ранее разработанной методике [6], наиболее представительной фазой карбидов хрома в данном образце является карбид с брутто-формулой  $Cr_7C_3$ , (светлые области на рис.3), а металлическая матрица (темные области на рис.3), окружающая эти карбиды – преимущественно твердый раствор хрома в железе, дополнительно легированный никелем,

молибденом и ванадием, имеющий фазовое состояние бесструктурного мартенсита.

Необходимо отметить, что в областях формирования рельефа в виде гребней (рис.3б) в результате более быстрого протекания процесса кристаллизации сформировалась более дисперсная смесь, отличающаяся повышенными показателями твердости.

### Заключение

В ходе проведения реинжиниринга определен вид материала исследуемой детали, химический состав которой соответствует высокохромистому чугуну марки ЧХ28, дополнительно легированного молибденом, ванадием и никелем. Зарубежным аналогом данного материала может служить сталь марки DIN 1695-81: G-260Cr27.

Измерение твердости образцов показало, что их массивные части имеют твердость  $531 \pm 20$  НВ, тогда как твердость в районе рельефных формирований соответствует значениям  $664 \pm 35$  НВ.

Исходя из результатов микроструктурного и дюрOMETрического анализов, очевидно, что данный материал подвергался операции закалки, вероятно с нагрева в интервале температур 950-1050 °С и выдержке при этих температурах в течение времени не менее 2 ч, с последующим охлаждением на воздухе до 160-200 °С и отпуском при 200 °С в течение времени не менее 2 ч, о чем свидетельствует твердость образцов на уровне 53-64 HRC и высокая степень равновесности структурно-фазового состояния и гомогенности фаз [7-9].

Полученные результаты исследований представляют значительный научно-технический интерес для создания импортозамещающих технологий производства деталей горнодобывающего рудо- и лесоперерабатывающего оборудования. В настоящее время результаты исследования находятся в процессе внедрения на одном из предприятий Алтайского края.

*Материалы, представленные в данной статье, докладывались на XXII Международной научно-технической конференции «Проблемы и перспективы развития литейного, сварочного и кузнечно-штамповочного производства» (11-13 августа 2023 г., г. Барнаул).*

### Список литературы

1. Импортозамещение: стратегии, перспективы, возможности: [Электронный ресурс] – Режим доступа <https://www.vnedra.ru>. Дата обращения: 24.07.2023.
2. ASM International 1991, ASM Handbook: Heat Treatment, Vol. 4, American Society for Metals Park, Ohio. 2173 p.
3. Гурьев М.А., Иванов С.Г., Гурьев А.М., Кошелева Е.А., Черных Е.В. Выявление фазо-

вого состава боридных покрытий методами цветного травления // Ползуновский альманах. 2020. № 3. С. 19–23.

4. Иванов С.Г., Гурьев М.А., Гурьев А.М., Романенко В.В. Фазовый анализ боридных комплексных диффузионных слоев на углеродистых сталях при помощи цветного травления // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. 2020. Т. 17, № 1. С. 74–77.

5. Guriev A.M., Mei S.Q., Guriev M.A., Chernykh E.V., Ivanov S.G. Investigation of the microstructure of diffusion coatings of carbon steel obtained by simultaneous diffusion saturation with boron, chromium and titanium // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 2019. P. 012077.

6. Иванов С.Г., Гурьев А.М., Земляков С.А., Гурьев М.А. Методика пробоподготовки образцов высоколегированных сталей для автоматического анализа карбидной фазы // Ползуновский вестник. 2020. № 3. С. 102–105.

7. Гурьев А.М., Козлов Э.В., Игнатенко Л.Н., Попова Н.А. Особенности формирования диффузионного слоя при термоциклическом борировании углеродистой стали // В сб. тезисов докладов 5-ой Международной школы-семинара «Эволюция дефектных структур в конденсированных средах». 2000. С. 149–150.

8. Гурьев А.М., Ворошнин Л.Г., Хараев Ю.П., Лыгденов Б.Д., Черных Е.В. Циклическое тепловое воздействие при термической и химико-термической обработке инструментальных сталей // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. 2005. Т. 2, № 3. С. 37–45.

9. Гурьев М.А., Фильчаков Д.С., Иванов С.Г., Гурьев А.М., Деев В.Б. Технология упрочнения стальных изделий в процессе литья // Литейщик России. 2013. № 6. С. 36–38.

### Информация об авторах

*М. А. Гурьев – кандидат технических наук, доцент Алтайского государственного технического огуниверситета им. И.И. Ползунова.*

*С. Г. Иванов – доктор технических наук, ведущий научный сотрудник, доцент, заведующий лабораторией микроскопии Алтайского государственного технического университета им. И.И. Ползунова.*

*Е. В. Черных – кандидат физико-математических наук, доцент Алтайского*

государственного технического университета им. И.И. Ползунова.

В. В. Романенко – кандидат физико-математических наук, доцент Алтайского государственного технического университета им. И.И. Ползунова.

А. М. Гурьев – доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой Алтайского государственного технического университета им. И.И. Ползунова, профессор Уханьского текстильного университета.

### References

1. Import substitution: strategies, prospects, possibly: [Electronic resource] – Access mode <https://www.vnedra.ru>. Date of the application: 24.07.2023. (In Russ.).

2. (1991) ASM International 1991, ASM Handbook: Heat Treatment, Vol. 4, American Society for Metals Park, Ohio. P. 2173.

3. Gur'yev, M. A., Ivanov, S. G., Gur'yev, A. M., Kosheleva, E. A. & Chernykh, E. V. (2020). Vyyavleniye fazovogo sostava boridnykh pokrytiy metodami tsvetnogo travleniya. *Polzunovskiy al'manakh*, 3, 19–23. (In Russ.). (In Russ.).

4. Ivanov, S. G., Gur'yev, M. A., Gur'yev, A. M. & Romanenko, V. V. (2020). Fazovyy analiz boridnykh kompleksnykh diffuzionnykh slojev na uglerodistykh stalyakh pri pomoshchi tsvetnogo travleniya. *Fundamental'nye problemy sovremennogo materialovedenia (Basic Problems of Material Science (BPMS))*, 1(17), 74–77. (In Russ.). (In Russ.).

5. Guriev, A. M., Mei, S. Q., Guriev, M. A., Chernykh, E. V. & Ivanov, S. G. (2019). Investigation of the microstructure of diffusion coatings of carbon steel obtained by simultaneous diffusion saturation with boron, chromium and titanium. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 012077.

6. Ivanov, S. G., Gur'yev, A. M., Zemlyakov, S. A., & Gur'yev, M. A. (2020). Metodika probopodgotovki obraztsov vysokolegированныkh

staley dlya avtomaticheskogo analiza karbidnoy fazy. *Polzunovskiy vestnik*, 3, 102–105. (In Russ.).

7. Gur'yev, A. M., Kozlov, E. V., Ignatenko, L. N. & Popova, N. A. (2000). Osobennosti formirovaniya diffuzionnogo sloya pri termotsiklicheskom borirovani uglevodistoy stali. *V sb. tezisov dokladov 5-oy Mezhdunarodnoy shkoly-seminara «Evolyutsiya defektnykh struktur v kondensirovannykh sredakh»*. P. 149–150. (In Russ.).

8. Gur'yev, A. M., Voroshnin, L. G., Kharayev, Yu. P., Lygdenov, B. D. & Chernykh, E. V. (2005). Tsiklicheskiye teplovoye vozdeystviye pri termicheskoy i khimiko-termicheskoy obrabotke instrumental'nykh staley. *Fundamental'nye problemy sovremennogo materialovedenia (Basic Problems of Material Science (BPMS))*, 2(3), 37–45. (In Russ.).

9. Gur'yev, M. A., Fil'chakov, D. S., Ivanov, S. G., Gur'yev, A. M. & Deev, V. B. (2013). Tekhnologiya uprochneniya stal'nykh izdeliy v protsesse lit'ya. *Liteyshchik Rossii*, (6), 36–38. (In Russ.).

### Information about the authors

M. A. Guryev – Candidate of Technical Sciences, Assistant professor, I.I. Polzunov Altai State Technical University.

S. G. Ivanov – Doctor of Technical Sciences, Chief Researcher, Associate Professor, Head of the Laboratory of Microscopy, I.I. Polzunov Altai State Technical University.

E. V. Chernykh – Candidate of Physical and Mathematical Sciences, Assistant professor, I.I. Polzunov Altai State Technical University.

V. V. Romanenko – Candidate of Physical and Mathematical Sciences, Assistant professor, I.I. Polzunov Altai State Technical University.

A. M. Guryev – Doctor of Technical Sciences, Professor, Head of department, I.I. Polzunov Altai State Technical University, Wuhan Textile University.

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.  
The authors declare that there is no conflict of interest.

Статья поступила в редакцию 21.06.2023; одобрена после рецензирования 03.07.2023; принята к публикации 17.07.2023.

The article was received by the editorial board on 21 June 23; approved after reviewing 03 July 23; accepted for publication 17 July 23.

---

Отпечатано в типографии АлтГТУ. Адрес: 656038, Алтайский край, г. Барнаул, пр. Ленина, д. 46

Сдано в набор 20.09.2023 г. Подписано в печать 25.09.2023 г. Дата выхода в свет 30.09.2023 г.  
Формат 60x84 1/8 Бумага офсет Гарнитура Таймс Печать цифровая  
Усл. печ. л. 14,88 / Тираж 250 экз. Заказ № 98