

MATERIALS PHYSICS AND MECHANICS

Vol. 33, No. 1, 2017

MATERIALS PHYSICS AND MECHANICS

Principal Editors:

Dmitrii Indeitsev
*Institute of Problems of Mechanical Engineering
of the Russian Academy of Science (RAS), Russia*

Andrei Rudskoi
Peter the Great St.Petersburg Polytechnic University, Russia

Founder and Honorary Editor: Ilya Ovid'ko (1961-2017)

*Institute of Problems of Mechanical Engineering
of the Russian Academy of Sciences (RAS), Russia*

Staff Editors:

Anna Kolesnikova
*Institute of Problems of Mechanical Engineering
of the Russian Academy of Sciences (RAS), Russia*

Alexander Nemov
Peter the Great St.Petersburg Polytechnic University, Russia

Editorial Board:

E.C. Aifantis
Aristotle University of Thessaloniki, Greece
K.E. Aifantis
University of Florida, USA
U. Balachandran
Argonne National Laboratory, USA
A. Bellosi
Research Institute for Ceramics Technology, Italy
A.K. Belyaev
Institute of Problems of Mechanical Engineering (RAS), Russia
S.V. Bobylev
Institute of Problems of Mechanical Engineering (RAS), Russia
A.I. Borovkov
Peter the Great St.Petersburg Polytechnic University, Russia
G.-M. Chow
National University of Singapore, Singapore
Yu. Estrin
Monash University, Australia
A.B. Freidin
Institute of Problems of Mechanical Engineering (RAS), Russia
Y. Gogotsi
Drexel University, USA
I.G. Goryacheva
Institute of Problems of Mechanics (RAS), Russia
D. Hui
University of New Orleans, USA
G. Kiriakidis
IESL/FORTH, Greece
D.M. Klimov
Institute of Problems of Mechanics (RAS), Russia
G.E. Kodzhasspirov
Peter the Great St.Petersburg Polytechnic University, Russia

S.A. Kukushkin
Institute of Problems of Mechanical Engineering (RAS), Russia
T.G. Langdon
University of Southampton, U.K.
V.P. Matveenko
Institute of Continuous Media Mechanics (RAS), Russia
A.I. Melker
Peter the Great St.Petersburg Polytechnic University, Russia
Yu.I. Meshcheryakov
Institute of Problems of Mechanical Engineering (RAS), Russia
N.F. Morozov
St.Petersburg State University, Russia
R.R. Mulyukov
Institute for Metals Superplasticity Problems (RAS), Russia
Yu.V. Petrov
St.Petersburg State University, Russia
N.M. Pugno
Politecnico di Torino, Italy
B.B. Rath
Naval Research Laboratory, USA
A.E. Romanov
Ioffe Physico-Technical Institute (RAS), Russia
A.M. Sastry
University of Michigan, Ann Arbor, USA
B.A. Schrefler
University of Padua, Italy
N.V. Skiba
Institute of Problems of Mechanics (RAS), Russia
A.G. Sheinerman
Institute of Problems of Mechanics (RAS), Russia
R.Z. Valiev
Ufa State Aviation Technical University, Russia
K. Zhou
Nanyang Technological University, Singapore

“Materials Physics and Mechanics” Editorial Office:

Phone: +7(812)591 65 28 **E-mail:** mpmjournal@spbstu.ru **Web-site:** <http://www.mpm.spbstu.ru>

International scientific journal "Materials Physics and Mechanics" is published by Peter the Great St.Petersburg Polytechnic University in collaboration with Institute of Problems of Mechanical Engineering of the Russian Academy of Sciences in both hard copy and electronic versions.

The journal provides an international medium for the publication of reviews and original research papers written in English and focused on the following topics:

- Mechanics of nanostructured materials (such as nanocrystalline materials, nanocomposites, nanoporous materials, nanotubes, quantum dots, nanowires, nanostructured films and coatings).
- Physics of strength and plasticity of nanostructured materials, physics of defects in nanostructured materials.
- Mechanics of deformation and fracture processes in conventional materials (solids).
- Physics of strength and plasticity of conventional materials (solids).

Owner organizations: Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University; Institute of Problems of Mechanical Engineering RAS.

Materials Physics and Mechanics is indexed in Chemical Abstracts, Cambridge Scientific Abstracts, Web of Science Emerging Sources Citation Index (ESCI) and Elsevier Bibliographic Databases (in particular, SCOPUS).



МЕХАНИКА И ФИЗИКА МАТЕРИАЛОВ

Materials Physics and Mechanics

Том 33, номер 1, 2017 год

Учредители:

ФГАОУ ВО «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого»
ФГБУН «Институт проблем машиноведения Российской Академии Наук»

Редакционная коллегия журнала

Главные редакторы:

д.ф.-м.н., чл.-корр. РАН **Д.А. Индейцев**
Институт проблем машиноведения Российской Академии Наук (РАН)

д.т.н., академик РАН **А.И. Рудской**
Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого

Основатель и почетный редактор: д.ф.-м.н. **И.А. Овидько (1961-2017)**
Институт проблем машиноведения Российской Академии Наук (РАН)

Ответственные редакторы

д.ф.-м.н. **А.Л. Колесникова**
Институт проблем машиноведения Российской Академии Наук (РАН)

к.т.н. **А.С. Немов**
Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого

Международная редакционная коллегия:

д.ф.-м.н., проф. **А.К. Беляев**
Институт проблем машиноведения РАН, Россия
д.ф.-м.н. **С.В. Бобылев**
Институт проблем машиноведения РАН, Россия
к.т.н., проф. **А.И. Боровков**
Санкт-Петербургский политехнический у-т Петра Великого, Россия
д.ф.-м.н., проф. **Р.З. Валиев**
Уфимский государственный технический университет, Россия
д.ф.-м.н., академик РАН **И.Г. Горячева**
Институт проблем механики РАН, Россия
д.ф.-м.н., академик РАН **Д.М. Климов**
Институт проблем механики РАН, Россия
д.т.н., проф. **Г.Е. Коджаспиров**
Санкт-Петербургский политехнический у-т Петра Великого, Россия
д.ф.-м.н., проф. **С.А. Кукушкин**
Институт проблем машиноведения РАН, Россия
д.ф.-м.н., академик РАН **В.П. Матвеев**
Институт механики сплошных сред РАН, Россия
д.ф.-м.н., проф. **А.И. Мелькер**
Санкт-Петербургский политехнический у-т Петра Великого, Россия
д.ф.-м.н., проф. **Ю.И. Мещеряков**
Институт проблем машиноведения РАН, Россия
д.ф.-м.н., академик РАН **Н.Ф. Морозов**
Санкт-Петербургский государственный университет, Россия
д.ф.-м.н., чл.-корр. РАН **Р.Р. Мулюков**
Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, Россия
д.ф.-м.н., чл.-корр. РАН **Ю.В. Петров**
Санкт-Петербургский государственный университет, Россия
д.ф.-м.н., проф. **А.Е. Романов**
Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Россия
д.ф.-м.н. **Н.В. Скиба**
Институт проблем машиноведения РАН, Россия
д.ф.-м.н., проф. **А.Б. Фрейдин**
Институт проблем машиноведения РАН, Россия
д.ф.-м.н. **А.Г. Шейнман**
Институт проблем машиноведения РАН, Россия

Prof., Dr. **E.C. Aifantis**
Aristotle University of Thessaloniki, Greece
Dr. **K.E. Aifantis**
University of Florida, USA
Dr. **U. Balachandran**
Argonne National Laboratory, USA
Dr. **A. Bellosi**
Research Institute for Ceramics Technology, Italy
Prof., Dr. **G.-M. Chow**
National University of Singapore, Singapore
Prof., Dr. **Yu. Estrin**
Monash University, Australia
Prof., Dr. **Y. Gogotsi**
Drexel University, USA
Prof., Dr. **D. Hui**
University of New Orleans, USA
Prof., Dr. **G. Kiriakidis**
IESL/FORTH, Greece
Prof., Dr. **T.G. Langdon**
University of Southampton, UK
Prof., Dr. **N.M. Pugno**
Politecnico di Torino, Italy
Dr. **B.B. Rath**
Naval Research Laboratory, USA
Prof., Dr. **A.M. Sastry**
University of Michigan, Ann Arbor, USA
Prof., Dr. **B.A. Schrefler**
University of Padua, Italy
Prof. Dr. **K. Zhou**
Nanyang Technological University, Singapore

Тел.: +7(812)591 65 28 E-mail: mpmjourn@spbstu.ru Web-site: <http://www.mpm.spbstu.ru>

Тематика журнала

Международный научный журнал "Materials Physics and Mechanics" издается Санкт-Петербургским политехническим университетом Петра Великого в сотрудничестве с Институтом проблем машиноведения Российской Академии Наук в печатном виде и электронной форме. Журнал публикует обзорные и оригинальные научные статьи на английском языке по следующим тематикам:

- Механика наноструктурных материалов (таких как нанокристаллические материалы, нанокомпозиты, нанопористые материалы, нанотрубки, наноструктурные пленки и покрытия, материалы с квантовыми точками и проволоками).
- Физика прочности и пластичности наноструктурных материалов, физика дефектов в наноструктурных материалах.
- Механика процессов деформирования и разрушения в традиционных материалах (твердых телах).
- Физика прочности и пластичности традиционных материалов (твердых тел).

Редколлегия принимает статьи, которые нигде ранее не опубликованы и не направлены для опубликования в другие научные издания. Все представляемые в редакцию журнала "Механика и физика материалов" статьи рецензируются. Статьи могут отправляться авторам на доработку. Не принятые к опубликованию статьи авторам не возвращаются.

Журнал "Механика и физика материалов" ("Materials Physics and Mechanics") включен в систему цитирования Web of Science Emerging Sources Citation Index (ESCI), SCOPUS и РИНЦ.

© 2017, Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого
© 2017, Институт проблем машиноведения Российской Академии Наук

Содержание

Auxetic behaviour of carbon nanostructures.....	1-11
J.A. Baimova, L.Kh. Rysaeva, S.V. Dmitriev, D.S. Lisovenko, V.A. Gorodtsov, D.A. Indeitsev	
Ti₂AlNb-based intermetallic alloys and composites.....	12-18
M.R Shagiev, R.M. Galeev, O.R. Valiakhmetov	
Сверхпластичность Al-Mg-Sc(Zr) сплавов, подвергнутых интенсивной пластической деформации	19-28
Е.В. Автокротова, О.Ш. Ситдилов, М.В. Маркушев	
EBSD анализ микроструктуры аустенитной стали после прокатки в криогенных условиях.....	29-40
А.Ф. Алетдинов, С.Ю. Миронов, Г.Ф. Корзникова, Р.Г. Зарипова, Т.Н. Конькова, М.М. Мышляев	
Об устойчивости одномерных бушей нелинейных колебательных мод в графене.....	41-48
Ю.А. Баимова, С.А. Щербинин, Г.М. Чечин, С.В. Дмитриев	
Исследование одномерной нелинейной колебательной моды в ГЦК алюминии.....	49-56
О.В. Бачурина, Р.Т. Мурзаев, Е.А. Корзникова, С.В. Дмитриев	
Формирование твердофазного соединения из никелевых сплавов ЭК79 и ЭП975.....	57-68
Э.В. Галиева, В.А. Валитов, М.Ю. Жигалова, Р.Я. Лутфуллин, А.Х. Ахунова	
Дискретные бризеры в близи поверхности интерметаллидного сплава Pt₃Al	69-79
П.В. Захаров, Е.А. Корзникова, С.В. Дмитриев	
Жаропрочные интерметаллидные сплавы и композиты на основе титана: микроструктура, механические свойства и возможное применение.....	80-96
В.М. Имаев, Р.М. Имаев, Р.А. Гайсин, Т.И. Назарова, М.Р. Шагиев, Р.Р. Мулюков	
Циклическая трещиностойкость соединений титанового сплава Ti-6Al-4V, полученных линейной сваркой трением	97-103
Р.М. Кашаев, М.И. Нагимов, А.М. Хуснуллин	
Влияние структуры на деформационную способность сплавов системы Fe-Cr-Co.....	104-112
А.В. Корзников, Г.Ф. Корзникова	
Эффект предварительного и повторного старения на наноструктурирование и упрочнение интенсивно деформированного алюминиевого сплава Д16.....	113-123
М.В. Маркушев, Е.В. Автокротова, Р.Р. Ильясов, С.В. Крымский, О.Ш. Ситдилов	
Пластическая деформация сплава системы Ni-Mn-Ga методом всесторонней изотермическойковки.....	124-136
И.И. Мусабилов, И.М. Сафаров, Р.М. Галеев, Д.Д. Афоничев, В.В. Коледов, А.И. Рудской, Р.Р. Мулюков	
Микроструктура, механические свойства и термическая стабильность ультрамелкозернистого Al-Mg-Sc-Zr сплава, полученного всесторонней изотермической ковкой.....	137-151
О.Ш. Ситдилов, Е.В. Автокротова, О.Э. Мухаметдинова, Р.Н. Гарипова, Р.Р. Ильясов, М.В. Маркушев	

**Влияние сложного нагружения при изотермической раскатке на
формообразование полых валов из труднодеформируемых сплавов.....152-160**
Ф.З. Утяшев, М.И. Нагимов, Ш.Х. Мухтаров

**Влияние наноструктурирования катода из алюминиевого сплава Al-6%Mg
на ток тлеющего газового разряда.....161-170**
Р.Х. Хисамов, К.С. Назаров, И.М. Сафаров, И.И. Мусабилов,
Ю.М. Юмагузин, Р.Р. Мулюков

**Математическое моделирование процесса раскатки полого вала из жаропрочного
никелевого сплава в условиях сверхпластической деформации.....171-177**
Р.В. Шахов, М.И. Нагимов, Ш.Х. Мухтаров, Ф.З. Утяшев, Р.Ю. Сухоруков, А.А. Сидоров

Contents

Auxetic behaviour of carbon nanostructures.....	1-11
J.A. Baimova, L.Kh. Rysaeva, S.V. Dmitriev, D.S. Lisovenko, V.A. Gorodtsov, D.A. Indeitsev	
Ti₂AlNb-based intermetallic alloys and composites.....	12-18
M.R. Shagiev, R.M. Galeev, O.R. Valiakhmetov	
Superplasticity of Al-Mg-Sc(Zr) alloys, subjected to intense plastic deformation.....	19-28
E.V. Avtokratova, O.Sh. Sitdikov, M.V. Markushev	
EBSD analysis of austenite steel microstructure after cryogenic rolling	29-40
A.F. Aletdinov, S.Y. Mironov, G.F. Korznikova, R.G. Zaripova, T.N. Konkova, M.M. Myshlyaev	
On the stability of one-dimensional bushes in graphene.....	41-48
J.A. Baimova, S.A. Shcherbinin, G.M. Chechin, S.V. Dmitriev	
Investigation of one-dimensional nonlinear vibrational model in FCC aluminum.....	49-56
O.V. Bachurina, R.T. Murzaev, E.A. Korznikova, S.V. Dmitriev	
Formation of the joint during solid-state bonding of Ni-based superalloys EP975 and EK79.....	57-68
E.V. Galieva, V.A. Valitov, M.Yu. Zhigalova, R.Y. Lutfulin, A.Kh. Akhunova	
Surface discrete breathers in the Pt₃Al intermetallic alloy.....	69-79
P.V. Zakharov, E.A. Korznikova, S.V. Dmitriev	
Heat-resistant intermetallic alloys and composites based on titanium: microstructure, mechanical properties and possible application.....	80-96
V.M. Imayev, R.M. Imayev, R.A. Gaisin, T.I. Nazarova, M.R. Shagiev, R.R. Mulyukov	
Cyclic crack resistance of linear friction welded Ti-6Al-4V alloy joints.....	97-103
R.M. Kashaev, M.I. Nagimov, A.M. Husnullin	
Influence of the structure on the deformation ability of the Fe-Cr-Co system alloys.....	104-112
A.V. Korznikov, G.F. Korznikova	
Effect of aging and re-aging on nanostructuring and strengthening of severely deformed aluminum alloy.....	113-123
M.V. Markushev, E.V. Avtokratova, R.R. Ilyasov, S.V. Krymskiy, O.Sh. Sitdikov	
Plastic deformation of the Ni-Mn-Ga alloy by multiple isothermal forging	124-136
I.I. Musabirov, I.M. Safarov, R.M. Galeev, D.D. Afonichev, V.V. Koledov, A.I. Rudskoi, R.R. Mulyukov	
Microstructure, mechanical properties and thermal stability of the ultrafine grained Al-Mg-Sc-Zr alloy processed by multi-directional isothermal forging	137-151
O.Sh. Sitdikov, E.V. Avtokratova, O.E. Mukhametdinova, R.N. Garipova, R.R. Ilyasov, M.V. Markushev	
Effect of complex loading during isothermal roll-forming on forming of hollow shafts out of hard-to-deform alloys	152-160
F.Z. Utyashev, M.I. Nagimov, Sh.Kh. Mukhtarov	

**Effect of nanostructuring of Al-6%Mg aluminum alloy cathode on
the glow gas-discharge current.....161-170**
R.Kh. Khisamov, K.S. Nazarov, I.M. Safarov, I.I. Musabirov,
Yu.M. Yumaguzin, R.R. Mulyukov

**Numerical simulation of superplastic roll-forming of a hollow shaft
out of nickel-based superalloy171-177**
R.V.Shakhov, M.I. Nagimov, Sh.Kh. Mukhtarov, F.Z. Utyashev, R.Yu. Sukhorukov, A.A. Sidorov

AUXETIC BEHAVIOUR OF CARBON NANOSTRUCTURES

**J.A. Baimova^{1*}, L.Kh. Rysaeva¹, S.V. Dmitriev^{1,2}, D.S. Lisovenko³,
V.A. Gorodtsov³, D.A. Indeitsev⁴**

¹Institute for Metals Superplasticity Problems of the Russian Academy of Sciences, 39 Khalturin Str., Ufa
450001, Russia

²National Research Tomsk State University, 36 Lenin Ave, Tomsk 634050, Russia

³Ishlinsky Institute for Problems in Mechanics of the Russian Academy of Sciences, prospect Vernadsky 101-1,
Moscow 119526, Russia

⁴Institute of Problems of Mechanical Engineering of the Russian Academy of Sciences, prospect Bolshoj 61,
V.O., St. Petersburg 199178, Russia

*e-mail: julia.a.baimova@gmail.com

Abstract. Various carbon nanostructures and their properties are of great interest nowadays. It is well known that graphene has unique mechanical properties among other carbon nanomaterials and at some conditions graphene can show auxetic behavior which means that it can have negative Poisson's ratio. From the consideration of the mechanical properties of graphene and 3D carbon-based nanomaterials, several groups of promising candidates to be auxetics can be mentioned. In this study, mechanical properties of strained graphene and different diamond-like three-dimensional structures based on carbon nanotubes (tubulanes) are investigated by molecular dynamics method. It is shown that graphene has negative Poisson's ratio under homogeneous tensile strain above 0.12. It is found that three of the studied tubulanes have negative Poisson's ratio.

Keywords: auxetics, graphene, tubulanes, carbon nanostructure, mechanical properties.

1. Introduction

Materials with negative Poisson's ratio, also termed auxetics, have been extensively studied for many years [1-10]. Auxetic materials present the possibility of manufacturing structures and composites with improved mechanical properties such as higher shear modulus or greater indentation resistance [11]. It is well known, that auxetic behaviour can lead to increased vibration and acoustic absorption properties [12]. When conventional materials are uniaxially stretched, they usually deform in such a way that their lateral dimensions decrease, which can be quantified by Poisson's ratio defined by

$$\nu_{(ij)} = -\frac{\varepsilon_j}{\varepsilon_i}. \quad (1)$$

Here, ε_i is the applied uniaxial strain in i -direction and ε_j is the corresponding strain in an orthogonal j -direction. For auxetic materials, the value of Poisson's ratio would be negative since applied strain is positive but thickness increases and thus ε_j is also positive. Auxetic behavior is generated by material's internal structure and mechanism of deformation under external loading. Semi-auxetic (or partially auxetic) materials are defined as those that exhibit negative Poisson's ratio in some Cartesian planes and positive in the others.

It has been shown that negative Poisson's ratio can be found for tension along different directions for anisotropic materials [13-24]. Among materials with negative characteristics are metals with the cubic anisotropy (for example, Li, Na, Fe, K, Cu, Ag, Au, Ni, Cs, Ca), chain organic molecules, paper-type structures, folded sheet materials, foams, zeolites etc. Despite a large number of existing auxetics, the search of new auxetic materials is still of high importance. Graphene and other carbon nanostructures look very promising to exhibit auxetic behavior, which was previously confirmed. In Fig. 1, the auxetics among carbon nanostructures reported to date are shown. As it can be seen, several methods can be applied for Poisson's ratio engineering: introduction of defects, application of a strain, corrugation, and fabrication of carbon nanostructures with complex architectures.

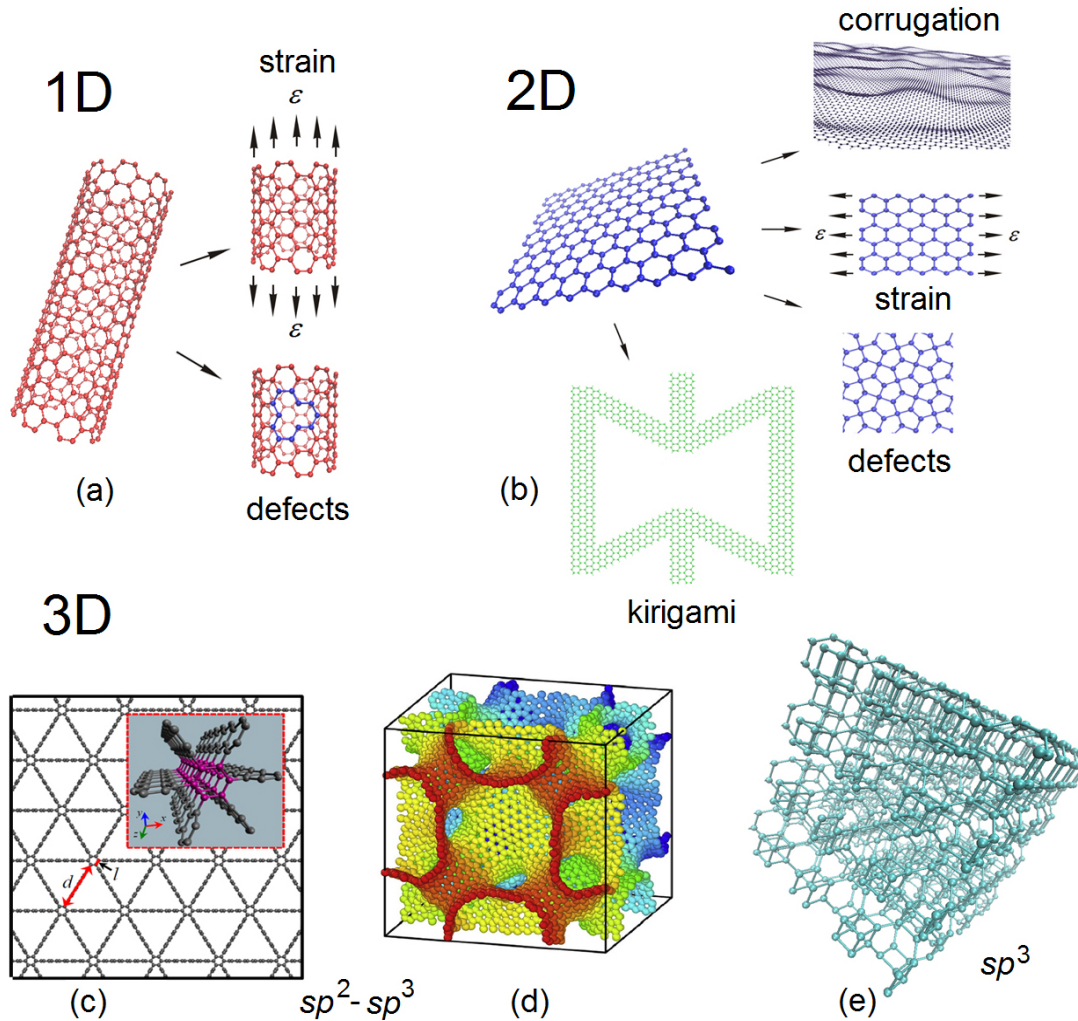


Fig. 1. Auxetics among carbon nanostructures: (a) carbon nanotube with defects, (b) graphene, (c-e) 3D nanostructures: graphene nanotruss network [38], three-dimensional carbon foam [40], diamond-like phase A3, correspondingly.

Despite recent successful attempts to discover auxeticity in graphene-based and related carbon-based materials, the routes to convert graphene to a material with significant auxetic characteristics at ambient conditions are still to be identified. To date, auxeticity was found mostly for carbon nanotubes [1, 2, 25-28] or graphene which is already known to have some negative parameters, for example, negative thermal expansion, potential auxeticity at various conditions, such as very high temperatures [29] or resonance under fully blocked boundary conditions [30]. Effect of different factors on auxeticity was studied for graphene [9, 31, 32]. For example, corrugation can effectively lead to auxeticity of graphene [9, 33]. The lowering

of Poisson's ratio was found due to an introduction of low concentrations of vacancies. In recent years, graphene kirigami (Fig.1 b) has been investigated due to its specific properties under deformation [34] and unusual auxetic behaviour [35].

One of the ways to achieve auxeticity and to tailor the anisotropy is the development of 3D carbon-based network structures. Among 3D carbon nanostructures are diamond-like phases composed of fullerenes connected to each other by covalent bonds [36], pillared graphene which is the 3D combination of graphene sheets and carbon nanotubes [37], graphene nanotruss network with FCC geometry [38]. Several computational studies were carried out to explore the mechanical properties of such novel 3D nanostructures. Configurations with negative Poisson's ratio were found for all the mentioned above structures, for example, pillared graphene and diamond-like phases based on the fullerene-like molecules [37, 39, 40], which opens new opportunities for designing nanostructures with a high bulk modulus. Also, for graphene and carbon nanotubes one of the possible ways to tune negative values of Poisson's ratio is the application of a homogeneous strain [38, 41]. For example, an in-plane negative Poisson's ratio, intrinsically existing in the graphene-based 3D carbon foams, is found when they are compressed uniaxially [41]. In general, negative Poisson's ratio in these structures is attributed to their unique molecular structures and it is triggered by the buckling of the structural elements.

For better understanding of the auxeticity of carbon nanostructures, careful investigation of the mechanical properties of carbon nanopolymorphs and 3D carbon-based structures is required. This work presents the results on controlling graphene properties by elastic deformation to achieve negative Poisson's ratio. Several auxetic structures are also found among diamond-like phases. All the results are obtained by molecular dynamics simulations.

2. Simulation details

Two types of structures are considered in the present work: plane graphene with the sp^2 -hybridisation of atoms and diamond-like 3D phases (DLPs) with the sp^3 -hybridisation of atoms. To study mechanical properties of carbon structures, several approaches have been developed, for example, molecular dynamics models based on Brenner [42] or AIREBO [43] potentials. A description of existing models and their comparison with each other and experimental results is presented in [30, 44]. In the present work, the simulation of graphene is carried out using the standard set of interatomic potentials developed by Savin [45], while carbon diamond-like phases are simulated using the AIREBO potential. Both potentials were successfully used for investigation of various properties of carbon structures such as thermal conductivity [45, 46], nonlinear properties [47-50], vibrational modes localized at the graphene edges [51, 52], stability range of graphene [38-40] etc. All details of the standard set of potentials can be found in [45] and those of AIREBO potential in [43].

A pristine graphene sheet is constructed and positioned in the xy -plane with the zigzag direction being aligned parallel to the x -axis. The primitive cell of flat graphene defined by the translation vectors $\mathbf{a}_1$, $\mathbf{a}_2$ contains two carbon atoms, each having three degrees of freedom (Fig. 2). Periodic boundary conditions are applied along x and y directions.

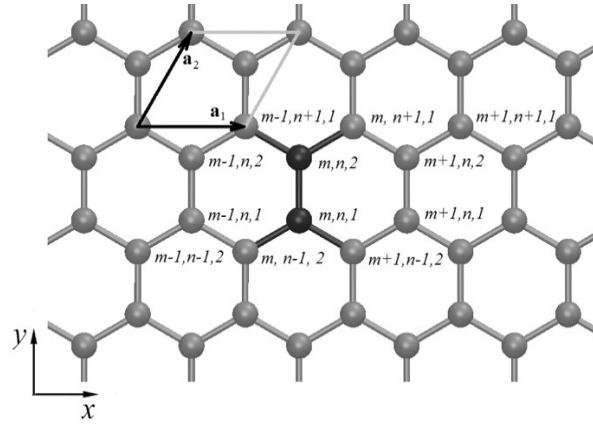


Fig. 2. Graphene structure with the numbering of atoms. Primitive translation cell of graphene is shown by the vectors $\mathbf{a}_1$, $\mathbf{a}_2$.

To calculate elastic moduli, small elastic normal (ε_{xx} , ε_{yy}) and shear (ε_{xy}) strains are applied to the computational cell within the stability region of flat graphene and the resulting stress components σ_{xx} , σ_{yy} and σ_{xy} are calculated. Poisson's ratio ν can be defined as the ratio between transverse and longitudinal strain components taken with the negative sign, as expressed by (1).

Carbon DLPs are three-dimensional carbon structures, where each carbon atom is connected to four other atoms by covalent bond, similar to the diamond structure. DLPs that include structures based on polymerized fullerene-like molecules, graphene sheets, carbon nanotubes were theoretically predicted in [36]. The structural features depend on the unit cell and its anisotropy (cubic, tetragonal or orthorhombic). Examples of such bulk structures are shown in Fig. 3 in a perspective view. Methods of synthesis and production of such structures have been actively studied for the last few years, because such DLPs and diamond-like films are promising for the creation of protective coatings, transportation of pharmaceuticals, and the creation of "smart" organic filters.

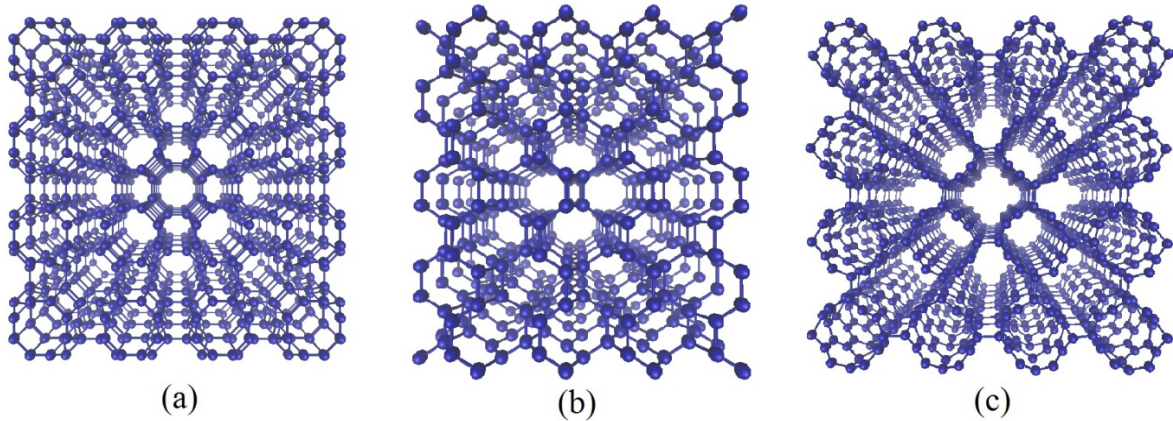


Fig. 3. Examples of 3D structures based on polymerized (a) a fullerene-like molecules, (b) graphene sheets, (c) carbon nanotubes.

In this paper, carbon DLPs based on carbon nanotubes (called tubulanes) are studied. To create a DLP, home-made program is used: known initial coordinates of atoms inside the primitive cells and translation vectors are used to construct 3D structures by simple translation of the cell (shown in Fig. 3) along three dimensions. To clarify some features of the structures, several important parameters of the stable DLP considered in the present work are presented in Table 1 (taken from [36]) where a , b , c are lattice parameters for hexagonal (TA7, TB) and tetragonal (TA1, TA3, TA5, TA6) lattice, ρ – density of the structure, N – number of atoms in

the primitive cell. Positions of each atom in the primitive cell and other structural characteristics (for example, valence angles, sublimation energies, etc.) can be found in [36].

Table 1. Structural characteristics for tubulanes.

Tubulanes	a (Å)	b (Å)	c (Å)	ρ (g/cm ³)	N
TA1	6.461	6.461	2.577	2.966	16
TA3	3.558	3.558	4.314	2.921	8
TA5	6.917	6.917	4.406	3.027	24
TA6	7.007	7.007	4.165	3.122	32
TA7	6.856	6.856	4.710	2.820	24
TB	4.421	4.421	2.530	2.794	6

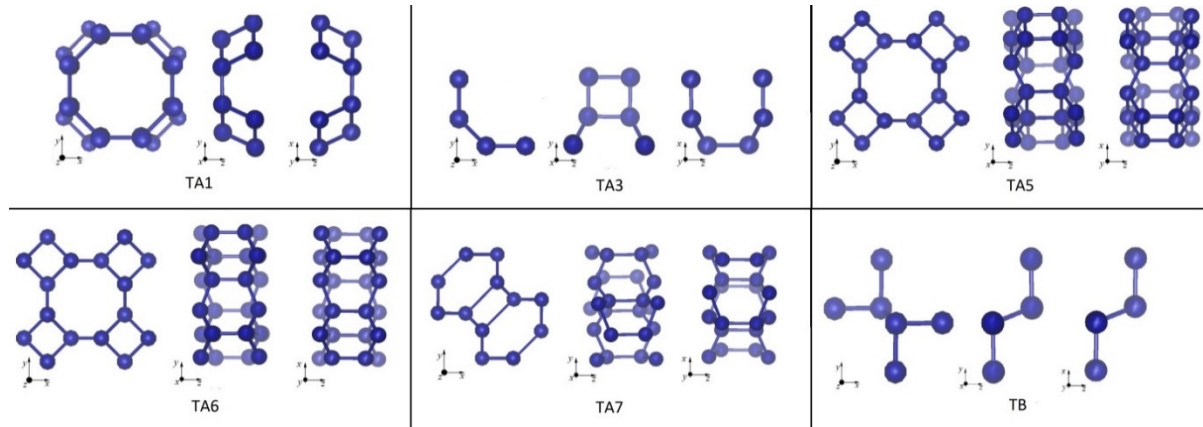


Fig. 4. Primitive cells for the six studied tubulanes.

To calculate stiffness and compliance constants for DPL, the following methodology is applied: small single-component tensile σ_{xx} , σ_{yy} or shear σ_{xy} stress is applied to the computational cell and the corresponding strain components ϵ_{xx} , ϵ_{yy} and ϵ_{xy} are calculated. All the structures are thermalized at the temperature close to 0 K with the Nose-Hoover thermostat. Compliance coefficients are found from the Hooke's law taking into account symmetry of the structure.

3. Simulation Results

3.1. Graphene. Graphene, one-atom-thick layer of carbon atoms, shows unique mechanical, physical and electronic properties. Previously, Poisson's ratio of graphene was found to be equal to 0.416 and 0.456 by molecular mechanics (MM) simulations with Tersoff-Brenner [53] and COMPASS force field [54] potentials, respectively, to 0.398 by MD using REBO potential [55] and to 0.310 by tight-binding simulations [56]. In the present work, Poisson's ratio of unstrained defect-free graphene calculated by MD with the standard set of interatomic potentials is equal to 0.52 and calculated by MD with AIREBO potential is equal to 0.474 that is close to known to date experimental results. It should be noted that different simulation methods and interatomic potentials give a variance of the magnitude of Poisson's ratio and to date there is no method for an exact calculation of the elastic constants. Nevertheless, according to [57, 58], among various potentials for molecular dynamics AIREBO can describe mechanical properties quite well.

Various conditions and external effects can lead to the achievement of a negative Poisson's ratio and it is very important to find proper conditions to tailor graphene to the auxetic form. The well-known successful approach to improve properties of nanostructured materials is elastic strain engineering [59], which is a rapidly developing branch of materials science. It

was previously shown, that graphene can have negative Poisson's ratio resulting from a de-wrinkling mechanism [9], which mimics the behavior exhibited by a crumpled sheet of paper when it is stretched. As it was shown theoretically, any isotropic elastic body under hydrostatic pressure can have negative Poisson's ratio within the region of its thermodynamic stability [60]. Negative Poisson's ratio is detected in graphite under negative pressure in [61]. Thus, in the present work, strain is also used to tune graphene properties.

At first, graphene plane was stretched along x and y direction at different combinations of strain values to define the stability region. The stability analysis of infinite, flat graphene sheet under in-plane strain has been performed by calculating the frequencies of phonon modes, using the methodology presented in [37, 38]. The flat shape of infinite graphene sheet is stable if there are no negative eigenvalues in the phonon spectrum throughout the first Brillouin zone. When no imaginary frequencies in the phonon spectrum of strained graphene are found, it is stable, otherwise it is unstable. Stability region of graphene (at $e_{xy}=0$) [62-64] is shown in Fig. 5 in the two-dimensional space of elastic strain components (e_{xx} , e_{yy}) by solid black line. As it can be seen from Fig. 5, graphene can sustain quite high elastic strain level: about 0.37 tension along zigzag direction and about 0.27 tension along armchair direction. If the border of the stability region is crossed from inside on an increase of e_{xx} or/and e_{yy} then fracture of graphene takes place.

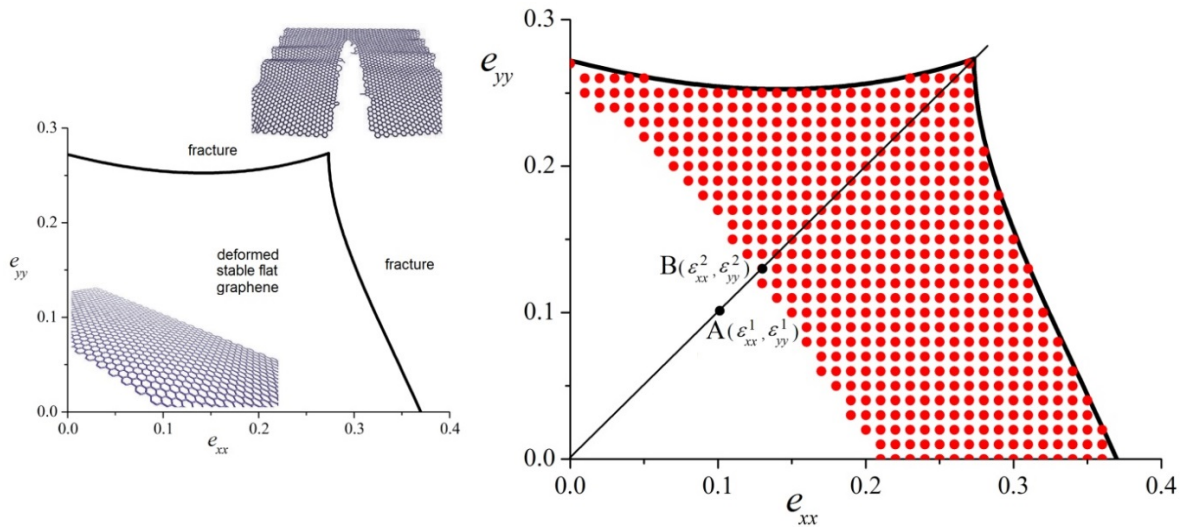


Fig. 5. The stability region of flat graphene in the space of the in-plane strain components e_{xx} , e_{yy} . In red region graphene has negative Poisson's ratio.

Graphene subjected to an in-plane uniform strain (at each point of the stability region with the strain step 0.01) is then relaxed to find the minimum energy shape. If the flat structure of graphene is stable, the out-of-plane perturbations disappear as a result of relaxation. If it is unstable, the nanoribbon either fractures or evolves to a shape with out-of-plane displacements of atoms. The relaxation was carried out by means of MD with a viscosity term introduced into the equations of atomic motion. The value of the viscosity coefficient was optimized to speed up the relaxation process.

Let us consider the calculation of Poisson's ratio in the present model in details. The main strain components are written as e_{xx} and e_{yy} while local strain components are written as ε_{xx} and ε_{yy} . Once an equilibrium strained configuration is obtained, a small (local) tensile loading is applied at each point of the stability region (for example, points A or B). Corresponding to the applied small single-component tension $\varepsilon_{xx} = \varepsilon$ in the x direction, the resultant strain in the y direction is computed as

$$\varepsilon_{yy} = \frac{l - l_0}{l_0}, \quad (2)$$

where l is the length after stretching and l_0 is the initial length. Then, the Poisson's ratio is calculated from Eq. (1). At the point A ($e_{xx} = 0.1$, $e_{yy} = 0.1$) small strain $0.005 < \varepsilon_{xx}^1 < 0.01$ is applied and local strain ε_{yy}^1 is calculated the same as for point B. Obviously, if $\varepsilon_{xx} > 0$ and $\varepsilon_{yy} < 0$, Poisson's ratio is positive and if $\varepsilon_{xx} > 0$ and $\varepsilon_{yy} > 0$, it is negative. Thus, for the strain inside the white region graphenes behave like a conventional material (where point A is located), but for the strain inside the red region it is auxetic (where point B is located). As it can be seen from Fig. 5, for tension higher than $e_{xx} \sim 0.2$ along zigzag direction and $e_{yy} \sim 0.25$ along armchair direction graphene has a negative Poisson's ratio. Negative Poisson's ratio is found at the biaxial strain $e_{xx}=e_{yy} > 0.12$. The region with negative Poisson's ratio (red region in Fig. 5) is much wider along the zigzag direction (x axis) than along the armchair direction (y axis).

3.2 Carbon diamond-like phases (tubulanes). Four of DLPs studied here (TA1, TA3, TA5, TA6) have tetragonal anisotropy and two DLPs (TA7, TB) have hexagonal anisotropy. Using Hooke's law for anisotropic solids [67] the compliance coefficients for various choices of non-zero stress components σ_{xx} , σ_{zz} , σ_{xz} or σ_{xy} can be calculated from the following formulas for crystals with tetragonal anisotropy:

$$\begin{aligned} s_{11} &= \frac{\varepsilon_{xx}}{\sigma_{xx}}, \quad s_{12} = \frac{\varepsilon_{yy}}{\sigma_{xx}}, \quad s_{13} = \frac{\varepsilon_{zz}}{\sigma_{xx}}, \\ s_{33} &= \frac{\varepsilon_{zz}}{\sigma_{zz}}, \\ 2s_{44} &= \frac{\varepsilon_{xz}}{\sigma_{xz}}, \quad 2s_{66} = \frac{\varepsilon_{xy}}{\sigma_{xy}}. \end{aligned} \quad (3)$$

Then, stiffness coefficients can be calculated from relations

$$\begin{aligned} c_{11} + c_{12} &= \frac{s_{33}}{s}, \quad c_{11} - c_{12} = \frac{1}{(s_{11} - s_{12})}, \quad c_{13} = -\frac{s_{13}}{s}, \\ c_{33} &= \frac{s_{11} - s_{12}}{s}, \quad c_{44} = \frac{1}{s_{44}}, \quad c_{66} = \frac{1}{s_{66}}, \end{aligned} \quad (4)$$

where $s = s_{33}(s_{11} + s_{12}) - 2s_{13}^2 > 0$.

As it was already mentioned, four tubulanes studied in this work have 6-constant tetragonal symmetry. Elastic properties of such structures are fully characterized by six independent compliance coefficients s_{11} , s_{33} , s_{44} , s_{66} , s_{12} and s_{13} on which thermodynamic constraints $s_{11} > 0$, $1 > s_{12}/s_{11} > 2s_{13}^2/(s_{33}s_{11}) - 1$, $s_{33} > 0$, $s_{44} > 0$, $s_{66} > 0$ are imposed. The compliance and stiffness coefficients calculated with the help of (2) are given in Table 2. For tetragonal crystals Poisson's ratio ν and Young's modulus E can be expressed in terms of Euler's angles as follows [23]:

$$-\frac{\nu}{E} = A(\varphi, \theta) \cos^2 \psi + B(\varphi, \theta) \sin^2 \psi + D(\varphi, \theta) \sin \psi \cos \psi, \quad (5)$$

$$\frac{1}{E} = s_{11} - \frac{\Delta_1}{2} \sin^2 2\varphi \sin^4 \theta - 2\Delta_2 \cos^2 \theta + \Delta_3 \cos^4 \theta, \quad (6)$$

$$A(\varphi, \theta) = s_{12} \sin^2 \theta + s_{13} \cos^2 \theta + \frac{\Delta_1}{2} \sin^2 2\varphi \sin^2 \theta, \quad (7)$$

$$B(\varphi, \theta) = s_{13} + \frac{1}{4} \left(\Delta_3 - \frac{\Delta_1}{2} \sin^2 2\varphi \right) \sin^2 2\theta, \quad (8)$$

$$D(\varphi, \theta) = 0.5\Delta_1 \sin 4\varphi \sin^2 \theta \cos \theta, \quad (9)$$

$$\Delta_1 \equiv s_{11} - s_{12} - 0.5s_{66}, \quad \Delta_2 \equiv s_{11} - s_{13} - 0.5s_{44}, \quad \Delta_3 \equiv s_{11} + s_{33} - 2s_{13} - s_{44}. \quad (10)$$

Here, Young's modulus is a periodic function with periods $T_\varphi = \pi/2$, $T_\theta = \pi$, and Poisson's ratio has periods $T_\varphi = \pi/2$, $T_\theta = 2\pi$, $T_\psi = \pi$.

Table 3 shows the extreme values of Poisson's ratio for tubulanes calculated with the help of Eqs. (3)-(8). From these results, it can be seen that one of considered DLP is auxetic. Negative values of Poisson's ratio are observed for TA6 ($\nu_{\min} = -0.03$). In Fig. 6 the auxeticity surface ($\nu = 0$) is shown for the structure TA6 in the space of Euler's angles φ , θ , ψ . Auxeticity zone is inside these surfaces. With the help of this zone it is possible to determine the direction of extension (unit vector $\mathbf{n}$) and transverse deformation (unit vector $\mathbf{m}$) at which negative Poisson's ratio will be observed. The connection between vectors $\mathbf{n}$ and $\mathbf{m}$ with Euler's angles φ , θ , ψ has the form

$$\mathbf{n} = \begin{pmatrix} \sin \varphi \sin \theta \\ -\cos \varphi \sin \theta \\ \cos \theta \end{pmatrix}, \quad \mathbf{m} = \begin{pmatrix} \cos \varphi \cos \psi - \sin \varphi \cos \theta \sin \psi \\ \sin \varphi \cos \psi + \cos \varphi \cos \theta \sin \psi \\ \sin \theta \sin \psi \end{pmatrix}.$$

Table 2. Values of the compliance coefficients s_{ij} and stiffness coefficients c_{ij} for tubulanes.

Tubulanes	s_{11} , TPa ⁻¹	s_{12} , TPa ⁻¹	s_{13} , TPa ⁻¹	s_{33} , TPa ⁻¹	s_{44} , TPa ⁻¹	s_{66} , TPa ⁻¹
TA1	2.15	-0.88	-0.52	2.63	7.90	5.51
TA3	1.90	-0.71	-0.53	2.59	7.76	4.96
TA5	1.55	-0.49	-0.30	1.14	5.60	2.16
TA6	1.47	-0.01	-0.13	0.82	4.73	2.77
Tubulanes	c_{11} , GPa	c_{12} , GPa	c_{13} , GPa	c_{33} , GPa	c_{44} , GPa	c_{66} , GPa
TA1	652	318	196	461	130	182
TA3	707	294	165	464	129	201
TA5	820	350	226	989	179	463
TA6	690	13.8	109	1255	212	361

Table 3. Minimum ($\nu_{\min}$) and maximum ($\nu_{\max}$) values of Poisson's ratio for tubulanes.

Tubulanes	Result	$\nu_{\min}$	$\nu_{\max}$
TA1	non-auxetic	0.20	0.41
TA3	non-auxetic	0.20	0.40
TA5	non-auxetic	0.01	0.55
TA6	auxetic	-0.03	0.41

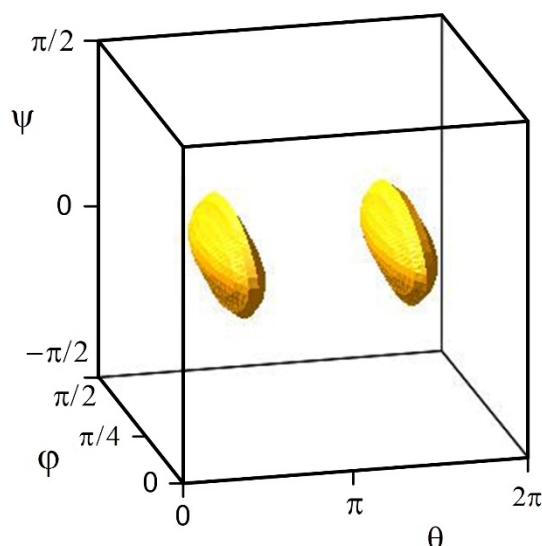


Fig. 6. Auxeticity surface ($\nu = 0$) for tubulan TA6.

4. Conclusions

Results presented in this paper show that two- and three-dimensional carbon nanostructures can have an auxetic behavior. Three-dimensional assembly of graphene, carbon nanotubes or fullerenes can lead to the production of porous structures with novel properties, including auxetic behavior. The possible application of such auxetic carbon nanomaterials includes the design of nanocomposites, nanooscillators, membrane structures having multifunctional characteristics, etc.

What is more important, carbon nanostructures with negative Poisson's ratio can be designed in a controllable way. Elastic strain engineering (change of physical and mechanical properties by application of elastic strain), defect introduction, or change of the structural parameters of 3D carbon materials are the promising approaches to tune mechanical properties of graphene and tubulanes. As it was shown in the present work, graphene becomes auxetic under biaxial tension above 12%. For tension along the zigzag direction, graphene has negative Poisson's ratio within the strain range 20.5%-37%, and for tension along the armchair direction within the range 25%-27%, where 37% and 27% are the largest values of the uniaxial strain that graphene can sustain being stretched along the zigzag and the armchair directions, respectively. As it was shown in [9], crumpling can also be used for tailoring of graphene properties. One of the possible ways to achieve crumpled configuration of graphene in a controllable manner and possibly design crumpled graphene sheet with the negative characteristics is, again, application of a strain [62-64]. Thus, it looks very promising to use strain engineering to achieve auxetic properties of graphene.

Several intriguing results and remarkable trends reported in the present work can be considered as the basis for the future studies. The core issues, which are the tuning of auxetic properties by application of strain or introduction of defects, still require additional studies. Another unresolved issue is the investigation of negative characteristic of the other diamond-like structures. Diamond-like structures presented in [39] are based only on the fullerene-like molecules, while the structures composed of carbon nanotubes or graphene sheet, connected by the covalent bonds were not studied yet. It should also be noted, that the results for graphene can be used for understanding of some other membrane-like materials.

Acknowledgements. J.A.B acknowledge financial support from the Russian Foundation for Basic Research grant No. 16-32-00483-mol_a. L.Kh.R. acknowledge financial support from the Russian Science Foundation, grant No. 14-13-00982. D.S.L. and V.A.G. acknowledges

financial support from the Russian Foundation for Basic Research grant No. 16-01-00325. S.V.D. acknowledges financial support from the Russian Science Foundation, grant No. 14-13-00982.

References

- [1] G. Van Lier, C. Van Alsenoy, V. Van Doren, P. Geerligs // *Chemical Physics Letters* **326** (2000) 181.
- [2] F. Scarpa, S. Adhikari, C. Y. Wang // *Journal of Physics D: Applied Physics* **42** (2009) 142002.
- [3] A. Smolyanitsky, V.K. Tewary // *Nanotechnology* **22** (2011) 085703.
- [4] K.W. Wojciechowski // *Physics Letters A* **137** (1989) 60.
- [5] V.V. Novikov, K.W. Wojciechowski // *Physics of the Solid State* **41** (1999) 1970.
- [6] A.A. Pozniak, H. Kaminski, P. Kedziora, P.B. Maruszewski, T. Strek, K.W. Wojciechowski // *Reviews on Advanced Materials Science* **23** (2010) 169.
- [7] A.A. Pozniak, J. Smardzewski, K.W. Wojciechowski // *Smart Materials and Structures* **22** (2013) 084009.
- [8] K.V. Tretiakov, K.W. Wojciechowski // *Physica Status Solidi B* **250** (2013) 2020.
- [9] J.N. Grima, S. Winczewski, L. Mizzi, M.C. Grech, R. Cauchi, R. Gatt, D. Attard, K.W. Wojciechowski, J. Rybicki // *Advanced Materials* **27** (2015) 1455.
- [10] K.L. Alderson, A. Alderson, J.N. Grima, K.W. Wojciechowski // *Physica Status Solidi B* **251** (2014) 263.
- [11] K.E. Evans, A. Alderson // *Advanced Materials* **12** (2000) 617.
- [12] F. Scarpa, L.G. Ciffo, J.R. Yates // *Smart Materials and Structures* **13** (2004) 49.
- [13] R.H. Baughman, J.M. Shacklette, A.A. Zakhidov, S. Stafstrom // *Nature* **392** (1998) 362.
- [14] S.P. Tokmakova // *Physica Status Solidi B* **242** (2005) 721.
- [15] A. Norris // *Proceedings of Royal Society of London A* **462** (2006) 3385.
- [16] A.C. Branka, D.M. Heyes, K.W. Wojciechowski // *Physica Status Solidi B* **246** (2009) 2063.
- [17] R.V. Goldstein, V.A. Gorodtsov, D.S. Lisovenko // *Mechanics of Solids* **45** (2010) 529.
- [18] Z.A.D. Lethbridge, R.I. Walton, A.S.H. Marmier, C.W. Smith, K.E. Evans // *Acta Materialia* **58** (2010) 6444.
- [19] R.V. Goldstein, V.A. Gorodtsov, D.S. Lisovenko // *Doklady Physics* **56** (2011) 602.
- [20] R.V. Goldstein, V.A. Gorodtsov, D.S. Lisovenko // *Doklady Physics* **56** (2011) 399.
- [21] A.C. Branka, D.M. Heyes, K.W. Wojciechowski // *Physica Status Solidi B* **248** (2011) 96.
- [22] R.V. Goldstein, V.A. Gorodtsov, D.S. Lisovenko // *Physica Status Solidi B* **250** (2013) 2038.
- [23] R.V. Goldstein, V.A. Gorodtsov, D.S. Lisovenko, M.A. Volkov // *Letters on Materials* **5** (2015) 409.
- [24] R.V. Goldstein, V.A. Gorodtsov, D.S. Lisovenko // *Physical Mesomechanics* **18** (2015) 213.
- [25] V.R. Coluci, L.J. Hall, M.E. Kozlov, M. Zhang, S.O. Dantas, D.S. Galvao, R.H. Baughman // *Physical Review B* **78** (2008) 115408.
- [26] L.J. Hall, V.R. Coluci, D.S. Galvao, M.E. Kozlov, M. Zhang, S.O. Dantas, R.H. Baughman // *Science* **320** (2008) 504.
- [27] P. Jindal, V.K. Jindal // *Journal of Computational and Theoretical Nanoscience* **3** (2006) 148.
- [28] Y.T. Yao, A. Alderson, K.L. Alderson // *Physica Status Solidi B* **245** (2008) 2373.
- [29] F.L. Braghin, N. Hasselmann // *Physical Review B* **82** (2010) 035407.
- [30] F. Scarpa, S. Adhikari, A. S. Phani // *International Journal of Novel Materials* **1** (2010) 39.

- [31] R. Dettori, E. Cadelano, L. Colombo // *Journal of Physics: Condensed Matter* **24** (2012) 104020.
- [32] A. Tapia, R. Peon-Escalante, C. Villanueva, F. Aviles // *Computational Materials Science* **55** (2012) 255.
- [33] H. Qin, Y. Sun, J. Zhe Liu, M. Lia, Y. Liu // *Nanoscale* **9** (2017) 4135.
- [34] M.K. Blees, A.W. Barnard, P.A. Rose et al. // *Nature* **524** (2015) 204.
- [35] K. Cai, J. Luo, Y. Ling, J. Wan, Q. Qin // *Scientific Reports* **6** (2016) 35157.
- [36] V.A. Greshnyakov, E.A. Belenkov, V.M. Berezin, *Crystal structure and properties of diamond-like carbon phase* (Chelyabinsk: SUSU, 2012).
- [37] S. Sihn, V. Varshney, A. K. Roy, B. L. Farmer // *Carbon* **50** (2012) 603.
- [38] A. Pedrielli, S. Taioli, G. Garberoglio, N. M. Pugno // *Carbon* **111** (2017) 796.
- [39] D.S. Lisovenko, J.A. Baimova, L.Kh. Rysaeva, V.A. Gorodtsov, A.I. Rudskoy, S.V Dmitriev // *Physica Status Solidi B* **253** (2016) 1303.
- [40] J.A. Baimova, L.Kh. Rysaeva, A.I. Rudskoy // *Diamond and Related Materials* (2018). (in Press).
- [41] J. Zhang, Q. Xiong // *Mesoscale and Nanoscale Physics* arXiv:1708.09226 [cond-mat.mes-hall].
- [42] D.W. Brenner // *Physical Review B* **42** (190) 9458.
- [43] S. Stuart, A. Tutein, J. Harrison // *Journal of Chemical Physics* **112** (2000) 6472.
- [44] F. Scarpa, S. Adhikari, A. S. Phani // *Nanotechnology* **20** (2009) 065709.
- [45] A.V. Savin, Yu.S. Kivshar, B. Hu // *Physical Review B* **82** (2010) 195422.
- [46] A.V. Savin, B. Hu, Yu.S. Kivshar // *Physical Review B* **80** (2009) 195423.
- [47] A.V. Savin, Yu.S. Kivshar // *Europhysics Letters* **82** (2008) 66002.
- [48] J.A. Baimova, S.V. Dmitriev, K. Zhou // *Europhysics Letters* **100** (2012) 36005.
- [49] E.A. Korznikova, J.A. Baimova, S.V. Dmitriev // *Europhysics Letters* **102** (2013) 60004.
- [50] S.V. Dmitriev, E.A. Korznikova, J.A. Baimova, M.G. Velarde // *Physics-Uspekhi* **59** (2016) 446.
- [51] A.V. Savin, Yu.S. Kivshar // *Europhysics Letters* **89** (2010) 46001.
- [52] A.V. Savin, Yu.S. Kivshar // *Physical Review B* **81** (2010) 165418.
- [53] C.D. Reddy, S. Rajendran, K.M. Liew // *Nanotechnology* **17** (2006) 864.
- [54] L.X. Zhou, Y.G. Wang, G.X. Cao // *Journal of Physics: Condensed Matter* **25** (2013) 125302.
- [55] Q. Lu, R. Huang // *International Journal of Applied Mechanics* **1** (2009) 443.
- [56] E. Cadelano, P. L.Palla, S. Giordano // *Physical Review Letters* **102** (2009) 235502.
- [57] S.S. Gupta, R.C. Batra // *Journal Computational and Theoretical Nanoscience* **7** (2010) 1.
- [58] A. Kuz'kin, A.M. Krivtsov // *Doklady Physics* **56** (2011) 527.
- [59] T. Zhu, J. Li // *Progress in Materials Science* **55** (2010) 710.
- [60] K.W. Wojciechowski // *Molecular Physics Reports* **10** (1995) 129-136.
- [61] R.V. Goldstein, V.A. Gorodtsov, D.S. Lisovenko // *Physica Status Solidi B* **253** (2016) 1261.
- [62] J.A. Baimova, S.V. Dmitriev, K. Zhou, A.V. Savin // *Physical Review B* **86** (2012) 035427.
- [63] J.A. Baimova, S.V. Dmitriev, K. Zhou // *Physica Status Solidi B* **249** (2012) 1393.
- [64] J.A. Baimova, S.V. Dmitriev, K. Zhou // *Europhysics Letters* **100** (2012) 36005.
- [65] D.C. Elias et al. // *Science* **323** (2009) 610.
- [66] B. Liu, J.A. Baimova, S.V. Dmitriev, X. Wang, H. Zhu, K. Zhou // *Journal of Physics D: Applied Physics* **46** (2013) 305302.
- [67] S.R. Lehknitskii, *Theory of Elasticity of an Anisotropic Body* (Dover Publications Ins., NY, 1963).

Ti₂AlNb-BASED INTERMETALLIC ALLOYS AND COMPOSITES

M.R Shagiev*, R.M. Galeev, O.R. Valiakhmetov

Institute for Metals Superplasticity Problems of Russian Academy of Sciences,

39 Khalturin Str., Ufa 450001, Russia

*e-mail: marat@imsp.ru

Abstract. Optimization of the chemical composition of Ti₂AlNb-based alloy resulted in development of high-strength Ti-20.3Al-22.1Nb-1.2Zr-1.3V-0.9Mo-0.3Si (at.%) intermetallic with rather low density $\rho \approx 5.1 \text{ g/cm}^3$. Mechanical properties of the alloy were considerably improved due to formation of the homogeneous ultrafine-grained structure. The ultrafine-grained material exhibited both high strength and ductility at room temperature ($\sigma_{\text{UTS}}=1400 \text{ MPa}$; $\delta=25\%$) and superplastic behavior in the temperature range of 850-1000°C ($\delta_{\text{max}}=930\%$ at $T=900^\circ\text{C}$). The metal-intermetallic composites consisting of alternating layers of the orthorhombic intermetallic alloy and the commercial high-temperature titanium alloy were produced. The 3-layered composite had high strength and reasonable ductility both at room and elevated temperatures: $\sigma_{\text{UTS}}=1235 \text{ MPa}$ and $\delta=4\%$ at $T=20^\circ\text{C}$; $\sigma_{\text{UTS}}=875 \text{ MPa}$ and $\delta=21\%$ at $T=600^\circ\text{C}$.

Keywords: intermetallic Ti₂AlNb-based alloy, ultrafine-grained material, mechanical properties, metal/intermetallic composite.

1. Introduction

The progress in engineering, aerospace, and nuclear industries requires new structural materials that should possess a higher level of service properties as compared to the commonly used materials [1-7]. In this regard, titanium alloys and intermetallics based on titanium aluminides are of a great interest. Titanium alloys have relatively low density, sufficient ductility, and fracture toughness [1]. However, they have reasonable creep and oxidation resistance only at temperatures up to 500-550°C. Intermetallic alloys based on titanium aluminides are considered as promising materials for high-temperature applications [1-3]. They possess much better resistance to creep and burn than conventional titanium alloys, enabling operation at temperatures of 600-800°C. Intermetallics based on the ordered orthorhombic Ti₂AlNb-phase do not suffer from the very poor ductility and fracture toughness usually associated with titanium aluminides based on γ -TiAl and α_2 -Ti₃Al [2-7]. However, because of the high content of niobium, these intermetallic alloys are substantially heavier ($\rho > 5 \text{ g/cm}^3$) than other titanium aluminides and optimization of the alloy composition in order to decrease their density is an important issue. This task may be solved by substitution of some of niobium atoms with such alloying elements as molybdenum and vanadium, which are stronger β -stabilizers than niobium [8-10]. Besides, for commercial application of Ti₂AlNb-based alloys the problems of workability improvement and decreasing the temperatures of secondary processing should be also overcome. It was recently shown that grain refinement provides substantial increase in ductility and decrease in the temperatures of superplasticity [11-14]. Thus, grain refinement in Ti₂AlNb-based alloys to submicron or even nanometer level seems to be an effective way for their workability improvement.

Another way to obtain material, which combines both high-temperature strength and reasonable ductility, is production of composites consisting of alternating layers of intermetallic and commercial high-temperature titanium alloy. The technology of production of composites out of dissimilar materials was recently developed at the Institute for Metals Superplasticity Problems [14-16]. It includes preliminary microstructure refinement in the preforms of the composite components, their solid state bonding, subsequent heat treatment, and secondary processing. Formation of the ultrafine-grained (UFG) microstructure in the preforms provides the closeness of mechanical properties in dissimilar materials and, thus, uniform distribution of strains within the composite layers during solid state bonding and subsequent processing. Preliminary microstructure refinement in the preforms also makes possible to decrease the temperature of the solid state bonding and increase the quality of the joint [12].

In the present work, both research targets were successfully realized to improve mechanical properties of the Ti₂AlNb-based alloy. The optimized composition of Ti₂AlNb-based alloy was developed and the composites consisting of alternating layers of the orthorhombic intermetallic alloy and a two-phase titanium alloy were produced.

2. Experimental

The ingot with the nominal composition of Ti-20.3Al-22.1Nb-1.2Zr-1.3V-0.9Mo-0.3Si (at.%) was used as a starting material. Multi-step isothermal forging at temperatures below the β -transus and intermediate annealings were used for microstructure refinement. The processing details are given elsewhere [13,14].

Microstructure analysis was performed using Axiovert 100A and Olympus GX51 optical microscopes and JEM-2000EX transmission electron microscope operating at an accelerating voltage of 200 kV.

Tensile properties of flat electropolished samples were studied at temperatures ranging from 20°C to 1000°C and initial strain rates $\dot{\epsilon}=4.2\times10^{-4}$ - 8.3×10^{-2} s⁻¹ using an Instron testing machine. The gauge size of the UFG samples cut from forging pancakes was 10×3×2 mm³ while that for composite samples was 20×5×(2-4.5) mm³ depending on the thickness of the rolled composite plates. From the tensile tests, the elongation to rupture, δ , the ultimate tensile strength, σ_{UTS} , the yield strength, σ_Y , the steady state flow stress corresponding to elongation of 50%, σ_{50} , were determined.

Sheet rolling of the Ti₂AlNb-based alloy in the UFG condition was performed at T=850-950°C using a duo rolling mill with 300 mm-diameter rolls. The rolling details are given in [13,14].

In order to produce the sheet composite, the preforms out of the Ti₂AlNb-based intermetallic alloy and the commercial titanium alloy Ti-12Al-0.7Sn-2.17Zr-2Mo-0.26W-0.34Si (at.%), designated in Russia as VT25U, were first solid state bonded at 900-950°C in vacuum and then jointly hot rolled with $\dot{\epsilon}\approx10^{-1}$ s⁻¹ and $\epsilon=10\%$ per pass. Suggested technique was used to obtain 2-layered composite plates out of VT25U/Ti₂AlNb-based alloy with approximate sizes 150×50×2 mm³ and 3-layered composite plates out of VT25U/Ti₂AlNb-based alloy/VT25U with approximate sizes 150×50×4.5 mm³.

3. Results and Discussion

The so-called (O-Ti₂AlNb+B2-Ti) intermetallic alloys, which contain 20÷22 at.% of aluminium and 25÷27 at.% of niobium, have the best balance of mechanical properties among Ti₂AlNb-based intermetallic alloys and their density is $\rho\approx5.3$ -5.5 g/cm³ [8,17-19]. In order to decrease the density of Ti₂AlNb-based intermetallic alloys it makes sense to decrease the niobium content by its substitution with the stronger β -stabilizing alloying elements. According to literature data [8], an addition of 1 at.% of molybdenum or vanadium corresponds to the replacement of 4.25 or 1.58 at.% of niobium, respectively. Along with molybdenum, the

optimized alloy composition should also contain zirconium and silicon in order to compensate for the loss in yield stress and creep resistance due to reduced niobium content [9]. Optimization of the chemical composition of the (O-Ti₂AlNb+B2-Ti) intermetallic alloy resulted in development of the Ti-20.3Al-22.1Nb-1.2Zr-1.3V-0.9Mo-0.3Si alloy with a lower density $\rho \approx 5.1 \text{ g/cm}^3$.

Microstructure of the ingot consisted of equiaxed coarse grains of the Ti₂AlNb-phase with sizes ranging from 500 to 3000 μm and precipitations of the second β /B2-phase particles (Fig. 1a). After multi-step hot forging, a homogeneous UFG microstructure with the average grain size of $d \approx 0.3 \mu\text{m}$ was formed (Fig. 1b).

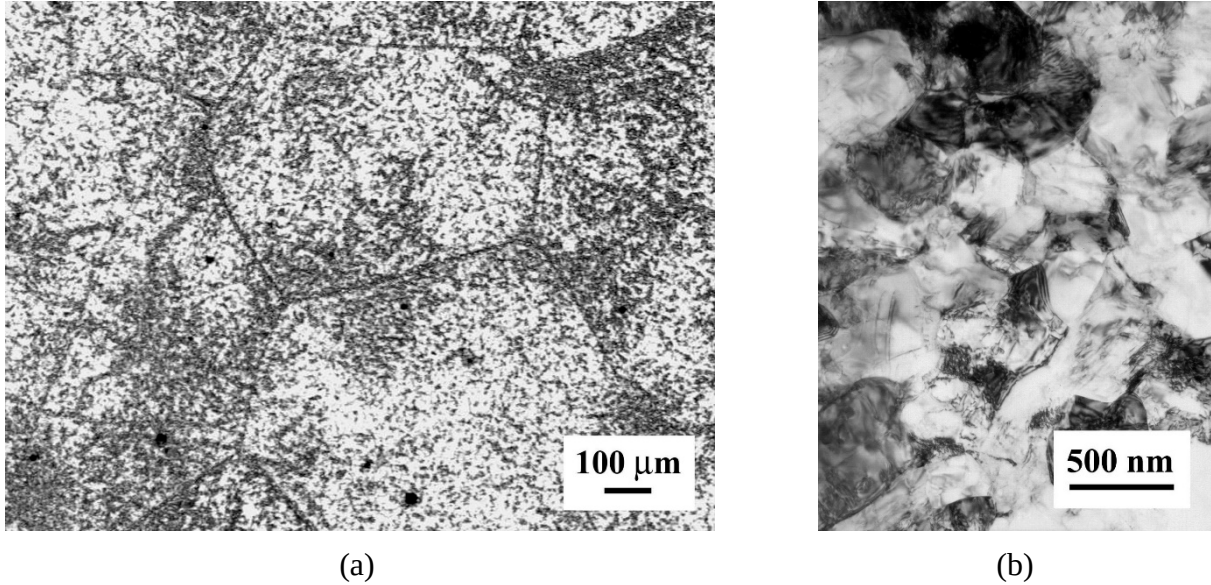


Fig. 1. Typical microstructures of the Ti₂AlNb-based intermetallic alloy: (a) the as-cast condition and (b) the UFG condition.

The UFG alloy showed both high strength and excellent ductility at room temperature. The ultimate strength reached $\sigma_{\text{UTS}} = 1400 \text{ MPa}$ and elongations up to $\delta = 25\%$ were obtained.

The intermetallic alloy exhibited superplastic behavior in the temperature range of $T = 850\text{--}1000^\circ\text{C}$ and at strain rates $\dot{\epsilon} = 4.2 \times 10^{-4}\text{--}2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ (Fig. 2). At $\dot{\epsilon} = 8.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, elongation first increased with increasing the testing temperature, reached a maximum $\delta = 755\%$ at $T = 900^\circ\text{C}$ and then decreased (Fig. 2a). The steady state flow stress decreased sharply from 366 MPa to 54 MPa when the temperature increased from 800°C to 900°C , while only a slight decrease in σ_{50} was observed in the temperature range of $900\text{--}1000^\circ\text{C}$ (Fig. 2a). At $T = 900^\circ\text{C}$, elongation of the UFG alloy increased with increasing the strain rate from $4.2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ to $4.2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, reached a maximum $\delta = 930\%$ at $\dot{\epsilon} = 4.2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ and then decreased (Fig. 2b). But even at a rather high strain rate $\dot{\epsilon} = 8.3 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ the elongation was as high as $\delta \approx 120\%$. The steady state flow stress at 900°C increased from 50 MPa to 264 MPa with increasing the strain rate from $4.2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ to $8.3 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ (Fig. 2b).

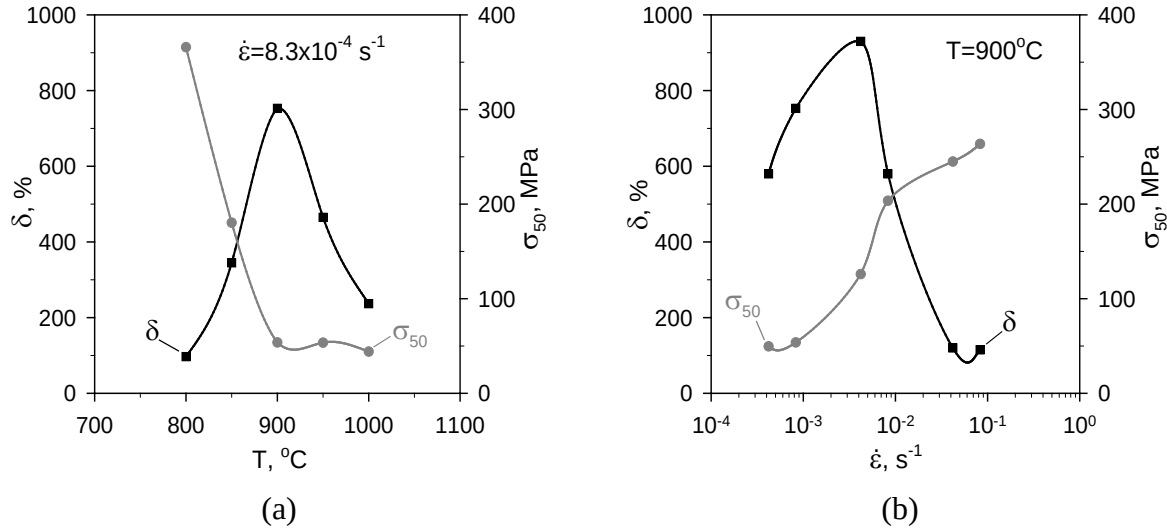


Fig. 2. (a) The temperature dependencies and (b) the strain rate dependencies of elongation, δ , and steady state flow stress, σ_{50} , of the UFG alloy.

In order to define the processing window for sheet rolling, mechanical behavior of the UFG material was studied in the temperature range of 700-1000°C and at a typical rolling strain rate $\dot{\epsilon} \approx 10^{-1} \text{ s}^{-1}$. The yield strength decreased from 515 MPa to 180 MPa with increasing the testing temperature from 800°C to 900°C (Fig. 3). The total elongation sharply increased from 38% to 120% in the temperature range of 800-850°C (Fig. 3) suggesting that sheet rolling of the UFG alloy should be performed at temperatures above 800°C. On the other hand, sheet rolling should be performed in the temperature range of thermal stability of microstructure, in order to avoid substantial grain growth and a decrease in ductility during hot rolling. As it was shown earlier [13], microstructure was quite stable against grain growth in the three-phase ($\text{Ti}_2\text{AlNb} + \beta/\text{B2} + \alpha_2$) region, i.e. below 1000°C. Reasoning from this, the temperature interval of sheet rolling of the Ti₂AlNb-based intermetallic alloy should be chosen within 850-950°C. Taking into account the temperature transients during hot rolling [20-21], the two-step sheet rolling technique for the UFG intermetallic alloy was developed. In the case of relatively thick preforms ($h > 10 \text{ mm}$), conventional bare rolling may be used, while for thin preforms ($h < 5 \text{ mm}$) the pack rolling should be performed.

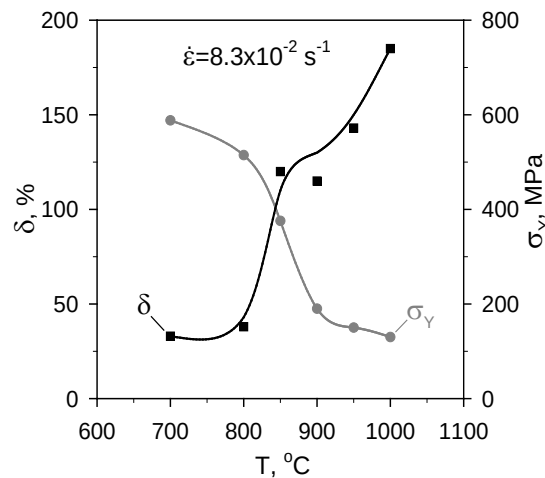


Fig. 3. The temperature dependencies of elongation, δ , and yield strength, σ_Y , of the UFG alloy.

The UFG Ti_2AlNb -based alloy was used for production of the composite plates which consisted of alternating layers of the intermetallic alloy and the commercial high-temperature titanium alloy VT25U with a microcrystalline structure ($d=5-10\ \mu\text{m}$). The smaller grain size in the intermetallic alloy provided the closeness of the temperature and strain rate intervals of superplasticity for both alloys [12-14] and made possible to perform their solid state bonding and subsequent hot rolling at 900-950°C. The microstructure of the bonding zone is shown in Fig. 4 and mechanical properties of multilayer composites are given in Table 1.

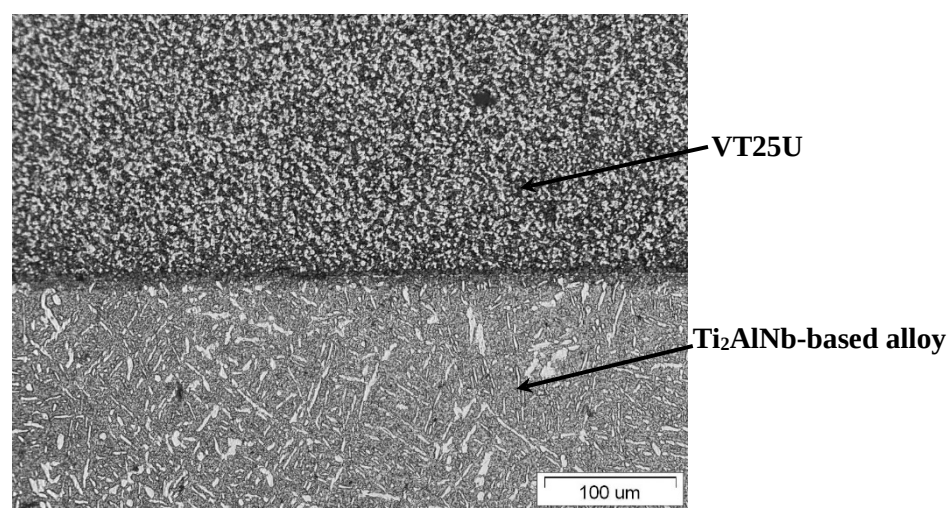


Fig. 4. Microstructure of the VT25U/ Ti_2AlNb -based alloy composite near the bonding zone.

Table 1. Mechanical properties of the metal-intermetallic composites.

T, °C	2-layered composite VT25U/ Ti_2AlNb -based alloy		3-layered composite VT25U/ Ti_2AlNb -based alloy/VT25U	
	σ_{UTS} , MPa	δ , %	σ_{UTS} , MPa	δ , %
20	1210	7	1235	4
600	835	12	875	21
700	610	18	645	26

The composites demonstrated high strength and reasonable ductility both at room and elevated temperatures. At 600-700°C, the ultimate strength and elongations of the 3-layered composite were higher than those of the 2-layered composite. This may be due to the favorable effect of titanium layers having a higher fracture toughness. As seen in Fig. 5, the cracks were initiated on the interlayer surfaces of the composite and grew rapidly in the intermetallic layer, while ductile titanium layers impeded the crack growth in the composite material. Reasoning from this, one may suggest that the increase of the number of layers would result in further improvement in mechanical properties of the metal-intermetallic composites.

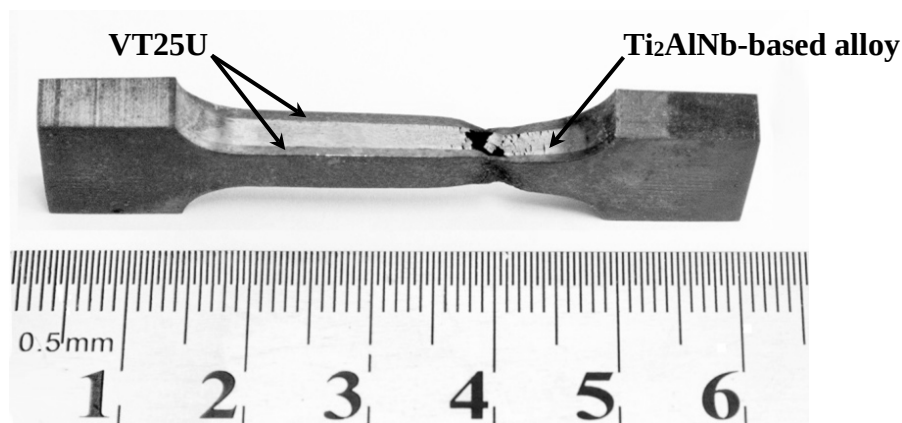


Fig. 5. The photograph image of the 3-layered VT25U/Ti₂AlNb-based alloy/VT25U composite tensile strained at 700°C. The test was interrupted before the failure.

4. Conclusions

The chemical composition of the Ti₂AlNb-based intermetallic alloy was optimized. The Ti-20.3Al-22.1Nb-1.2Zr-1.3V-0.9Mo-0.3Si (at.%) alloy had rather low density ($\rho \approx 5.1 \text{ g/cm}^3$) and excellent tensile mechanical properties. At room temperature, the alloy with a homogeneous UFG microstructure ($d \approx 0.3 \text{ }\mu\text{m}$) exhibited the ultimate strength $\sigma_{\text{UTS}} = 1400 \text{ MPa}$ and elongation $\delta = 25\%$. The UFG intermetallic alloy also demonstrated superplastic behavior at temperatures $T = 850\text{--}1000^\circ\text{C}$ and strain rates $\dot{\epsilon} = 4.2 \times 10^{-4}\text{--}2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. Maximum elongation $\delta = 930\%$ was obtained at $T = 900^\circ\text{C}$ and a strain rate $\dot{\epsilon} = 4.2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

Composites consisting of alternating layers of the Ti₂AlNb-based intermetallic alloy and the commercial high-temperature titanium alloy were produced by combination of solid state bonding and hot rolling. Metal-intermetallic composites exhibited improved strength and reasonable ductility both at room and elevated temperatures. Particularly, the 3-layered VT25U/Ti₂AlNb-based alloy/VT25U composite had the ultimate tensile strength $\sigma_{\text{UTS}} = 1235 \text{ MPa}$ and elongation $\delta = 4\%$ at room temperature and $\sigma_{\text{UTS}} = 875 \text{ MPa}$ and $\delta = 21\%$ at $T = 600^\circ\text{C}$.

Acknowledgement. The work was performed using the facilities of the shared services center of the Institute of Metals Superplasticity Problems of Russian Academy of Sciences «Structural and Physical-Mechanical Studies of Materials».

References

- [1] G. Lutjering, J.C. Williams, *Titanium* (Springer, Berlin, Heidelberg, 2007).
- [2] Y-W. Kim, D.M. Dimiduk // *JOM* **43**(8) (1991) 40.
- [3] N.A. Nochnovaya, V.I. Ivanov, E.B. Alekseev, A.S. Kochetkov // *Aviation Materials and Technologies* **S** (2012) 196. (in Russian).
- [4] D. Banerjee // *Progress in Materials Science* **42** (1997) 135.
- [5] T.K. Nandy, D. Banerjee // *Intermetallics* **8** (2000) 915.
- [6] A. Partridge, E. Shelton // *Air and Space Europe* **3** (2001) 170.
- [7] S. Emura, A. Araoka, M. Hagiwara // *Scripta Materialia* **48** (2003) 629.
- [8] F. Tang, S. Nakazawa, M. Hagiwara // *Materials Science and Engineering: A* **329-331** (2002) 492.
- [9] L. Germann, D. Banerjee, J.Y. Guedou, J.-L. Strudel // *Intermetallics* **13** (2005) 920.
- [10] Y. Mao, M. Hagiwara, S. Emura // *Scripta Materialia* **57** (2007) 261.
- [11] V.M. Imayev, R.M. Imayev, G.A. Salishchev // *Intermetallics* **8** (2000) 1.

- [12] R.R. Mulyukov, R.M. Imayev, A.A. Nazarov, V.M. Imayev, M.F. Imayev (eds.), *Superplasticity of Ultrafine-grained Alloys: Experiment, Theory, Technology* (Nauka, Moscow, 2014). (in Russian).
- [13] M.R. Shagiev, G.A. Salishchev // *Materials Science Forum* **584-586** (2008) 153.
- [14] M.R. Shagiev, R.M. Galeev, O.R. Valiakhmetov, R.V. Safiullin // *Advanced Materials Research* **59** (2009) 105.
- [15] R.M. Galeev, O.R. Valiakhmetov, R.V. Safiullin, V.M. Imayev, R.M. Imayev, H.-J. Fecht // *Materials Science and Technology* **25** (2009) 1485.
- [16] R.M. Galeev, O.R. Valiakhmetov, R.V. Safiullin, V.M. Imayev, R.M. Imayev // *Physics of Metals and Metallography* **107(3)** (2009) 312.
- [17] R.G. Rowe, D.G. Konitzer, A.P. Woodfield, J.C. Chesnutt // *Materials Research Society Symposia Proceedings. Materials Research Society* **213** (1991) 703.
- [18] A.K. Gogia, T.K. Nandy, D. Banerjee, T. Carisey, J.L. Strudel, J.M. Franchet // *Intermetallics* **6** (1998) 741.
- [19] E.B. Alekseev, N.A. Nochnovaya, V.I. Ivanov, P.V. Panin, A.V. Nowak // *Technology of light alloys* **1** (2015) 57. (in Russian).
- [20] S.L. Semiatin, M. Ohls, W.R. Kerr // *Scripta Metallurgica* **25** (1991) 1851.
- [21] M.R. Shagiev, G.A. Salishchev, O.N. Senkov, F.H. Froes // *Metallurgical and Materials Transactions A* **34** (2003) 1329.

СВЕРХПЛАСТИЧНОСТЬ Al-Mg-Sc(Zr) СПЛАВОВ, ПОДВЕРГНУТЫХ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

Е.В. Автократова*, О.Ш. Ситдилов, М.В. Маркушев

Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, ул. Степана Халтурина 39, г. Уфа, 450001, Россия

*e-mail: avtokratova@imsp.ru

Аннотация. Проведен обзор работ, посвященных высокоскоростной сверхпластичности Al-Mg сплавов, содержащих дисперсоиды алюминидов скандия и циркония и имеющих ультрамелкозернистую структуру, полученную с использованием методов интенсивной пластической деформации. Обсужден потенциал этих методов для улучшения показателей сверхпластичности. Рассмотрена природа достижения уникальных сверхпластических свойств, как и их деградации, в зависимости от способов и режимов деформационной обработки. Оценена эффективность обработки, сочетающей интенсивную и обычную деформацию, для получения ультрамелкозернистых листов с высокими характеристиками высокоскоростной сверхпластичности.

Ключевые слова: алюминиевый сплав, интенсивная пластическая деформация, ультрамелкозернистая структура, высокоскоростная сверхпластичность.

1. Введение

Важной и актуальной задачей, решаемой на стыке современного материаловедения, физики твердого тела и обработки металлов давлением, является повышение служебных и функциональных свойств промышленных конструкционных металлических материалов за счет оптимизации/изменения их состава, а также повышения эффективности их получения и обработки. Сказанное в полной мере относится к Al-Mg сплавам, комплексно легированным переходными металлами. Вследствие уникального набора физико-механических свойств, такие сплавы были даже выделены в отдельный новый класс – высокопрочных термически неупрочняемых алюминиевых сплавов [1]. Помимо высоких прочностных свойств, они одновременно обладают хорошей свариваемостью и высокой коррозионной стойкостью, - качеством, недостижимым магнелиями при отсутствии или низком содержании в них переходных металлов. Однако, несмотря на столь явные преимущества, широкое использование таких сплавов в промышленности ограничено рядом факторов, в том числе, низкой технологичностью при холодной штамповке из-за высокого предела текучести [1]. Альтернативой такой обработки может быть термомеханическая обработка, реализующая высокоскоростную сверхпластичность (СП) [2-16].

Эффект структурной СП промышленных алюминиевых сплавов наблюдается, как правило, в материалах с мелкозернистым строением (с размером зерен (d) менее 10-15 мкм) при растяжении в относительно узком диапазоне скоростей деформации ($\dot{\epsilon}$), верхняя граница которого редко превышает 10^{-3} с^{-1} [2]. Поскольку оптимальная скорость СП (скорость при которой отмечаются максимальные удлинения (δ)) обратно пропорциональна квадрату размера зерен [3], уменьшение последнего приводит к

смещению скоростного интервала СП в область более высоких скоростей деформации. Поэтому, для достижения высокоскоростной СП требуется измельчение зерен до субмикро- или даже нанометрического размера. Известно, что подобного измельчения зерен можно добиться интенсивной пластической деформацией (ИПД), используя такие методы как равноканальное угловое прессование (РКУП), кручение под высоким давлением (КВД) и другие [4,17]. С их помощью удалось значительно уменьшить размер зерен во многих сплавах, и тем самым обеспечить эффект СП при скоростях деформации не менее чем на порядок более высоких, чем скорости, использующиеся в настоящее время в промышленности [6-16]. А именно, при скоростях деформации вплоть до $\dot{\epsilon} \sim 10^3 \text{ с}^{-1}$.

Стоит отметить, что круг промышленных алюминиевых сплавов, в которых может наблюдаться эффект высокоскоростной СП, весьма ограничен. В основном это ограничение обусловлено недостаточной размерной стабильностью их зеренной структуры в условиях термического и деформационного воздействия при реализации СП деформации. В случае быстрого огрубления структуры, материал быстро теряет и способность к высокоскоростной СП. Такое поведение наблюдается в подавляющем большинстве сплавов промышленных композиций из-за недостаточного легирования переходными металлами, формирующими дисперсные алюминиды, эффективно препятствующие миграции границ зерен. Согласно работам [13,14], структура более стабильна в сплавах, одновременно содержащих несколько переходных металлов, таких как Sc и Zr, формирующих когерентные нанодисперсные частицы типа Al_3Sc и $\text{Al}_3(\text{Sc},\text{Zr})$ высокой плотности. Именно поэтому в сплавах системы Al-Mg-Sc(Zr) были обнаружены уникальные характеристики высокоскоростной СП (Таблица 1).

Таблица 1. Параметры обработки, структуры и высокоскоростной СП Al-Mg-Sc(Zr) сплавов.

Сплав	Обработка	d , мкм	T , °C	$\dot{\epsilon}$, с^{-1}	δ , %	m
Al-5,6Mg-0,32Sc [6]	КВД, $T_{\text{ком}}$	0,12	400	1×10^{-2}	1460	0,46
Al-1,5Mg-0,22Sc-0,15Zr [7]	РКУП, $T=200^\circ\text{C}$	0,2	450	1×10^{-1}	1470	-
Al-5,7Mg-0,32Sc [8]	РКУП, $T=325^\circ\text{C}$	1	450	$5,6 \times 10^{-2}$	2000	0,46
Al-3Mg-0,2Sc [9]	РКУП, $T_{\text{ком}}$	0,2	450	$1,0 \times 10^{-2}$	2100	0,55
Al-4,5Mg-0,2Zr-0,2Sc [10]	РКУП, $T=250^\circ\text{C}$	0,3-1	500	$4,5 \times 10^{-2}$	2130	0,6
Al-5,3Mg-0,23Sc-0,06Zr [11]	Трение с перемешиванием	2,6	450	1×10^{-1}	2150	-
Al-4,5Mg-0,22Sc-0,15Zr [7]	РКУП, $T=200^\circ\text{C}$	0,5	450	$3,3 \times 10^{-2}$	2250	-
Al-3Mg-0,2Sc [12]	РКУП, $T_{\text{ком}}$	0,2	400	$3,3 \times 10^{-2}$	2280	0,50
Al-5Mg-0,2Sc-0,08Zr [15]	РКУП, $T=325^\circ\text{C}$	1	450	$5,6 \times 10^{-2}$	4100	0,51
Al-5,8Mg-0,32Sc [16]	ВИК, $T=300^\circ\text{C}$	1,5	450	$1,4 \times 10^{-2}$	800	-

Цель настоящей работы – обсудить результаты недавних исследований, посвященных высокоскоростной СП ультрамелкозернистых (УМЗ) (с размером зерен 1 мкм и менее) Al-Mg-Sc(Zr) сплавов, проанализировать основные методы их получения с использованием ИПД и достигнутые СП характеристики.

2. Влияние ИПД на структуру и показатели СП Al-Mg-Sc(Zr) сплавов

Из сплавов системы Al-Mg-Sc(Zr) наибольший практический интерес вызывают сплавы с содержанием Mg от 4 до 6%, поскольку они обладают наибольшей прочностью, сопоставимой с прочностью дисперсионно-твердеющих сплавов. Однако, в [6,8,12] было показано, что термомеханическая обработка таких сплавов, в том числе с

использованием ИПД, является довольно сложной процедурой, в значительной мере зависящей от схемы и режимов обработки, в частности, метода и температуры деформации. Так, авторам работы [12] не удалось измельчить зерна сплава Al-5Mg-0,2Sc, используя РКУП при комнатной температуре, вследствие раннего разрушения заготовок из-за сильной локализации пластического течения. Аналогичный результат был получен на сплаве Al-6Mg-0,32Sc при угловом прессовании при температуре 150°C [18]: заготовки разрушались уже на 5-6 проходе РКУП. Термомеханическая обработка с ИПД подобных сплавов при комнатной температуре оказалась успешной только при использовании метода КВД [6], позволившего сформировать структуру близкую к нанокристаллической (размер зерен около 0,12 мкм), которая, в свою очередь обеспечила достижение удлинений до разрушения $\sim 1000-1500\%$ при скоростях деформации $10^{-2}-10^{-1} \text{ с}^{-1}$ и коэффициенте скоростной чувствительности, $m = 0,37-0,46$ (Таблица 1).

Повысить обрабатываемость сплавов и добиться получения качественных УМЗ заготовок позволило повышение температуры обработки. Так в [8] заготовки из сплава Al-5,7Mg-0,32Sc удалось подвергнуть РКУП при температуре 325°C до 16 проходов (до истинной степени сдвиговой деформации $e = 17$). Такая обработка привела к формированию в них УМЗ структуры с размером зерен около 1 мкм, которая обеспечила удлинения до разрушения 2000% при скорости деформации $5,6 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ и коэффициенте $m = 0,46$. При близкой скорости деформации удлинения до 2250% были зафиксированы на сплаве Al-4,5Mg-0,22Sc-0,15Zr, подвергнутом 8 проходам РКУП при температуре 200°C [7]. А в работе [11] сплав Al-5,33Mg-0,23Sc-0,49Mn-0,06Zr с размером зерен 2,6 мкм, полученным обработкой трением с перемешиванием, продемонстрировал удлинения до разрушения 2150% при скорости деформации 10^{-1} с^{-1} . Экстраординарные показатели высокоскоростной сверхпластичности с удлинениями до 4100% и $m=0,51$ были достигнуты при скорости деформации $5,6 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ и температуре 450°C в работе [15] на сплаве Al-5Mg-0,18Mn-0,2Sc-0,08Zr с однородной УМЗ структурой, сформированной РКУП при температуре 325°C (Рис. 1). При этом обращает на себя внимание тот факт, что структура, имея довольно большой (около 1 мкм) размер зерен, была равновесной с долей ультрамелких зерен около 0,9 и большеугловых границ $> 0,8$, и демонстрировала высокую термическую стабильность, обеспечивая уникально высокие удлинения. На сегодняшний день этот результат является рекордным для структурной сверхпластичности алюминиевых сплавов.

Наряду с упомянутыми выше методами ИПД, огромный потенциал для измельчения зеренной структуры сплавов имеет ВИК. Помимо прочих преимуществ, данный метод не требует больших затрат на изготовление специальной оснастки и может быть легко и эффективно реализован в промышленных условиях при повышенных температурах. Так в [16] было показано, что в сплаве Al-5,8Mg-0,32Sc ВИК при 300°C приводит к формированию структуры с размером зерен 1,5 мкм, а при 325°C - около 2 мкм [19], хотя ранее в [20], при анализе эволюции текстуры и структуры сплава Al-3Mg-Sc(Zr), при ВИК в интервале температур 20-400°C, было показано, что обработка при температурах 300°C и выше не приводит к заметному измельчению зерен. Положительный эффект ВИК на измельчение зерен был также зафиксирован в [21,22], где ковка гомогенизированного слитка сплава Al-5Mg-0,18Mn-0,2Sc-0,08Zr при температурах 450 и 325°C обеспечивала формирование структуры с размером зерен 2,5 и 1,2 мкм, соответственно. Еще большего измельчения зерен в этом сплаве удалось достичь в процессе ВИК, проведенной с понижением температуры в каждом цикле обработки, начиная с 450°C [23]. При этом технологическая пластичность сплава оказалась достаточной для его деформирования до $e=10,5$ и завершения ВИК при 100°C. В результате такой обработки была сформирована структура с размером кристаллитов около 100-170 нм, содержащая нанодисперсные частицы $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$, сохранившие

близкие к исходным размеры и однородное пространственное распределение. Важно отметить, что такая структура по морфологическим признакам была близка к структуре, наблюдавшейся в некоторых ГЦК и ГП сплавах после КВД при комнатной температуре [6].

Следует отметить, что, несмотря на значительное число работ, посвященных механическим свойствам алюминиевых сплавов, подвергнутых ИПД, характеристики СП этих сплавов после ВИК до сих пор детально не исследовались. Косвенные подтверждения эффективности метода ВИК для достижения высоких показателей СП были получены на термоупрочняемом сплаве 7475 системы Al-Zn-Mg-Cu [24]. В частности было показано, что мелкозернистая структура, формирующаяся при ковке при 490°C, обеспечивала развитие зернограничного проскальзывания и разупрочнение сплава в соответствии с классическими представлениями теории сверхпластичности. Было также установлено [25], что ковка сопровождалась увеличением коэффициента m , что, в свою очередь, являлось одним из важнейших признаков, свидетельствующих о реализации эффекта СП. Для ВИК сплавов системы Al-Mg-Sc(Zr), к сожалению, показатели сверхпластичности оценивались лишь в работе [16]. В ней, помимо прочих, был сделан важный вывод о том, что формирование даже неоднородной, частично рекристаллизованной структуры с превалированием зерен размером около 1 мкм (доля мелких зерен составляла 0,65, а большеугловых границ - 0,8) обеспечивает достижение сплавом сверхпластичности при скорости 10^{-2} с^{-1} , но с несколько меньшими удлинениями, чем в сплаве с однородной структурой (в данном случае удлинения не превышали 800%).

Таким образом, результаты исследований, приведенные в таблице 1, показывают, что при растяжении УМЗ сплавов системы Al-Mg-Sc(Zr) со скоростями 10^{-2} - 10^{-1} с^{-1} , могут достигаться удлинения до разрушения вплоть до 4100%. При этом для обеспечения высокоскоростной СП не обязательно формировать в сплавах

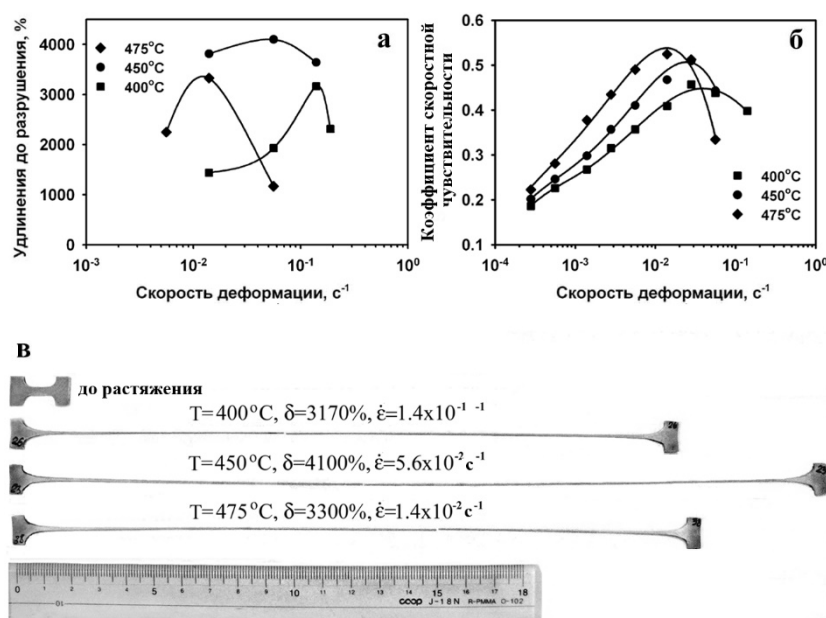


Рис. 1. Показатели сверхпластичности УМЗ сплава Al-5Mg-0,18Mn-0,2Sc-0,08Zr, полученного РКУП при 325°C: (а) удлинения до разрушения; (б) коэффициент скоростной чувствительности; (в) внешний вид образцов до и после испытаний [15]. наноструктурное состояние. Более рациональной представляется деформация при повышенных температурах, ведущая к формированию в сплавах УМЗ структуры с размером зерен, близким к 1 мкм, с преимущественно большеугловыми границами.

Формирование при ИПД УМЗ структуры в Al сплавах, легированных переходными металлами, связано в основном с трансформацией деформационно-индуцированных малоугловых границ в большеугловые по механизму непрерывной динамической рекристаллизации, контролируемой термически-активируемыми процессами динамического возврата [26-29]. При высокой плотности дисперсных частиц в алюминиевой матрице и/или большой концентрации растворенных атомов основных легирующих элементов в алюминиевом твердом растворе, динамический возврат подавляется [12,30]. Это делает малоугловые границы диффузными и затрудняет их преобразование в большеугловые границы при низких температурах. Таким образом, хотя УМЗ структуры, формирующиеся в сплавах при низких температурах деформации, имеют заметно меньший размер зерен, они обычно менее стабильны из-за значительной доли малоугловых границ [31]. Между тем, известно, что для достижения высоких сверхпластических удлинений необходимо наличие в сплаве как можно более однородной и равновесной зеренной структуры с большой фракцией большеугловых границ [15]. Такая структура может оставаться более стабильной и однородной при сверхпластической деформации из-за менее интенсивного нормального и/или аномального статического и динамического роста зерен [32]. Кроме того, зернограницное проскальзывание, которое является основным механизмом структурной сверхпластичности, реализуется преимущественно вдоль границ с большими углами разориентировки и, таким образом, сверхпластическое течение может осуществляться более однородно в материале с большей фракцией большеугловых границ. Поэтому, высокотемпературная деформация, приводящая к увеличению размера рекристаллизованных зерен, но способствующая формированию большей доли большеугловых границ, может быть более предпочтительной для повышения сверхпластических свойств по сравнению с обработкой, проводимой при более низких температурах и обеспечивающей развитие структуры с меньшими по размеру кристаллитами, но и с меньшей долей большеугловых границ. Таким образом, для достижения высоких характеристик СП необходимо тщательно выбирать режимы термомеханической обработки.

Поскольку основным материалом для формовки в условиях сверхпластичности являются листовые полуфабрикаты, одной из важных задач является разработка технологии их производства из Al-Mg-Sc(Zr) сплавов, причем с сохранением высоких характеристик СП, достигнутых в лабораторных условиях с использованием ИПД. Для получения ультрамелкозернистых листов массивные заготовки из этих сплавов могут быть подвергнуты сначала РКУП или ВИК, а затем последующей прокатке. При этом основное требование, предъявляемое к предзаготовкам, заключается, как минимум, в сохранении достигнутых характеристик сверхпластичности в прокатанных листах. Согласно результатам исследований [33,34], это требование успешно выполняется для сплавов Al-Mg-Sc(Zr) с содержанием Mg около 3%. Так оценка СП характеристик сплава Al-3Mg-0,13Sc показала, что при одних и тех же условиях испытаний ($T=450^{\circ}\text{C}$ и $\dot{\epsilon}=10^{-2}\text{c}^{-1}$), удлинения до разрушения были не только не меньше, а даже примерно в два раза выше в холоднокатаных листах, чем в исходных заготовках после РКУП. Однако для сплавов с содержанием Mg $>3\%$ сочетание РКУП и холодной прокатки часто негативно сказывалось на их СП характеристиках. Так в [35] было показано, что в сплаве Al-5,4Mg-0,5Mn-0,1Zr после РКУП при температуре 250°C и последующей холодной прокатки имел место интенсивный рост зерен, приводящий к деградации характеристик сверхпластичности вплоть до уменьшения максимальных удлинений до 450%, отмечавшихся при растяжении при температуре 500°C и скорости деформации $1,4 \times 10^{-3}\text{c}^{-1}$. Аналогичный результат был получен и на сплаве Al-5,8Mg-0,32Sc после обработки, включавшей ВИК при 300°C и прокатку при

комнатной температуре (рис. 2а и в). Таким образом, для сплавов с высоким содержанием магния холодная прокатка после ИПД, по крайней мере, не всегда обеспечивает удовлетворительный уровень СП свойств, необходимый для формовки сложнопрофильных изделий с высокими скоростями. Причина связана с тем, что при ИПД часть дисперсных частиц алюминидов переходных металлов $Al_3(Sc, Zr)$, преимущественно расположенных вблизи исходных и/или вновь формирующихся большеугловых границ, теряла когерентность с алюминиевой матрицей, и такие частицы быстро увеличивались в размерах [36]. Развитие динамической рекристаллизации и повышение доли большеугловых границ при ИПД способствовало увеличению количества таких частиц и постепенному снижению их стабилизирующего эффекта на зеренную структуру в условиях больших деформаций. Такие изменения приводили к деградации структуры при последующей холодной прокатке и отжиге сплава при нагреве под СП деформацию, и, соответственно, к снижению ее показателей. Кроме того, в сплавах с высоким содержанием магния, даже при повышенных температурах испытаний, имело место более быстрое деформационное упрочнение, приводящее к повышенной плотности дислокаций и увеличению движущей силы миграции границ зерен [37]. Исходя из данных, представленных выше и на основании результатов работы [38] были предложены рекомендации по выбору режимов обработки сплавов данного типа, заключающиеся в ограничении степени деформации массивных заготовок на стадии получения предзаготовки под прокатку.

В качестве альтернативного решения указанной проблемы в [39] было также предложено получать УМЗ листы с использованием после ИПД прокатки при повышенных температурах, при которых не происходит заметного накопления дислокаций, а также дополнительно повышается доля большеугловых границ. Так, в $Al-5Mg-0,18Mn-0,2Sc-0,08Zr$ сплаве после РКУП и последующей прокатки при $325^\circ C$ была зафиксирована структура, обеспечившая высокоскоростную СП с максимумом удлинений до разрушения $\sim 2800\%$ при $520^\circ C$ и $1.4 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$. Повышение максимальных удлинений с 800 до 1000 % наблюдалось также в результате теплой прокатки ВИК сплава $Al-5,8Mg-0,32Sc$ [16] (рис. 2а и б). Вместе с тем, следует отметить, что представленные выше сведения немногочисленны, и для успешной разработки технологии получения сверхпластичных листов из данных сплавов с высокими характеристиками высокоскоростной СП требуется проведение дальнейших исследований, направленных на оптимизацию структуры заготовок под прокатку и непосредственно режимов прокатки.

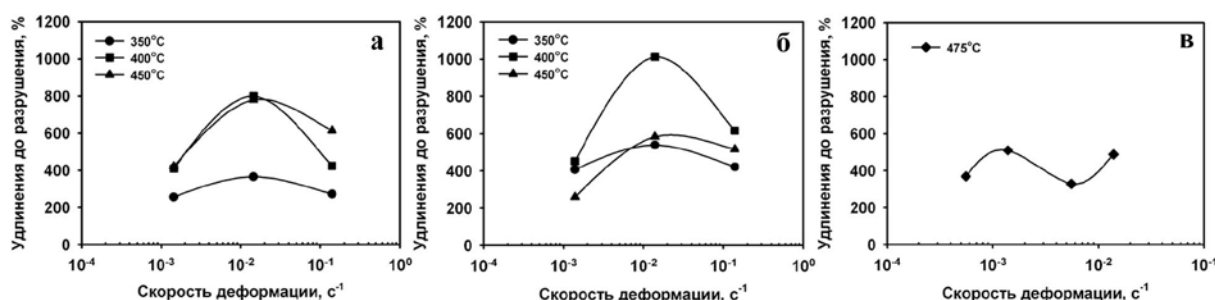


Рис. 2. Влияние скорости деформации на удлинения до разрушения сплава $Al-5,8Mg-0,32Sc$, подвергнутого: (а) ВИК, (б) ВИК и теплой прокатки, (в) ВИК и холодной прокатки [16].

3. Заключение

Таким образом, показано, что сплавы системы $Al-Mg-Sc(Zr)$, обработанные с использованием методов интенсивной пластической деформации, способны

демонстрировать экстраординарные удлинения до разрушения (до 4100 %) при скоростях деформации 10^{-2} - 10^{-1} с⁻¹. Такие уникальные показатели высокоскоростной сверхпластичности свидетельствуют о высоком потенциале практического использования эффекта сверхпластичности-ультрамелкозернистых сплавов в процессах изготовления сложнопрофильных изделий.

Эффективность обработки и обрабатываемость Al-Mg-Sc(Zr) сплавов, с целью получения ультрамелкозернистой структуры, особенно с содержанием Mg $\geq$ 3%, в значительной мере зависят от способа, метода и режимов деформации. Рациональным представляется использование всесторонней изотермическойковки, в том числе, с понижением температуры деформации, обеспечивающей формирование равновесной (ультра)мелкозернистой структуры с долей большеугловых границ не менее 0,7. Для разработки эффективного способа получения сверхпластичных листов из данных сплавов с высокими характеристиками высокоскоростной сверхпластичности требуются дальнейшие исследования, направленные на контроль и оптимизацию их структурно-фазового состояния на всех этапах обработки, начиная со слитка, а также оптимизацию этапов и режимов последующей термомеханической обработки.

Исследования проведены на базе центра коллективного пользования ИПСМ РАН «Структурные и физико-механические исследования материалов».

Литература

- [1] Ю.А. Филатов // *Технология легких сплавов* **4** (2003) 24.
- [2] A.H. Chokshi, A.K. Mukherjee, T.G. Langdon // *Materials Science and Engineering: R* **10** (1993) 237.
- [3] T.G. Langdon // *Acta Metallurgica et Materialia* **42** (1994) 2437.
- [4] Р.З. Валиев, И.В. Александров, *Объемные наноструктурные металлические материалы: получение, структура и свойства* (ИКЦ «Академкнига», М., 2007).
- [5] K. Higashi, M. Mabuchi, T.G. Langdon // *ISIJ International* **36** (1996) 1423.
- [6] В.Н. Перевезенцев, М.Ю. Щербань, М.Ю. Мурашкин, Р.З. Валиев // *Письма в журнал технической физики* **33** (2007) 40.
- [7] В.Н. Перевезенцев, В.Н. Чувильдеев, В.И. Копылов, А.Н. Сысоев, Т.Дж. Лэнгдон // *Металлы* **1** (2004) 36.
- [8] F. Musin, R. Kaibyshev, Y. Motohashi, G. Itoh // *Scripta Materialia* **50** (2004) 511.
- [9] S. Komura, Z. Horita, M. Furukawa, M. Nemoto, T. Langdon // *Metallurgical and Materials Transactions A* **32** (2001) 707.
- [10] K. Turba, P. Málek, M. Cieslar // *Materials Science and Engineering: A* **462** (2007) 91.
- [11] F.C. Liu, Z.Y. Ma // *Scripta Materialia* **59** (2008) 882.
- [12] M. Furukawa, A. Unsumiya, K. Matsubara, Z. Horita, T.G. Langdon // *Acta Materialia* **49** (2001) 3829.
- [13] Y.W. Riddle, T.H. Sanders // *Metallurgical and Materials Transactions A* **35** (2004) 341.
- [14] S. Lee, A. Utsunomiya, H. Akamatsu, K. Neishi, M. Furukawa, Z. Horita, T.G. Langdon // *Acta Materialia* **50** (2002) 553.
- [15] E. Avtokratova, O. Sitdikov, M. Markushev, R. Mulyukov // *Materials Science and Engineering: A* **538** (2012) 386.
- [16] Е.В. Автократова, О.Ш. Ситдилов // *Фундаментальные проблемы современного материаловедения* **10** (2013) 72.
- [17] М.В. Маркушев // *Письма о материалах* **1** (2011) 36.
- [18] О.Ш. Ситдилов, Е.В. Автократова, Р.И. Бабичева // *Физика металлов и материаловедение* **110** (2010) 161.
- [19] R. Kaibyshev, S. Olenyov, F. Musin // *Materials Science Forum* **426-432** (2003) 4603.

- [20] S. Ringeval, D. Plot, C. Desrayaud, J.H. Driver // *Acta Materialia* **54** (2006) 3095.
- [21] О. Ситдииков, Р. Гарипова, Е. Автократова, О. Мухаметдинова, М. Маркушев // *Письма о материалах* **6** (2016) 200.
- [22] О.Ш. Ситдииков, Е.В. Автократова, О.Э. Мухаметдинова, Р.Н. Гарипова, М.В. Маркушев // *Физика металлов и металловедение*. (в печати).
- [23] О.Ш. Ситдииков, Р.Н. Гарипова, Е.В. Автократова, О.Э. Мухаметдинова, М.А. Мурзинова, М.В. Маркушев // *Письма о материалах* **7** (2017) 239.
- [24] O. Sitdikov, T. Sakai, A. Goloborodko, H. Miura, R. Kaibyshev // *Philosophical Magazine* **85** (2005) 1159.
- [25] O. Sitdikov, T. Sakai, H. Miura, C. Hama // *Materials Science and Engineering: A* **516** (2009) 180.
- [26] A. Gholinia, P.B. Prangnell, M.V. Markushev // *Acta Materialia* **48** (2000) 1115.
- [27] O. Sitdikov, T. Sakai, E. Avtokratova, R. Kaibyshev, Y. Kimura, K. Tsuzaki // *Materials Science and Engineering: A* **444** (2007) 18.
- [28] O. Sitdikov, E. Avtokratova, T. Sakai, K. Tsuzaki, R. Kaibyshev, Y. Watanabe // *Materials Science Forum* **584-586** (2008) 481.
- [29] F.J. Humphreys, M. Hatherly, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena 2nd ed.* (Elsevier, 2004).
- [30] P.J. Apps, M. Berta, P.B. Prangnell // *Acta Materialia* **53** (2005) 449.
- [31] O. Sitdikov, R. Kaibyshev // *Materials Science and Engineering: A* **328** (2002) 147.
- [32] H. Jazaeri, F.J. Humphreys // *Acta Materialia* **52** (2004) 3251.
- [33] K. Park, H. Lee, C. Lee, D. Shin // *Materials Science and Engineering: A* **393** (2005) 118.
- [34] K. Park, H. Lee, C. Lee, W. Nam, D. Shin // *Scripta Materialia* **51** (2004) 479.
- [35] S. Malopheyev, A. Kipelova, I. Nikulin, R. Kaibyshev // *Materials Science Forum* **667-669** (2011) 815.
- [36] E. Avtokratova, O. Sitdikov, O. Mukhametdinova, M. Markushev, S.V.S.N. Murty, M.J.N.V. Prasad, B.P. Kashyap // *Journal of Alloys and Compounds* **673** (2016) 182.
- [37] O. Sitdikov, E. Avtokratova, R. Babicheva, T. Sakai, K. Tsuzaki, Y. Watanabe // *Materials Transactions* **53** (2012) 56.
- [38] М.В. Маркушев, О.Ш. Ситдииков, Е.В. Автократова // Патент РФ № 2575264.
- [39] E. Avtokratova, O. Sitdikov, O. Mukhametdinova, M. Markushev // *Materials Science Forum* **710** (2012) 223.

SUPERPLASTICITY OF Al-Mg-Sc(Zr) ALLOYS, SUBJECTED TO INTENSE PLASTIC DEFORMATION

E.V. Avtokratova*, O.Sh. Sitdikov, M.V. Markushev

Institute for Metals Superplasticity Problems of RAS, 39 St. Khalturin, Ufa, 450001, Russia

*e-mail: avtokratova@imsp.ru

Abstract. The data devoted to the high-strain-rate superplasticity of Al-Mg alloys containing dispersoids of aluminides of scandium and zirconium and having ultrafine-grained structure produced by severe plastic deformation were reviewed. The potential of various severe plastic deformation techniques to improve the superplastic characteristics of Al-Mg-Sc(Zr) alloys was

discussed. The origin of high superplastic properties as well as their degradation is considered depending on the regimes and methods of deformation. The effectiveness of treatment mode, combining severe and conventional deformation to process sheets with high-temperature superplastic properties is evaluated.

Keywords: aluminum alloy, severe plastic deformation, ultrafine grain structure, high strain rate superplasticity.

References

- [1] Y.A. Filatov // *Technology of light alloys* **4** (2003) 24. (in Russian).
- [2] A.H. Chokshi, A.K. Mukherjee, T.G. Langdon // *Materials Science and Engineering: R* **10** (1993) 237.
- [3] T.G. Langdon // *Acta Metallurgica et Materialia* **42** (1994) 2437.
- [4] R. Z. Valiev, I.V. Alexandrov, *Bulk nanostructured metallic materials: preparation, structure and properties* (IKTS "Akademkniga", Moscow, 2007). (in Russian).
- [5] K. Higashi, M. Mabuchi, T.G. Langdon // *ISIJ International* **36** (1996) 1423.
- [6] V.N. Perevezentsev, M.Yu. Shcherban', M.Yu. Murashkin, R.Z. Valiev // *Technical Physics Letters* **33** (2007) 648.
- [7] V.N. Perevezentsev, V.N. Chuvildeev, A.N. Sysoev, V.I. Kopylov, T.G. Langdon // *Metally*. **1** (2004) 28.
- [8] F. Musin, R. Kaibyshev, Y. Motohashi, G. Itoh // *Scripta Materialia* **50** (2004) 511.
- [9] S. Komura, Z. Horita, M. Furukawa, M. Nemoto, T. Langdon // *Metallurgical and Materials Transactions A* **32** (2001) 707.
- [10] K. Turba, P. Málek, M. Cieslar // *Materials Science and Engineering: A* **462** (2007) 91.
- [11] F.C. Liu, Z.Y. Ma // *Scripta Materialia* **59** (2008) 882.
- [12] M. Furukawa, A. Unsumiya, K. Matsubara, Z. Horita, T.G. Langdon // *Acta Materialia* **49** (2001) 3829.
- [13] Y.W. Riddle, T.H. Sanders // *Metallurgical and Materials Transactions A* **35** (2004) 341.
- [14] S. Lee, A. Utsunomiya, H. Akamatsu, K. Neishi, M. Furukawa, Z. Horita, T.G. Langdon // *Acta Materialia* **50** (2002) 553.
- [15] E. Avtokratova, O. Sitdikov, M. Markushev, R. Mulyukov // *Materials Science and Engineering: A* **538** (2012) 386.
- [16] E.V. Avtokratova, O.Sh. Sitdikov // *Fundamental aspects of modern materials science* **10** (2013) 72. (in Russian).
- [17] M.V. Markushev // *Letters on Materials* **1** (2011) 36. (in Russian).
- [18] O. Sitdikov, E. Avtokratova, R. Babicheva // *The Physics of Metals and Metallography* **110** (2010) 153.
- [19] R. Kaibyshev, S. Olenyov, F. Musin // *Materials Science Forum* **426-432** (2003) 4603.
- [20] S. Ringeval, D. Plot, C. Desrayaud, J.H. Driver // *Acta Materialia* **54** (2006) 3095.
- [21] O. Sitdikov, R. Garipova, E. Avtokratova, O. Mukhametdinova, M. Markushev // *Letters on Materials* **6** (2016) 200.
- [22] O.Sh. Sitdikov, E.V. Avtokratova, O.E. Mukhametdinova, R.N. Garipova, M.V. Markushev // *The Physics of Metals and Metallography*. (in press).
- [23] O.Sh. Sitdikov, R.N. Garipova, E.V. Avtokratova, O.E. Mukhametdinova, M.A. Murzinova, M.V. Markushev // *Letters on Materials* **7** (2017) 239. (in Russian)
- [24] O. Sitdikov, T. Sakai, A. Goloborodko, H. Miura, R. Kaibyshev // *Philosophical Magazine* **85** (2005) 1159.
- [25] O. Sitdikov, T. Sakai, H. Miura, C. Hama // *Materials Science and Engineering: A* **516** (2009) 180.
- [26] A. Gholinia, P.B. Prangnell, M.V. Markushev // *Acta Materialia* **48** (2000) 1115.

- [27] O. Sitdikov, T. Sakai, E. Avtokratova, R. Kaibyshev, Y. Kimura, K. Tsuzaki // *Materials Science and Engineering: A* **444** (2007) 18.
- [28] O. Sitdikov, E. Avtokratova, T. Sakai, K. Tsuzaki, R. Kaibyshev, Y. Watanabe // *Materials Science Forum* **584-586** (2008) 481.
- [29] F.J. Humphreys, M. Hatherly, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena 2nd ed.* (Elsevier, 2004).
- [30] P.J. Apps, M. Berta, P.B. Prangnell // *Acta Materialia* **53** (2005) 449.
- [31] O. Sitdikov, R. Kaibyshev // *Materials Science and Engineering: A* **328** (2002) 147.
- [32] H. Jazaeri, F.J. Humphreys // *Acta Materialia* **52** (2004) 3251.
- [33] K. Park, H. Lee, C. Lee, D. Shin // *Materials Science and Engineering: A* **393** (2005) 118.
- [34] K. Park, H. Lee, C. Lee, W. Nam, D. Shin // *Scripta Materialia* **51** (2004) 479.
- [35] S. Malopheyev, A. Kipelova, I. Nikulin, R. Kaibyshev // *Materials Science Forum* **667-669** (2011) 815.
- [36] E. Avtokratova, O. Sitdikov, O. Mukhametdinova, M. Markushev, S.V.S.N. Murty, M.J.N.V. Prasad, B.P. Kashyap // *Journal of Alloys and Compounds* **673** (2016) 182.
- [37] O. Sitdikov, E. Avtokratova, R. Babicheva, T. Sakai, K. Tsuzaki, Y. Watanabe // *Materials Transactions* **53** (2012) 56.
- [38] M.V. Markushev, O.Sh. Sitdikov, E.V. Avtokratova // *RU Patent* 2575264.
- [39] E. Avtokratova, O. Sitdikov, O. Mukhametdinova, M. Markushev // *Materials Science Forum* **710** (2012) 223.

EBSD АНАЛИЗ МИКРОСТРУКТУРЫ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ ПОСЛЕ ПРОКАТКИ В КРИОГЕННЫХ УСЛОВИЯХ

А.Ф. Алетдинов^{1*}, С.Ю. Миронов^{1,2}, Г.Ф. Корзникова¹, Р.Г. Зарипова³,
Т.Н. Конькова^{1,4}, М.М. Мышляев^{5,6}

¹ Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, ул. Степана Халтурина 39, Уфа 450001, Россия

² Department of Materials Processing, Graduate School of Engineering, Tohoku University, 6-6-02 Aramaki-aza-Aoba, Sendai 980-8579, Japan

³ Уфимский государственный авиационный технический университет, ул. Карла Маркса 12, Уфа 450000, Россия

⁴ University of Strathclyde, 85 Inchinnan Drive., Inchinnan, PA4 9LJ, United Kingdom

⁵ Институт металлургии и материаловедения имени А. А. Байкова РАН, Ленинский проспект 49, Москва 119991, Россия

⁶ Институт физики твердого тела РАН, ул. Академика Осипьяна д.2, г. Черноголовка, Московская обл. 142432, Россия

*e-mail: a.aletdinov@mail.ru

Аннотация. Данная работа основана на использовании методики анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD) для изучения микроструктуры в метастабильной аустенитной стали 12X18H10T, подвергнутой прокатке в криогенных условиях. Криогенная деформация сопровождалась мартенситными превращениями, причем мартенситная фаза зарождалась преимущественно в деформационных полосах. Предположено, что протекание мартенситного превращения в наиболее деформированных участках микроструктуры должно препятствовать эволюции границ деформационного происхождения в аустените и, таким образом, замедлять процесс фрагментации этой фазы. В аустенитной фазе основным механизмом формирования большеугловых границ являлось механическое двойникование.

Ключевые слова: аустенитная сталь, криогенная прокатка, мартенсит, границы зерен, микроструктура, EBSD.

1. Введение

Эффект обратимого мартенситного превращения в ходе криогенной деформации и последующего отжига аустенитных сталей был довольно хорошо исследован в 60-90-е годы прошлого века исследовательскими группами К.А. Малышева, В.Г. Горбача, А.И. Уварова, В.В. Сагарадзе, Р.Г. Зариповой и других [1]. Было установлено, что он ведет к радикальному измельчению микроструктуры и сопровождается существенным улучшением служебных свойств материала. В этих работах были определены ориентационные соотношения и плоскости габидуса при фазовых превращениях, сдвиговые деформации, условия наследования дислокаций и многое другое. Следует подчеркнуть, что микроструктурный и кристаллографический анализ в этих исследованиях осуществлялся методами электронной микроскопии и рентгенографии.

Однако недавнее появление принципиально нового метода микроскопии, основанного на автоматическом анализе картин дифракции обратно рассеянных электронов (так называемый, EBSD анализ), открывает новые возможности для более глубокого исследования этого интересного феномена.

Вследствие относительно низкой ЭДУ аустенитных сталей, пластическое течение подобных материалов обычно характеризуется преобладанием планарного скольжения, механическим двойникованием и образованием полос сдвига [2,3]. С увеличением плотности дислокаций может иметь место перекрытие дефектов упаковки и, в зависимости от характера этого процесса, это может способствовать либо образованию механического двойника [4], либо зародыша ε -мартенсита с гексагональной плотноупакованной решеткой [5]. Данная фаза является переходной, и, в конечном счете, она обычно трансформируется в α -мартенсит с объемно-центрированной тетрагональной решеткой [1,6-11]. С другой стороны, прямое фазовое превращение $\gamma \rightarrow \alpha'$ также является возможным [1, 5-7, 9-15]. В этом случае α -мартенсит может зарождаться на плоских скоплениях дислокаций [1, 5, 7, 12], механических двойниках [1, 10-15] или внутри деформационных полос [1, 6, 7, 9, 10, 15]. Данное фазовое превращение может быть обусловлено особым характером междислокационного взаимодействия, а также взаимодействием дислокаций с дефектами упаковки или ε -мартенситом. Активизация конкретного механизма мартенситного превращения, т.е. $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$ или $\gamma \rightarrow \alpha'$ определяется ЭДУ материала, и её уменьшение способствует формированию ε -мартенсита [10]. Полагается, что после своего зарождения α -мартенсит растет очень быстро, однако особенности этого процесса тоже не вполне понятны. Обычно аустенитная и мартенситные фазы связаны друг с другом ориентационным соотношением типа $\{111\}_\gamma \parallel \{0001\}_\varepsilon \parallel \{110\}_{\alpha'} \parallel \langle 110 \rangle_\gamma \parallel \langle 11-20 \rangle_\varepsilon \parallel \langle 111 \rangle_{\alpha'}$ [7, 16], но в ряде случаев отмечаются существенные отклонения от него [14].

Поперечный размер механических двойников и полос сдвига в аустените, а также толщина мартенситных пластин обычно составляет ~ 100 нм [8-22]. В этой связи одновременное развитие деформационных процессов и фазовых превращений должно способствовать быстрому измельчению микроструктуры, и поэтому даже относительно небольших деформаций, реализуемых посредством обычной прокатки, может быть достаточно для получения субмикроструктурных и нанокристаллических состояний [11, 14, 17-19, 21, 22].

Снижение температуры деформации метастабильного аустенита интенсифицирует процесс измельчения микроструктуры. В частности, это может способствовать понижению ЭДУ [9, 11, 19] и, как следствие, активизировать процессы механического двойникования и формирования ε -мартенсита. Кроме того, снижение температуры деформации также может снизить пороговые напряжения для двойникования, и, таким образом, дополнительно увеличить вклад этого механизма в пластическое течение [21]. Наконец, снижение температуры увеличивает движущую силу для мартенситного превращения. В связи с вышесказанным, криогенная деформация метастабильных аустенитных сталей в последнее время вызывает повышенный интерес [11, 17, 18, 21, 22]. Таким образом, данная работа посвящена изучению эволюции микроструктуры кристаллографической текстуры и спектра разориентировок в ходе обратимого мартенситного превращения в аустенитной стали 12X18H10T.

2. Материал и методика эксперимента

В качестве материала исследования в данном проекте использовалась аустенитная нержавеющая сталь 12X18H10T. Химический состав материала приведен в Таблице 1. Для получения исходного крупнозернистого состояния материал был подвергнут

прокатке при температуре 950°C на величину обжатия 85% и последующему отжигу при 1200°C в течение часа.

Таблица 1. Химический состав использованного материала (вес.%).

Fe	C	Cr	Ni	Ti	Si
основа	0,12	18,6	10,2	0,7	0,76

Деформация прокаткой осуществлялась на прокатном стане с диаметром рабочих валков 65 мм при постоянной скорости прокатки 160 мм/с. Общая величина обжатия составила 30%. Степень деформации 30% была максимально возможной при данных условиях деформирования. Дальнейшее увеличение деформации вело к сильному адиабатическому разогреву образца и потому было признано нецелесообразным. Прокатка осуществлялась за один проход. При описании процесса прокатки использовалась обычная система координат, включающая в себя направление прокатки (НП), поперечное направление (ПН) и направление нормали к плоскости прокатки (НН).

Для обеспечения криогенных условий деформации, образцы стали предварительно охлаждались в емкости с жидким азотом в течение 15 минут, а последующая прокатка осуществлялась в воздушной атмосфере. Линейная скорость валков составляла 160 мм/сек, деформирование образцов осуществлялась за один проход, что позволило минимизировать время контакта охлажденных образцов с валками и максимально сохранить криогенные условия деформирования.

Для подавления процессов возврата, и, таким образом, сохранения структуры криогенной деформации, прокатанные образцы до проведения микроструктурных исследований хранились в морозильной камере при температуре -20°C.

Аттестация микроструктуры проводилась в плоскости прокатки примерно на середине толщины прокатанных заготовок. Образцы подвергались обычной металлографической подготовке, заключительным этапом которой служила электрополировка в растворе 95% CH_3COOH + 5% HClO_4 при напряжении 30В в течение 2 минут. EBSD анализ микроструктуры образцов проводился при помощи программного обеспечения TSL OIMTM, установленного на сканирующем электронном микроскопе с полевым катодом JEOLJSM-7800F. Для осуществления анализа на различных структурных уровнях было получено несколько EBSD карт с шагом сканирования варьировавшимся от 1 мкм до 0,05 мкм. В целях минимизации ошибки каждая электронограмма автоматически индицировалась по 9 Кикучи-линиям. В соответствии с рекомендациями работы [23], α -мартенсит индицировался как фаза с обычной объемноцентрированной кубической (ОЦК) решеткой. С целью избавления от сомнительных результатов, EBSD данные были подвергнуты автоматической коррективке: все мелкие зерна, состоящие из 3 пикселей и меньше, были автоматически удалены с EBSD карт как не достоверные. При вычислении разориентировки из всех кристаллографически эквивалентных её описаний использовалось описание с минимальным углом. Разориентировка вычислялась между соседними (смежными) точками сканирования. Ввиду экспериментальной погрешности EBSD метода, все малоугловые границы с разориентировкой меньше 2° были исключены из рассмотрения. В качестве критерия мало- и большеугловых границ (МУГ и БУГ соответственно) использовалась разориентировка 15°.

Вследствие очень грубозернистого характера исходного материала, а также существенного варьирования деформационной структуры от зерна к зерну, количественная характеристика параметров микроструктуры была затруднена и поэтому использовалась в ограниченном виде.

3. Результаты и обсуждение

Общая характеристика исходного материала. На рис. 1 представлена обзорная карта распределения ориентировок исходного материала, полученная с участка размером 5х1,5мм. Средний размер зерен в исходном состоянии составил 100 мкм. В структуре наблюдается высокое содержание двойников отжига и слабая кристаллографическая текстура типа $\{111\}\langle uvw \rangle$.

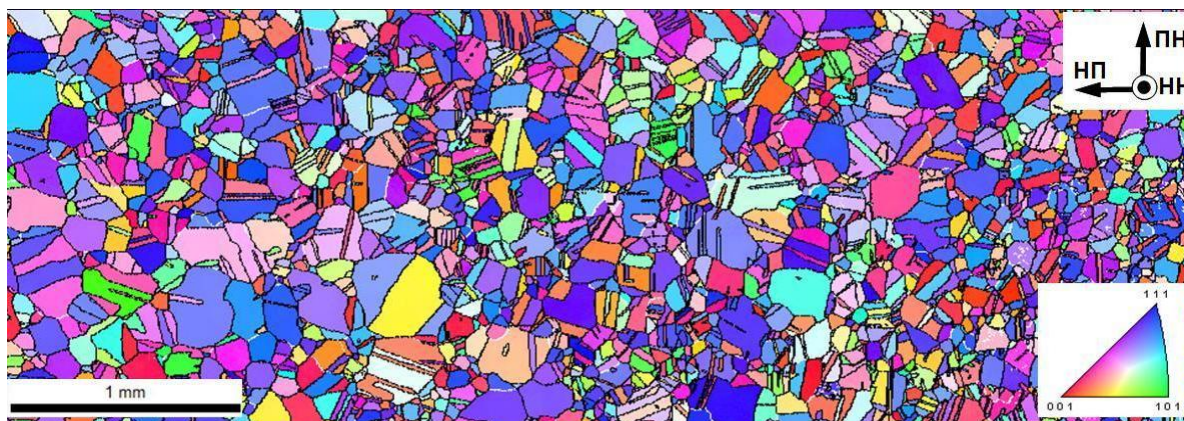


Рис. 1. Микроструктура исходного материала в виде карты распределения ориентировок. Зерна окрашены в соответствии с их кристаллографической ориентировкой относительно нормали к плоскости прокатки; МУГ и БУГ обозначены белыми и черными, соответственно.

Морфология микроструктуры после криогенной деформации. Низкоразрешающая EBSD карта, полученная с шагом сканирования 1 мкм и иллюстрирующая микроструктуру криогенно деформированного материала при обзорных увеличениях, представлена на Рис. 2.

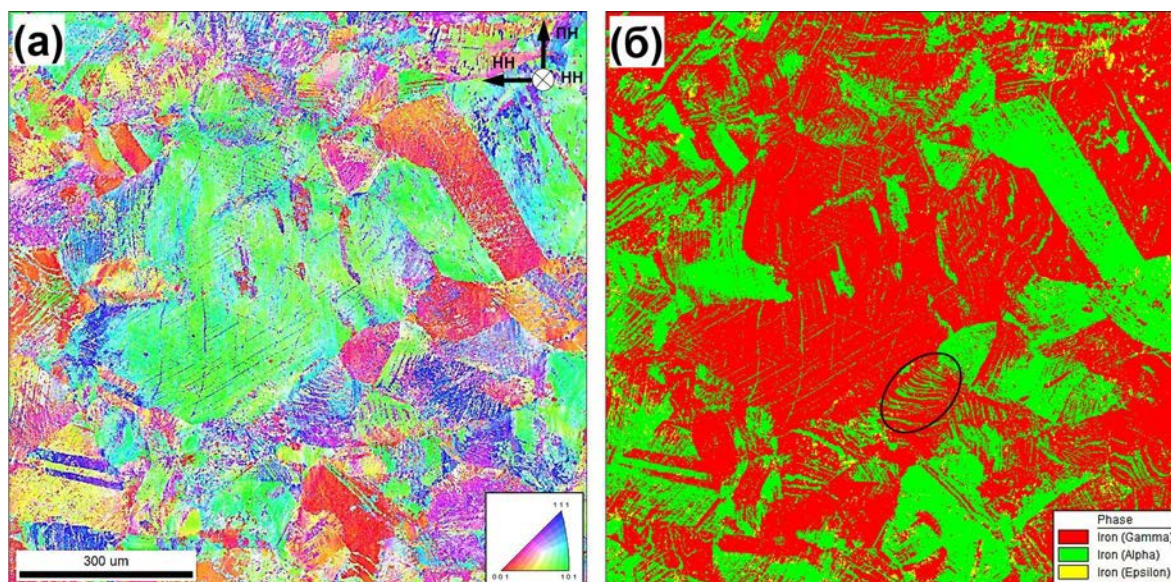


Рис. 2. Обзорные EBSD карты структуры деформации: карта распределения ориентировок (а) и карта распределения фаз (б). На рис. (а) зерна окрашены в соответствии с их кристаллографической ориентировкой относительно нормали к плоскости прокатки.

На рис. 2а, зерна окрашены в соответствии с их кристаллографической ориентировкой относительно нормали к плоскости прокатки (цветовой код приведен в правом нижнем углу рисунка). На данной карте четко выявляются остатки крупных исходных зерен и двойников отжига. Это очевидно свидетельствует о незавершенности процесса измельчения микроструктуры.

На рис. 2б представлена карта распределения фаз. Как и ожидалось, криогенная прокатка способствовала формированию мартенсита деформации. Измеренная доля α -мартенсита составляла около 35%, а ϵ -мартенсита – около 3%. Однако, учитывая относительно грубый шаг сканирования (1 мкм), эти данные, скорее всего, являются заниженными.

На Рис. 2б можно выделить два характерных морфологических типа α -мартенсита: (1) относительно крупные области, воспроизводящие очертания исходных аустенитных зерен и двойников отжига, и (2) серии тонких параллельных полос внутри исходных аустенитных зерен. Следует отметить, что полосы мартенсита существенно варьируются по толщине и в некоторых случаях выявляется тенденция по их взаимному слиянию (выделенная область на Рис. 2б). В целом, исходя из особенностей морфологии α -мартенсита, можно предположить, что данная фаза зарождалась в виде полос, которые впоследствии росли в поперечном направлении, поглощая, таким образом, исходные аустенитные зерна.

Кристаллографическая текстура. Функции распределения ориентировок (ФРО) аустенита и α -мартенсита, измеренные на основе анализа обзорных EBSD карт, представлены на Рис. 3. Общая площадь проанализированного участка микроструктуры составила 4 мм².

В аустените (Рис. 3а) имело место формирование типичной текстуры прокатки ГЦК металлов, состоящей из компонент «текстуры латуни» $\{110\}\langle 112\rangle$, «текстуры Госс» $\{110\}\langle 100\rangle$, «S-текстуры» $\{123\}\langle 634\rangle$ и «текстуры меди» $\{112\}\langle 111\rangle$ [24]. ФРО характеризовалась существенным размытием текстурных пиков и некоторым смещением компоненты «текстуры меди» от своего идеального положения.

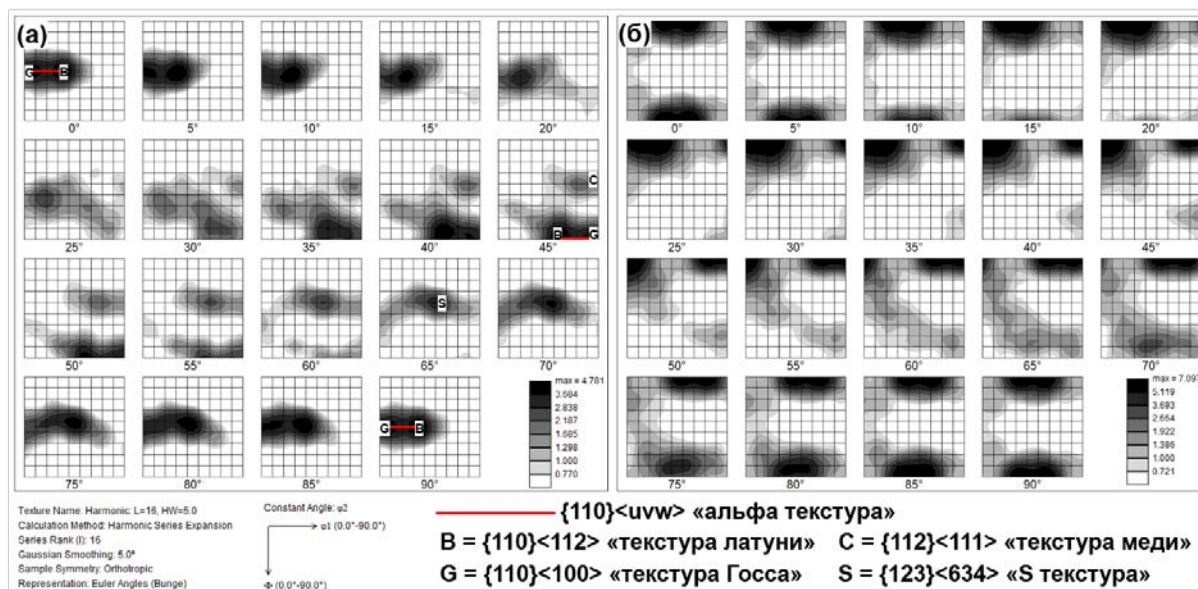


Рис. 3. Функции распределения ориентировок аустенита (а) и альфа-мартенсита (б).

Для наглядности, на рисунке (а) обозначены некоторые компоненты идеальной текстуры прокатки ГЦК металлов.

Для детального анализа микроструктурных процессов, протекающих в аустените, а также для изучения процесса зарождения мартенсита, была отснята серия высокоразрешающих (шаг сканирования 50 нм) EBSD карт с областей с преимущественным содержанием аустенитной фазы. Общепринято считать, что эволюция микроструктуры с материалах с низкой ЭДУ в значительной мере зависит от кристаллографической ориентировки. В зависимости от неё, в материале может преобладать либо планарное скольжение, либо развиваться механическое двойникование или образование полос сдвига [2]. С целью получения более полного представления о микроструктурных процессах, высокоразрешающие карты были отсняты с аустенитных зерен содержащих компоненты «текстуры латуни» $\{110\}\langle 112\rangle$, «текстуры Госса» $\{110\}\langle 100\rangle$, «S-текстуры» $\{123\}\langle 634\rangle$, а также «Y-текстуры» $\{111\}\langle 112\rangle$. За исключением механического двойникования, формирование микроструктуры во всех исследованных случаях оказалось в значительном мере схожим. Поэтому, в данной статье представлены только микроструктурные данные, полученные с компоненты «текстуры Госса», поскольку в данном случае наиболее четко выявились начальные стадии процесса зарождения мартенсита.

Морфология микроструктуры. Типичная морфология сформировавшейся микроструктуры приведена на Рис. 4. На этом рисунке полученные EBSD данные представлены в виде карты, иллюстрирующей распределение Кикучи-картин по контрастности (Рис. 4а) и карты распределения фаз (Рис. 4б).

Первая разновидность EBSD карт удобна тем, что изображение микроструктуры на них является схожим с картинкой, наблюдаемой в обычном оптическом или растровом электронном микроскопе. Действительно, на Рис. 4а выявляется типичная микроструктура холодной деформации. Представленная на рис. 4а микроструктура состоит из фрагментов несколько серий пересекающихся полос.

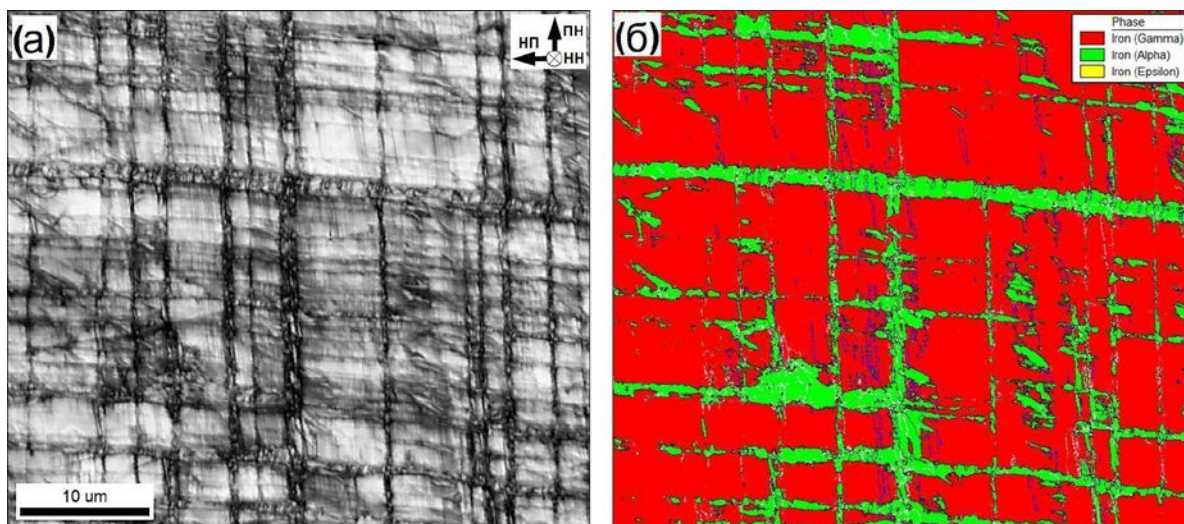


Рис. 4. Высокорастворяющие EBSD карты типичной микроструктура в области с преобладанием аустенитной фазы с кристаллографической ориентацией близкой к «текстуре Госса» $\{110\}\langle 100\rangle$: EBSD карта, иллюстрирующая распределение Кикучи-картин по контрастности (а) и карта распределения фаз с наложенными границами разориентации (б). На рис. (б), МУГ и БУГ и двойниковые границы $\Sigma 3$ обозначены белыми, черными и синими линиями, соответственно.

Средний размер зерен, измеренный в α -мартенсите составлял около 0,3 мкм. С другой стороны, микроструктура аустенита характеризовалась безусловным преобладанием МУГ и практически не содержала большеугловых границ (Рис. 4б). Более

того, значительная доля границ в аустенитной фазе имела разориентировку не превышающую угловую погрешность EBSD, т.е. 2 градуса.

Как видно из карты распределения фаз (Рис. 4б), мартенсит был преимущественно сосредоточен в деформационных полосах, что прекрасно согласуется с современными представлениями о зарождении мартенсита деформации [1]. В других исследованных аустенитных зернах также было выявлено формирование мартенсита внутри механических двойников, но вклад этого механизма был относительно мал и, таким образом, полосы деформации служили основным источником мартенсита во всех исследованных случаях.

Таким образом, можно предположить, что протекание мартенситного превращения в наиболее деформированных участках микроструктуры (т.е. деформационных полосах) препятствует эволюции границ деформационного происхождения и, таким образом, замедляет процесс фрагментации аустенита.

Ориентационные соотношения между фазами. Как известно, мартенситные превращения в сталях обычно подчиняются ориентационному соотношению между фазами. Наиболее типичным среди них считается соотношение Курдюмова-Закса $\{111\}_\gamma \parallel \{110\}_{\alpha'} \parallel \langle 111 \rangle_{\alpha'}$, хотя другие ориентационные соотношения также возможны [14]. Для выявления возможного ориентационного соотношения между аустенитом и мартенситом, на Рис. 5 были проанализированы соответствующие прямые полюсные фигуры.

На Рис. 5а представлены интегральные полюсные фигуры, вычисленные на основе анализа всей EBSD карты целиком. Иными словами, на данном рисунке сопоставляются *микротекстуры* двух анализируемых фаз. С учетом различий в симметрии решеток ГЦК и ОЦК (и соответствующего различия в количестве текстурных пиков), выявляется удовлетворительное соответствие сравниваемых полюсных фигур. Исходя из этого можно сделать вывод о наличии ориентационного соотношения Курдюмова-Закса между аустенитом и α -мартенситом в *мезоскопическом* масштабе.

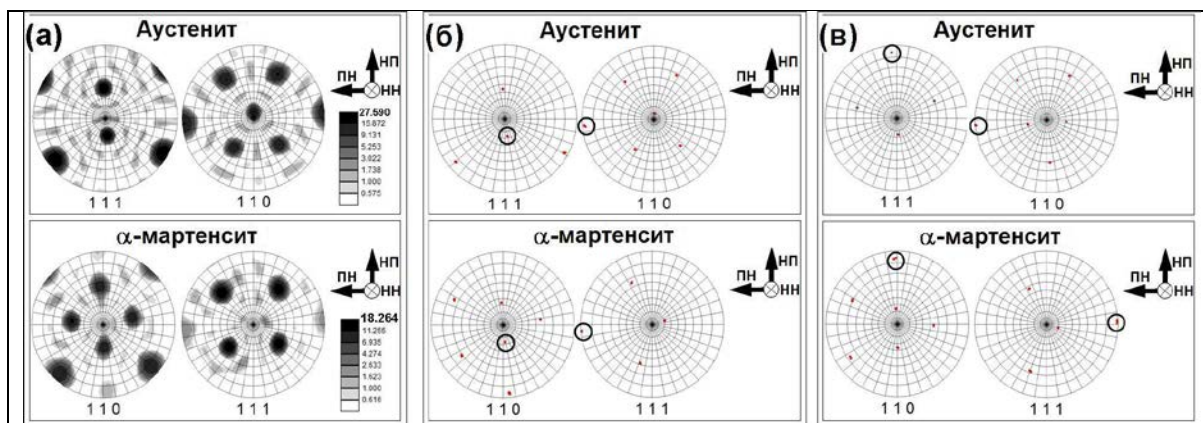


Рис. 5. Ориентационное соотношение между аустенитом и α -мартенситом в аустенитном зерне с кристаллографической ориентацией близкой к «текстуре Госса» $\{110\}\langle 100 \rangle$ в мезоскопическом масштабе (а) и в локальном масштабе: внутри деформационной полосы (б), и внутри механического двойника (в). На рис. (б) и (в), ближайшие направления в аустените и α -мартенсите выделены кружками.

Следует отметить, что обе исследуемые фазы характеризовались существенным размытием текстурных пиков на полюсных фигурах (Рис. 5а), значительно ухудшившим точность измерений. В этой связи, для проверки возможности ориентационного соотношения между фазами, были также проанализированы *локальные* ориентировки участков аустенита и α -мартенсита, непосредственно примыкавшие к фазовым

границам. Типичный пример приведен на Рис. 5б. Для удобства, наиболее близкие кристаллографические направления в аустените и мартенсите на данном рисунке выделены кружочками. Как следует из анализа полюсных фигур, ориентационное соотношение между фазами не является идеальным, и измеренная ориентировка мартенсита довольно существенно ($\sim 5^\circ$) отклоняется от своего теоретического значения.

Выявленное расхождение превышает экспериментальную погрешность EBSD ($\sim 2^\circ$) и поэтому отражает реальный эффект. Как отмечалось в предыдущем разделе, зарождение мартенсита преимущественно имело место в деформационных полосах. Как следствие, аустенит внутри этой полосы должен был испытать деформационный разворот кристаллической решетки перед мартенситным превращением. Иными словами, выявленное отклонение от идеального соотношения Курдюмова-Закса может служить мерилем деформации аустенита, которая предвещала мартенситное превращение. Данное наблюдение дополнительно иллюстрирует идею, высказанную выше, о торможении эволюции границ деформационного происхождения мартенситным превращением.

Спектры разориентировок. Спектры разориентировок аустенита и α -мартенсита представлены на Рис. 6. Как и ожидалось, аустенит характеризовался преобладанием МУГ (Рис. 6а), что отражало незавершенность процесса измельчения микроструктуры в этой фазе.

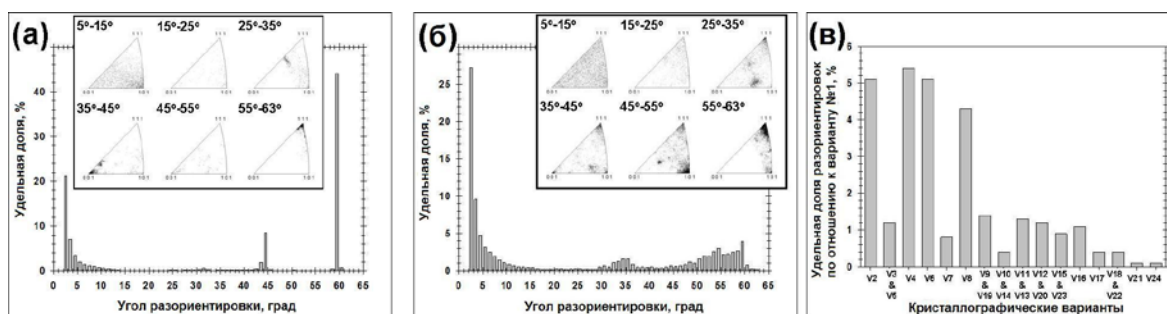


Рис. 6. Спектр разориентировок аустенита (а) и α -мартенсита (б), измеренные в области с преобладанием аустенитной фазы, а также распределение удельных долей границ между кристаллографическими вариантами α -мартенсита (в).

Примечание: На рис. (а) и (б), распределение границ по осям разориентировок приведено в правом верхнем углу рисунков.

В рассматриваемом спектре было выявлено относительно высокое содержание двойниковых границ $\Sigma 3$ (Рис. 6а), связанное, по-видимому, с исходным спектром границ зерен.

Спектр разориентировок в α -мартенсите приведен на Рис. 6б. В отличие от аустенита, данная фаза характеризовалась существенным содержанием БУГ. Также важно отметить необычный характер распределения границ как по углам, так и по осям разориентации.

Как отмечалось выше, α -мартенсит вряд ли испытал значительную деформацию в ходе прокатки. Исходя из этого, необычность спектра разориентировок в этой фазе могла быть связана с границами между кристаллографическими вариантами. Вследствие различий симметрии решеток ГЦК и ОЦК, возможно 24 кристаллографически эквивалентных варианта описания соотношения Курдюмова-Закса. Для выявления возможной связи между ними и экспериментальным спектром разориентировок, была вычислена удельная доля границ кристаллографических вариантов. Полученные результаты суммированы на Рис. 6в.

Как следует из данного рисунка, действительно, границы между вариантами составляли значительную часть измеренного спектра разориентировок. Данный факт может служить дополнительным подтверждением тому, что α -мартенсит не подвергся существенной пластической деформации. Кроме того, Рис. 6в также выявил кристаллографическую выделенность границ между вариантами V1/V2, V1/V4, V1/V6иV1/V8, свидетельствуя, таким образом, о селекции вариантов в ходе мартенситного превращения.

4. Выводы

В данной работе исследовалась микроструктура аустенитной стали 12X18H10T после криогенной деформации. Для проведения микроструктурного и текстурного анализа привлекалась современная ориентационная микроскопия, основанная на автоматическом анализе картин дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD). В результате исследования сформулированы следующие выводы.

1. Как и ожидалось, криогенная деформация сопровождалась мартенситными превращениями. Местом преимущественного зарождения мартенситных фаз служили деформационные полосы, хотя также были отмечены случаи зарождения внутри механических двойников. Мартенситное превращение, протекавшее в наиболее деформированных участках аустенита, препятствовало эволюции границ деформационного происхождения в этой фазе и, таким образом, замедляло развитие фрагментации в ней. Механическое двойникование являлось основным (или даже единственным) механизмом формирования БУГ в аустенитной фазе.

2. Во всех случаях измеренная ориентировка α -мартенсита существенно ($\sim 5^\circ$) отклонялась от положения, ожидавшегося в соответствии с ориентационным соотношением. Предположено, что данный эффект связан с разворотом решетки аустенита в деформационных полосах.

3. Выявленное мартенситное превращение характеризовалось селекцией кристаллографических вариантов. В случае α -мартенсита была выявлена кристаллографическая выделенность границ вариантов V1/V2, V1/V4, V1/V6иV1/V8, свидетельствовавшая, по-видимому, о селекции 4 вариантов из 24 возможных в соответствии с соотношением Курдюмова-Закса.

4. Показано, что рост мартенситной фазы сопровождался селекцией кристаллографических вариантов. Это способствовало некоторому огрублению структуры α -мартенсита.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 17-42-020426). Исследования проведены на базе центра коллективного пользования ИПСМ РАН «Структурные и физико-механические исследования материалов».

Литература

- [1] М.Л. Бернштейн, А.Г. Рахштадт, *Металловедение и термическая обработка стали. Справочник т.2 Основы термической обработки* (Металлургия, М., 1983).
- [2] J. Hirsch, K. Lucke and M. Hatherly // *Acta Metallurgica* **36(11)** (1988) 2905.
- [3] L.J. Teutonico // *Acta Metallurgica* **11(12)** (1963) 1283.
- [4] J.W. Christian, S. Mahajan // *Progress in Materials Science* **39(1-2)** (1995) 1.
- [5] J.W. Brooks, M.H. Loretto, R.E. Smallman // *Acta Metallurgica* **27(12)** (1979) 1839.
- [6] G.B. Olson, M. Cohen // *Metallurgical Transactions A* **6** (1975) 791.
- [7] A.K. De, D.C. Murdock, M.C. Mataya, J.G. Speer, D.K. Matlock // *Scripta Materialia* **50(12)** (2004) 1445.

- [8] T.-H. Lee, E. Shin, C.-S. Oh, H.-Y. Ha, S.-J. Kim // *Acta Materialia* **58(8)** (2010) 3173.
- [9] A. Das, S. Sivaprasad, P.C. Chakraborti, S. Tarafder // *Materials Science and Engineering: A* **528(27)** (2011) 7909.
- [10] Y.F. Shen, X.X. Li, X. Sun, Y.D. Wang, L. Zuo // *Materials Science and Engineering: A* **552** (2012) 514.
- [11] P. Mallick, N.K. Tewary, S.K. Ghosh, P.P. Chattopadhyay // *Materials Characterization* **133** (2017) 77.
- [12] T. Suzuki, J. Kojima, K. Suzuki, T. Hashimoto, M. Ichihara // *Acta Metallurgica* **25(10)** (1977) 1151.
- [13] N. Nakada, H. Ito, Y. Matsuoka, T. Tsuchiyama, S. Takaki // *Acta Materialia* **58(3)** (2010) 895.
- [14] I. Shakhova, V. Dudko, A. Belyakov, K. Tsuzaki, R. Kaibyshev // *Materials Science and Engineering: A* **545** (2012) 176.
- [15] S. Sabooni, F. Karimzadeh, M.H. Enayati, A.H.W. Ngan // *Materials Science and Engineering: A* **636** (2015) 221.
- [16] L. Bracke, K. Verbeken, L. Kestens, J. Penning // *Acta Materialia* **57(5)** (2009) 1512.
- [17] B. Roy, R. Kumar, J. Das // *Materials Science and Engineering: A* **631** (2015) 241.
- [18] T.S. Wang, J.P. Peng, Y.W. Gao, F.C. Zhang, T.F. Jing // *Materials Science and Engineering: A* **407(1-2)** (2005) 84.
- [19] M. Eskandari, A. Kermanpur, A. Najafizadeh // *Metallurgical and Materials Transactions A* **40(9)** (2009) 2241.
- [20] T.-H. Lee, C.-S. Oh, S.J. Kim, S. Takaki // *Acta Materialia* **55(11)** (2007) 3649.
- [21] M. Klimova, S. Zhrebtssov, N. Stepanov, G. Salishchev, D.A. Molodov // *Materials Characterization* **132** (2017) 20.
- [22] К.Г. Фархутдинов, Р.Г. Зарипова, Е.Е. Синицина, Х.Я. Мулюков, Б.Ф. Абдуллин // *Металлофизика* **13(1)** (1991) 51.
- [23] A. Stormvinter, G. Miyamoto, T. Furuhaara, P. Hedstrom, A. Borgenstam // *Acta Materialia* **60(20)** (2012) 7265.
- [24] J. Hirsch, K. Lucke // *Acta Metallurgica* **36(11)** (1988) 2863.

EBSD ANALYSIS OF AUSTENITE STEEL MICROSTRUCTURE AFTER CRYOGENIC ROLLING

A.F. Aletdinov^{1*}, S.Y. Mironov^{1,2}, G.F. Korznikova¹, R.G. Zaripova³, T.N. Konkova^{1,4},
M.M. Myshlyaev^{5,6}

¹ Institute for Metals Superplasticity Problems, Russian Academy of Science, 39 Khalturin Str., Ufa, 450001, Russia

² Department of Materials Processing, Graduate School of Engineering, Tohoku University, 6-6-02 Aramaki-aza-Aoba, Sendai 980-8579, Japan

³ Ufa State Aviation Technical University, 12 K. Marx St., Ufa 450000, Russia

⁴ University of Strathclyde, 85 Inchinnan Drive., Inchinnan, PA4 9LJ, United Kingdom

⁵ Baikov Institute of Metallurgy and Material Science, Russian Academy of Science, 49 Lenin-av., Moscow 119991, Russia

⁶ Institute of Solid State Physics, Russian Academy of Sciences, 2 Academic Osypian Str., Chernogolovka, Moscow Oblast 142432, Russia

*e-mail: a.aletdinov@mail.ru

Abstract. This work is based on the use of electron backscatter diffraction (EBSD) methods to investigate the microstructure of metastable austenitic steel 12X18H10T (321) after cryogenic rolling. Cryogenic deformation was accompanied by martensitic transformations, and the martensitic phase nucleation mainly in deformation bands. It is assumed that the proceeding of the martensitic transformation in the most deformed parts of the microstructure should prevent the evolution of deformation-induced boundaries in the austenite and, thus, inhibit the process of fragmentation of this phase. Mechanical twinning was the primary (or even sole) mechanism providing HAB formation in the austenite.

Keywords: austenitic steel, cryogenic rolling, martensite, grain boundaries, microstructure, EBSD.

References

- [1] M.L. Bernstein, A.G. Rahshtadt, *Metallurgy and heat treatment of steel. Reference volume 2. The fundamentals of heat treatment* (Metallurgiya, M, 1983). (in Russian).
- [2] J. Hirsch, K. Lucke and M. Hatherly // *Acta Metallurgica* **36(11)** (1988) 2905.
- [3] L.J. Teutonico // *Acta Metallurgica* **11(12)** (1963) 1283.
- [4] J.W. Christian, S. Mahajan // *Progress in Materials Science* **39(1-2)** (1995) 1.
- [5] J.W. Brooks, M.H. Loretto and R.E. Smallman // *Acta Metallurgica* **27(12)** (1979) 1839.
- [6] G.B. Olson, M. Cohen // *Metallurgical Transactions A* **6** (1975) 791.
- [7] A.K. De, D.C. Murdock, M.C. Mataya, J.G. Speer, D.K. Matlock // *Scripta Materialia* **50(12)** (2004) 1445.
- [8] T.-H. Lee, E. Shin, C.-S. Oh, H.-Y. Ha, S.-J. Kim // *Acta Materialia* **58(8)** (2010) 3173.
- [9] A. Das, S. Sivaprasad, P.C. Chakraborti, S. Tarafder // *Materials Science and Engineering: A* **528(27)** (2011) 7909.
- [10] Y.F. Shen, X.X. Li, X. Sun, Y.D. Wang, L. Zuo // *Materials Science and Engineering: A* **552** (2012) 514.

- [11] P. Mallick, N.K. Tewary, S.K. Ghosh, P.P. Chattopadhyay // *Materials Characterization* **133** (2017) 77.
- [12] T. Suzuki, J. Kojima, K. Suzuki, T. Hashimoto, M. Ichihara // *Acta Metallurgica* **25(10)** (1977) 1151.
- [13] N. Nakada, H. Ito, Y. Matsuoka, T. Tsuchiyama, S. Takaki // *Acta Materialia* **58(3)** (2010) 895.
- [14] I. Shakhova, V. Dudko, A. Belyakov, K. Tsuzaki, R. Kaibyshev // *Materials Science and Engineering: A* **545** (2012) 176.
- [15] S. Sabooni, F. Karimzadeh, M.H. Enayati, A.H.W. Ngan // *Materials Science and Engineering: A* **636** (2015) 221.
- [16] L. Bracke, K. Verbeken, L. Kestens, J. Penning // *Acta Materialia* **57(5)** (2009) 1512.
- [17] B. Roy, R. Kumar, J. Das // *Materials Science and Engineering: A* **631** (2015) 241.
- [18] T.S. Wang, J.P. Peng, Y.W. Gao, F.C. Zhang, T.F. Jing // *Materials Science and Engineering: A* **407(1-2)** (2005) 84.
- [19] M. Eskandari, A. Kermanpur, and A. Najafizadeh // *Metallurgical and Materials Transactions A* **40(9)** (2009) 2241.
- [20] T.-H. Lee, C.-S. Oh, S.J. Kim, S. Takaki // *Acta Materialia* **55(11)** (2007) 3649.
- [21] M. Klimova, S. Zhrebtsov, N. Stepanov, G. Salishchev, D.A. Molodov // *Materials Characterization* **132** (2017) 20.
- [22] K.G. Farkhutdinov, R.G. Zaripova, E.E. Sinitsyna, Kh. Y. Mulyukov, B.F. Abdullin // *Metallofizika* **13(1)** (1991) 51. (in Russian).
- [23] A. Stormvinter, G. Miyamoto, T. Furuhashi, P. Hedstrom, A. Borgenstam // *Acta Materialia* **60(20)** (2012) 7265.
- [24] J. Hirsch and K. Lucke // *Acta Metallurgica* **36(11)** (1988) 2863.

ОБ УСТОЙЧИВОСТИ ОДНОМЕРНЫХ БУШЕЙ НЕЛИНЕЙНЫХ КОЛЕБАТЕЛЬНЫХ МОД В ГРАФЕНЕ

Ю.А. Баимова^{1,2*}, С.А. Щербинин³, Г.М. Чечин³, С.В. Дмитриев^{1,4}

¹Институт проблем сверхпластичности металлов Российской академии наук, Уфа, ул. Степана

Халтурина, 39, 450001, Россия

²Башкирский государственный университет, Уфа, ул. Заки Валиди, 32, 450076, Россия

³Южный федеральный университет, НИИ физики, Ростов-на-Дону, пр. Стачки, 194, 344090, Россия

⁴Национальный исследовательский Томский государственный университет, Томск, пр. Ленина, 36,
634050, Россия

*e-mail: julia.a.baimova@gmail.com

Аннотация. Ранее было доказано, что в графене могут существовать четыре одномерных буша (продиктованные симметрией решетки делокализованные нелинейные колебательные моды), описывающих атомные колебания в плоскости листа этого материала. В настоящей работе методом молекулярной динамики исследуется устойчивость двух из них. Установлено, что при амплитудах колебаний, больших некоторого критического значения, буши теряют устойчивость, и показатель критической экспоненты возрастает линейно с ростом амплитуды выше критической.

Ключевые слова: графен, буши нелинейных мод, молекулярная динамика.

1. Введение

При исследовании динамики высокоамплитудных колебаний любой физической системы важную роль играет нелинейность, которая для широкого круга материалов может приводить к возможности существования различных пространственно локализованных и делокализованных динамических объектов, таких как дискретные бризеры [1-5], солитоны [6, 7], нелинейные нормальные моды и их буши [8-13] и др.

Особый интерес представляет исследование этих динамических объектов в различных углеродных структурах. Была показана возможность существования дискретных бризеров в монослойном графене и на краю графеновых нанолент [14-20], углеродных нанотрубках и фуллеренах [21-24], графене (наводороженном графене) [25-27]. Подобные нелинейные объекты могут влиять на процесс появления дефектов [23], разрыв связей в структуре и на различные механические свойства материалов.

В отличие от дискретных бризеров, которые являются пространственно локализованными динамическими объектами, буши нелинейных нормальных мод представляют собой некоторый класс делокализованных ангармонических колебаний в системах с дискретной симметрией. Существенно, что они являются точными решениями соответствующих нелинейных динамических уравнений [28, 29, 30]. Их структура определяется с помощью теоретико-групповых методов [31] и не зависит от конкретного вида межатомных взаимодействий. Особый интерес представляют собой одномерные буши, поскольку им отвечают периодические колебания атомов кристалла.

В работе [32] было доказано, что в графене могут существовать четыре типа одномерных бушей. В работе [33] их динамические свойства были изучены в рамках *ab*

initio моделирования на основе теории функционала плотности на относительно малых временных интервалах. С другой стороны, важной задачей при исследовании бушей мод является анализ их устойчивости на больших временах, что трудно осуществить с помощью расчетов из первых принципов, поскольку они требуют больших временных затрат. В настоящей работе для решения этой задачи применен существенно более быстрый метод молекулярной динамики. Этот метод основан на решении классических уравнений движения Ньютона с некоторыми феноменологическими потенциалами межатомного взаимодействия. Методы молекулярной динамики успешно применялись для исследования различных нелинейных явлений в графене, углеродных нанотрубках и графеновых нанолентах [15, 17, 18, 25, 34].

Во многих работах было показано, что дискретные бризеры могут потерять устойчивость при малых искажениях их профилей, в частности, при учёте тепловых атомных колебаний [19]. Аналогичная ситуация имеет место и для бушей нелинейных нормальных мод (см., например, [35 - 37]).

Целью данной работы является исследование устойчивости двух из четырёх вышеупомянутых одномерных бушей нелинейных нормальных мод в графене методами молекулярной динамики. При проведении молекулярно-динамических расчётов нами был использован стандартный набор межатомных потенциалов [34], который ранее успешно применялся при исследовании различных свойств углеродных структур.

2. Описание модели

Примитивная ячейка графена, определяемая векторами трансляции $\mathbf{a}_1, \mathbf{a}_2$, содержит два атома, каждый из которых имеет три степени свободы – компоненты вектора смещения. Ось x совпадает с направлением «зигзаг», а ось y – с направлением «кресло». На рис. 1 показаны колебательные паттерны рассматриваемых в работе двух типов одномерных бушей, где стрелками указаны смещения атомов из своих положений равновесия в плоскости листа графена. Пунктирными рамками выделены ячейки повторяемости колебательного состояния решётки графена.

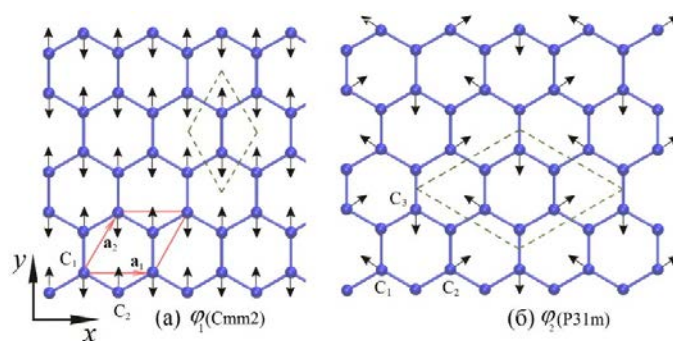


Рис. 1. Два одномерных буша а) ϕ_1 и б) ϕ_2 . Стрелками показаны атомные смещения.

Взаимодействие атомов углерода описывается потенциалом [34], сконструированным из стандартного набора межатомных потенциалов и учитывающим влияние на энергию системы деформации валентных связей, валентных и торсионных углов. Данный потенциал был успешно апробирован для решения целого ряда проблем в углеродных структурах [15, 16, 22, 34, 38, 39].

Существенным отличием двух исследуемых нами бушей является разная мультипликация соответствующих им элементарных ячеек колебательного состояния решётки графена по отношению к размеру элементарной ячейки в её равновесном состоянии. Именно, кратность мультипликации в случае буша ϕ_1 равна 1, а в случае буша

φ_2 – 3. В связи с этим, выбранный нами при моделировании расчётный фрагмент для буша φ_1 состоит из 16×16 элементарных ячеек графена, а для буша φ_2 – из 12×6 ячеек.

Вдоль обеих осей, x и y , задавались периодические граничные условия. Начальные же условия при решении классических динамических уравнений определялись заданием положений атомов графена в соответствии с их смещениями, приведёнными на рис. 1. Начальные скорости всех атомов полагались равными нулю.

В паттерне буша φ_1 различаются два типа атомов, C_1 и C_2 , которые получили в начальный момент времени одинаковые по величине и различные по знаку смещения вдоль оси y . В ячейке повторяемости паттерна буша φ_2 содержится 6 атомов, три из которых остаются неподвижными в течение временной эволюции этого буша. Три других атома на рис. 1 обозначены буквами C_1 , C_2 и C_3 . Атом C_3 имеет в начальный момент времени отрицательное по величине смещение в направлении оси y , а атомы C_1 и C_2 имеют такие же по величине смещения под углом 60° к оси y с противоположными по знаку проекциями на ось x .

Исходя из вышеуказанных начальных условий, для каждого из бушей φ_1 и φ_2 проводилось численное решение уравнений Ньютона методом Верле.

Из теории бушей мод известно, что при достаточно больших амплитудах рассматриваемый буш может потерять свою устойчивость, в результате чего он переходит в буш большей размерности и меньшей симметрии. По определению, одномерные буши характеризуются лишь одной степенью свободы. В случае рассматриваемых нами бушей эта степень свободы определяется величиной смещения одного атома углерода, поскольку все движущиеся атомы листа графена в любой момент времени имеют одинаковые по величине (но, быть может, разные по направлению) смещения. В случае же потери устойчивости динамического режима, в его колебательном паттерне появляются дополнительные степени свободы. Для исследуемых нами бушей потеря устойчивости проявляется в том, что у некоторых атомов возникает проекция вектора смещения вдоль оси x , которая отсутствовала при устойчивом движении данного буша.

Оказалось, что для установления факта потери устойчивости буша φ_1 достаточно отслеживать дополнительное смещение вдоль оси x атома типа C_1 , а для буша φ_2 – смещение вдоль оси x атома типа C_3 .

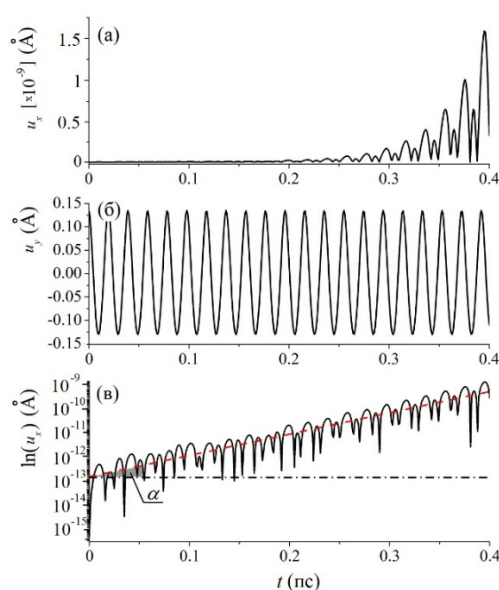


Рис. 2. (а, б) Смещения $u_x(t)$ и $u_y(t)$ вдоль осей x и y , соответственно, для атома C_1 в случае одномерного буша φ_1 при начальной амплитуде $A = 0.125 \text{ Å}$. На (в) величина смещения $u_x(t)$ представлена в логарифмическом масштабе.

3. Результаты и обсуждение

На рис. 2а для буша φ_1 при начальной амплитуде $A = 0.125 \text{ \AA}$ показана зависимость от времени смещений u_x и u_y атома типа C_1 вдоль направлений x и y , соответственно. Величина смещения атома вдоль оси z , то есть колебания из плоскости листа графена, не отличалась от 0 с высокой точностью на протяжении всего времени моделирования, в силу чего проекция u_z на рисунке не представлена. Как видно из этого рисунка, на начальном этапе движения колебания вдоль оси x отсутствуют ($u_x(t)=0$), однако с течением времени эта компонента смещения нарастает от нулевого значения за счёт неустойчивости рассматриваемого буша. На рис. 2в смещение $u_x(t)$ показано в логарифмическом масштабе, откуда видно, что степень неустойчивости режима со временем линейно увеличивается. Это поведение может быть описано выражением $u_x(t) \sim A \cdot e^{\alpha t}$, где A – начальная амплитуда смещения атома, α – угол наклона кривой линейной аппроксимации, которая показана на рис. 2в пунктирной линией. В случае буша φ_2 подобные графики были построены для атома типа C_3 .

Нами производилась оценка угла наклона α , показанного на рис. 2(в), для различных амплитуд колебаний бушей. Результаты представлены на рис. 3 для бушей φ_1 (а) и φ_2 (б). Данные результаты позволяют оценить амплитуду колебаний атомов углерода, при которой в системе не будет возникать неустойчивость. Такой критической амплитуде соответствует точка пересечения аппроксимирующей прямой на Рис. 3 с осью абсцисс. Из этих графиков видно, что минимальная амплитуда возбуждения атома, при которой сохраняется устойчивость буша φ_1 , составляет $0.082 \text{ \AA}$, а для буша φ_2 – $0.138 \text{ \AA}$. Полученные результаты свидетельствуют о большей устойчивости одномерного буша φ_2 по сравнению с бушем φ_1 .

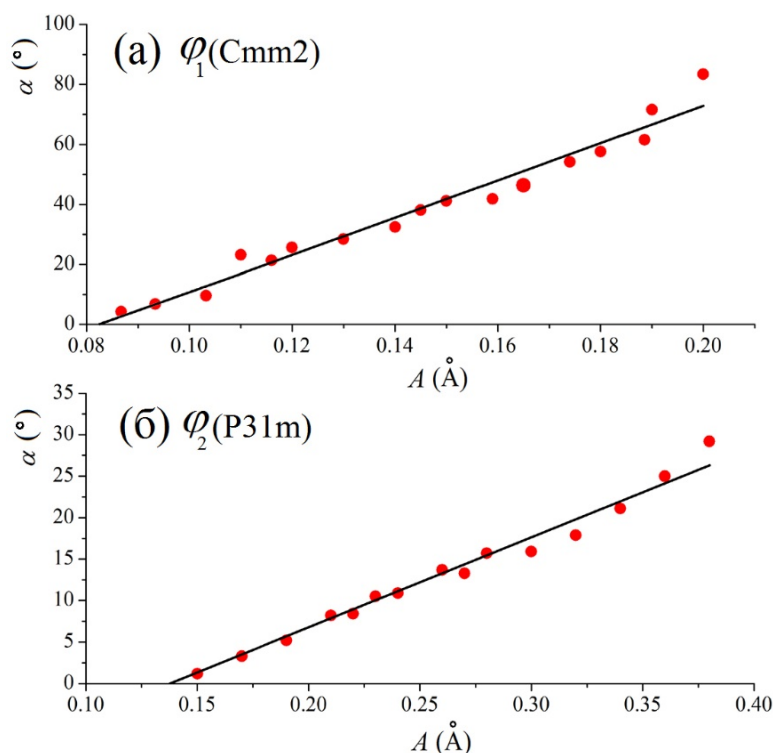


Рис. 3. Зависимость параметра α от амплитуды смещений атома C_1 для буша φ_1 (а) и атома C_3 для буша φ_2 (б). В скобках на рисунках а) и б) указаны группы пространственной симметрии исследуемых бушей.

4. Заключение

В настоящей работе методом молекулярной динамики с использованием стандартного набора межатомных потенциалов исследована устойчивость найденных в работе [32] двух одномерных бушей нелинейных нормальных мод на больших временных интервалах. Найденны критические значения начальных атомных амплитуд бушей, выше которых происходит потеря устойчивости этих бушей.

Поскольку при потере устойчивости данного буша он должен перейти в некоторый другой буш большей размерности и меньшей симметрии, представляет интерес исследование этого ожидаемого явления, как и процесса потери устойчивости других типов возможных в графене бушей мод, в частности, многомерных.

В последующих работах предполагается выяснить, каковы буши нормальных нелинейных мод в нитриде бора [40], который имеет гексагональную решетку, как и графен, но в примитивной трансляционной ячейке данного двумерного кристалла находятся два различных атома (N и B).

Отметим, что в некоторых случаях буши нелинейных мод могут использоваться для инициализации дискретных бризеров путем наложения локализирующих функций [41].

В перспективе возможно исследование устойчивости бушей мод с использованием первопринципного моделирования [42,43].

Б.Ю.А. благодарит за финансовую поддержку стипендию Президента РФ молодым ученым и аспирантам (СП-4037.2015.1). Визит И.С.А в Уфу, ИПСМ РАН был поддержан грантом Российского научного фонда № 14-13-00982. Ч.Г.М. благодарит за финансовую поддержку Министерство Образования и Науки Российской Федерации (базовая часть государственного задания, проект №. 3.5710.2017/8.9). Д.С.В. благодарит грант Российского научного фонда № 16-12-10175.

Литература

- [1] S.V. Dmitriev, E.A. Korznikova, J.A. Baimova, M.G. Velarde // *Physics-Uspekhi* **59** (2016) 446.
- [2] С.В. Дмитриев // *Письма о материалах* **1** (2011) 78.
- [3] С.В. Дмитриев, Ю.А. Баимова // *Письма в Журнал технической физики* **37** (2011) 13.
- [4] П.В. Захаров, А.М. Ерёмин, М.Д. Старостенков, А.В. Маркидонов, И.С. Луценко // *Фундаментальные проблемы современного материаловедения* **12** (2015) 146.
- [5] П.В. Захаров, М.Д. Старостенков, А.М. Ерёмин // *Фундаментальные проблемы современного материаловедения* **13** (2016) 223.
- [6] Л.И. Маневич, А.В. Савин, В.В. Смирнов, С.Н. Волков // *Успехи физических наук* **164** (1994) 937.
- [7] В.В. Киселев, А.А. Расковалов // *Фундаментальные проблемы современного материаловедения* **13** (2016) 19.
- [8] G. Chechin, D. Sizintsev, O. Usoltsev // *Letters on Materials* **6** (2016) 146.
- [9] G. Chechin, D. Sizintsev, O. Usoltsev // *Letters on Materials* **6** (2016) 309.
- [10] G. Chechin, D. Sizintsev, O. Usoltsev // *Computational Materials Science* **138** (2017) 353.
- [11] G.M. Chechin, S.A. Shcherbinin // *Communications in Nonlinear Science and Numerical Simulations* **22** (2015) 244.
- [12] G.M. Chechin, D.S. Ryabov, S.A. Shcherbinin // *Physical Review E* **92** (2015) 012907.
- [13] G.M. Chechin, D.S. Ryabov, S.A. Shcherbinin // *Letters on Materials* **6** (2016) 9.
- [14] Y. Yamayose, Y. Kinoshita, Y. Doi, A. Nakatani, T. Kitamura // *Europhysics Letters* **80** (2007) 40008.
- [15] E.A. Korznikova, J.A. Baimova, S.V. Dmitriev // *Europhysics Letters* **102** (2013) 60004.

- [16] Ю.А. Баимова, А.Б. Ямилова, И.П. Лобзенко, С.В. Дмитриев, Г.М. Чечин // *Фундаментальные проблемы современного материаловедения* **11** (2014) 599.
- [17] Е.А. Корзникова, А.В. Савин, Ю.А. Баимова, С.В. Дмитриев, Р.Р. Мулюков // *Письма в журнал экспериментальной и технической физики* **96** (2012) 238.
- [18] Л.З. Хадеева, С.В. Дмитриев, Ю.С. Кившарь // *Письма в журнал экспериментальной и технической физики* **94** (2011) 580.
- [19] Y. Doi, A. Nakatani // *Procedia Engineering* **10** (2011) 3393.
- [20] Y. Doi, A. Nakatani // *Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering* **6** (2012) 71.
- [21] Y. Kinoshita, Y. Yamayose, Y. Doi, A. Nakatani, T. Kitamura // *Physical Review B* **77** (2008) 024307.
- [22] A.V. Savin, Y.S. Kivshar // *Europhysics Letters* **82** (2008) 66002.
- [23] T. Shimada, D. Shirasaki, T. Kitamura // *Physical Review B* **81** (2010) 035401.
- [24] A.V. Savin, Y.S. Kivshar // *Physical Review B* **85** (2008) 125427.
- [25] B. Liu, J.A. Baimova, K. Zhou et al // *Journal of Physics D: Applied Physics* **46** (2013) 305302.
- [26] G.M. Chechin, S.V. Dmitriev, I.P. Lobzenko, D.S. Ryabov // *Physical Review B* **90** (2014) 045432.
- [27] A.V. Savin, L.I. Manevitch // *Physical Review B* **67** (2003) 144302.
- [28] В. П. Сахненко, Г.М. Чечин // *Доклады академии наук* **330** (1993) 308.
- [29] В. П. Сахненко, Г. М. Чечин // *Доклады академии наук* **338** (1994) 42.
- [30] G.M. Chechin, V.P. Sakhnenko // *Physica D* **117** (1998) 43.
- [31] G. M. Chechin // *Computers & Mathematics with Applications* **17** (1989) 255.
- [32] G.M. Chechin, D.S. Ryabov, S.A. Shcherbinin // *Letters on Materials* **6** (2016) 9.
- [33] G.M. Chechin, D.S. Ryabov, S.A. Shcherbinin // *Letters on Materials* **7(4)** (2017) 367.
- [34] A.V. Savin, Yu. S. Kivshar // *Europhysics Letters* **89** (2010) 46001.
- [35] G. M. Chechin, D.S. Ryabov, K.G. Zhukov // *Physica D* **203** (2005) 121.
- [36] G.M. Chechin, A. V. Gnezdilov, M. Yu Zekhtser // *International Journal of Non-Linear Mechanics* **2003** (2015) 1451.
- [37] G.M. Chechin, S.A. Shcherbinin // *Communications in Nonlinear Science and Numerical Simulations* **22** (2015) 244.
- [38] A.V. Savin, Yu. S. Kivshar // *Physical Review B* **81** (2010) 165418.
- [39] A.V. Savin, Yu. S. Kivshar, B. Hu // *Physical Review B* **82** (2010) 195422.
- [40] E. Barani, E.A. Korznikova, A.P. Chetverikov, K. Zhou, S.V. Dmitriev // *Physics Letters A* **381** (2017) 3553.
- [41] E. Barani, I.P. Lobzenko, E.A. Korznikova, E.G. Soboleva, S.V. Dmitriev, K. Zhou, A.M. Marjaneh // *European Physics Journal B* **90** (2017) 38.
- [42] I.P. Lobzenko, G.M. Chechin, G.S. Bezuglova, Y.A. Baimova, E.A. Korznikova, S.V. Dmitriev // *Physics of the Solid State* **58** (2016) 633.
- [43] G.M. Chechin, S.V. Dmitriev, I.P. Lobzenko, D.S. Ryabov // *Physical Review B* **90** (2014) 045432.

ON THE STABILITY OF ONE-DIMENSIONAL BUSHES IN GRAPHENE

J.A. Baimova^{1,2*}, S.A. Shcherbinin³, G.M. Chechin³, S.V. Dmitriev^{1,4}

¹Institute for Metals Superplasticity Problems, Russian Academy of Science, Khalturina 49, Ufa, 450001, Russia

²Bashkir State University, Z. Validi str., 32, Ufa, 450076, Russia

³Southern Federal University Research institute of physics, Rostov-on-Don, Stachki ave. 194, 344090, Russia

⁴National Research Tomsk State University, Lenin ave. 36, 634050, Tomsk, Russia

*e-mail: julia.a.baimova@gmail.com

Abstract. Earlier it has been proved that graphene supports four one-dimensional bushes (symmetry dictated, delocalized nonlinear vibrational modes), describing in-plane atomic vibrations. In this paper, the stability of two of them is investigated by the molecular dynamics method. It is found that for oscillation amplitudes greater than a certain critical value, the bushes lose their stability, and the critical exponent increases linearly with increasing amplitude above the critical value.

Keywords: graphene, bushes of nonlinear modes, molecular dynamics.

References

- [1] S.V. Dmitriev, E.A. Korznikova, J.A. Baimova, M.G. Velarde // *Physics-Uspekhi* **59** (2016) 446.
- [2] S. V. Dmitriev // *Letters on materials* **1** (2011) 78.
- [3] S. V. Dmitriev, J.A. Baimova // *Technical Physics Letters* **37** (2011) 13.
- [4] P.V. Zakharov, A.M. Eremin, M.D. Starostenkov, A.V. Markidonov, I.S. Lutsenko // *Fundamentalnie Problemi Sovremennogo Materialovedeniya* **12** (2015) 146. (in Russian).
- [5] P.V. Zakharov, M.D. Starostenkov, A.M. Eremin // *Fundamentalnie Problemi Sovremennogo Materialovedeniya* **13** (2016) 223. (in Russian).
- [6] L.I. Manevich, A.V. Savin, V.V. Smirnov, S.N. Volkov // *Physics-Uspekhi* **37** (1994) 859.
- [7] V.V. Kiselev, A.A. Raskovalov // *Fundamentalnie Problemi Sovremennogo Materialovedeniya* **13** (2016) 19. (in Russian).
- [8] G. Chechin, D. Sizintsev, O. Usoltsev // *Letters on materials* **6** (2016) 146.
- [9] G. Chechin, D. Sizintsev, O. Usoltsev // *Letters on materials* **6** (2016) 309.
- [10] G. Chechin, D. Sizintsev, O. Usoltsev // *Computational Material Science* **138** (2017) 353.
- [11] G.M. Chechin, S.A. Shcherbinin // *Communications in Nonlinear Science and Numerical Simulations* **22** (2015) 244.
- [12] G.M. Chechin, D.S. Ryabov, S.A. Shcherbinin // *Physical Review E* **92** (2015) 012907.
- [13] G.M. Chechin, D.S. Ryabov, S.A. Shcherbinin // *Letters on Materials* **6** (2016) 9.
- [14] Y. Yamayose, Y. Kinoshita, Y. Doi, A. Nakatani, T. Kitamura // *Europhysics Letters* **80** (2007) 40008.
- [15] E.A. Korznikova, J.A. Baimova, S.V. Dmitriev // *Europhysics Letters* **102** (2013) 60004.
- [16] J.A. Baimova, A.B. Yamilova, I.P. Lobzenko, S.V. Dmitriev, G.M. Chechin // *Fundamentalnie Problemi Sovremennogo Materialovedeniya* **11** (2014) 599. (in Russian).
- [17] E.A. Korznikova, A.V. Savin, J.A. Baimova, S.V. Dmitriev, R.R. Mulukov // *Journal of Experimental and Theoretical Physics Letters* **96** (2012) 222.

- [18] L.Z. Khadeeva, S.V. Dmitriev, Yu.S. Kivshar // *Journal of Experimental and Theoretical Physics Letters* **94** (2011) 539.
- [19] Y. Doi, A. Nakatani // *Procedia Engineering* **10** (2011) 3393.
- [20] Y. Doi, A. Nakatani // *Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering* **6** (2012) 71.
- [21] Y. Kinoshita, Y. Yamayose, Y. Doi, A. Nakatani, T. Kitamura // *Physical Review B* **77** (2008) 024307.
- [22] A.V. Savin, Y.S. Kivshar // *Europhysics Letters* **82** (2008) 66002.
- [23] T. Shimada, D. Shirasaki, T. Kitamura // *Physical Review B* **81** (2010) 035401.
- [24] A.V. Savin, Y.S. Kivshar // *Physical Review B* **85**(2008) 125427.
- [25] B. Liu, J.A. Baimova, K. Zhou et al // *Journal of Physics D: Applied Physics* **46** (2013) 305302.
- [26] G.M. Chechin, S.V. Dmitriev, I.P. Lobzenko, D.S. Ryabov // *Physical Review B* **90** (2014) 045432.
- [27] A.V. Savin, L.I. Manevitch // *Physical Review B* **67** (2003) 144302.
- [28] V. P. Sakhnenko, G.M Chechin // *Doklady Physics* **330** (1993) 308.
- [29] V. P. Sakhnenko, G.M Chechin // *Doklady Physics* **338** (1994) 42.
- [30] G.M. Chechin, V.P. Sakhnenko // *Physica D* **117** (1998) 43.
- [31] G. M. Chechin // *Computers & Mathematics with Applications* **17** (1989) 255.
- [32] G.M. Chechin, D.S. Ryabov, S.A. Shcherbinin // *Letters on Materials* **6** (2016) 9.
- [33] G.M. Chechin, D.S. Ryabov, S.A. Shcherbinin // *Letters on Materials* (2017). (in press).
- [34] A.V. Savin, Yu. S. Kivshar // *Europhysics Letters* **89** (2010) 46001.
- [35] G. M. Chechin, D.S. Ryabov, K.G. Zhukov // *Physica D* **203** (2005) 121.
- [36] G.M. Chechin, A. V. Gnezdilov, M. Yu Zekhtser // *International Journal of Non-Linear Mechanics* **2003** (2015) 1451.
- [37] G.M. Chechin, S.A. Shcherbinin // *Communications in Nonlinear Science and Numerical Simulations* **22** (2015) 244.
- [38] A.V. Savin, Yu. S. Kivshar // *Physical Review B* **81** (2010) 165418.
- [39] A.V. Savin, Yu. S. Kivshar, B. Hu // *Physical Review B* **82** (2010) 195422.
- [40] E. Barani, E.A. Korznikova, A.P. Chetverikov, K. Zhou, S.V. Dmitriev // *Physical Letters A* **381** (2017) 3553.
- [41] E. Barani, I.P. Lobzenko, E.A. Korznikova, E.G. Soboleva, S.V. Dmitriev, K. Zhou, A.M. Marjaneh // *European Physics Journal B* **90** (2017) 38.
- [42] I.P. Lobzenko, G.M. Chechin, G.S. Bezuglova, Y.A. Baimova, E.A. Korznikova, S.V. Dmitriev // *Physics of the Solid State* **58** (2016) 633.
- [43] G.M. Chechin, S.V. Dmitriev, I.P. Lobzenko, D.S. Ryabov // *Physical Review B* **90** (2014) 045432.

ИССЛЕДОВАНИЕ ОДНОМЕРНОЙ НЕЛИНЕЙНОЙ КОЛЕБАТЕЛЬНОЙ МОДЫ В ГЦК АЛЮМИНИИ

О.В. Бачурина¹, Р.Т. Мурзаев^{2*}, Е.А. Корзникова², С.В. Дмитриев^{2,3}

¹Уфимский государственный нефтяной технический университет, 450062, Уфа, Россия

²Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, 450001, Уфа, Россия

³Национальный исследовательский Томский государственный университет, 634050, Томск, Россия

*e-mail: mur611@mail.ru

Аннотация. Известно, что нелинейность межатомных взаимодействий может обеспечить существование пространственно локализованных колебательных мод в кристаллической решетке. В настоящей работе проведено исследование одномерной нелинейной колебательной моды нового типа в бездефектном монокристалле ГЦК алюминия. В данной моде атомы одного плотноупакованного ряда колеблются с одинаковой амплитудой в противофазе с ближайшими соседями. Амплитуды колебаний атомов в соседних плотноупакованных цепочках намного меньше и быстро убывают с удалением от возбужденной цепочки. Рассмотренная колебательная мода может быть классифицирована как дискретный бризер (ДБ) особого вида, в котором колебания локализованы в двух пространственных направлениях и делокализованы в третьем направлении (вдоль плотноупакованного атомного ряда). Полученные результаты расширяют наши представления о нелинейной динамике кристаллической решетки ГЦК металлов.

Ключевые слова: молекулярная динамика, алюминий, линейный дискретный бризер.

1. Введение

Нелинейные колебательные моды кристаллической решетки можно разделить на два вида: делокализованные, обладающие трансляционной симметрией по всем координатным направлениям, и локализованные, где существенные амплитуды колебаний имеет лишь небольшая группа атомов системы. Впервые общая теория делокализованных нелинейных колебательных возбуждений в динамических системах с дискретной симметрией было разработано в [1]. Локализованные и периодические во времени колебания решетки в пространстве получили название дискретный бризер (ДБ) [2-7]. Стремительное увеличение числа работ, посвященных изучению свойств ДБ в различных материалах, связано с развитием компьютерных технологий, методов молекулярной динамики, а также с созданием потенциалов межатомного взаимодействия. Свойства ДБ в чистых металлах с различной кристаллической решеткой стали изучаться совсем недавно [8-15]. Все ДБ в чистых металлах, обнаруженные на сегодняшний день, обладают одинаковой структурой, а именно, они локализованы в плотноупакованном ряду примерно на десятке атомов. При этом все атомы плотноупакованного ряда колеблются с одинаковой амплитудой в противофазе со своими соседями с частотой, превышающей верхнюю границу фононного спектра и возрастающей с увеличением амплитуды колебаний. Физические принципы существования таких ДБ были объяснены в работах [16-22].

До настоящего времени в чистых металлах исследовались только ДБ локализованные по всем трем координатным направлениям [8-15]. Однако существование делокализованных колебательных мод наталкивает на мысль о возможности существования в трехмерном кристалле ДБ, делокализованных в одном направлении и локализованных по двум другим направлениям. Основной задачей настоящей работы является исследование свойств такого одномерного ДБ в ГЦК решетке Al при помощи методов молекулярной динамики.

2. Описание модели

Расчеты в настоящей работе проводились с использованием пакета программ молекулярно-динамических расчетов LAMMPS [23]. Межатомное взаимодействие описывалось при помощи многочастичного потенциала для ГЦК алюминия, построенного на основе метода погруженного атома [24]. Расчетные ячейки были выбраны размером $68.52 \times 54.29 \times 66.6$ Å, состоящая из 92928 атомов. Периодические граничные условия были использованы вдоль всех трех координатных направлений. Компьютерный эксперимент проводился при температуре $T=0$ К с применением термодинамического ансамбля NVE (неизменные число атомов, объем и энергия). Шаг по времени при численном интегрировании уравнений движения атомов был равен 0.001 пс, а продолжительность численных экспериментов составляла 10000 шагов по времени (10 пс), что было вполне достаточно для наблюдения изучаемых явлений.

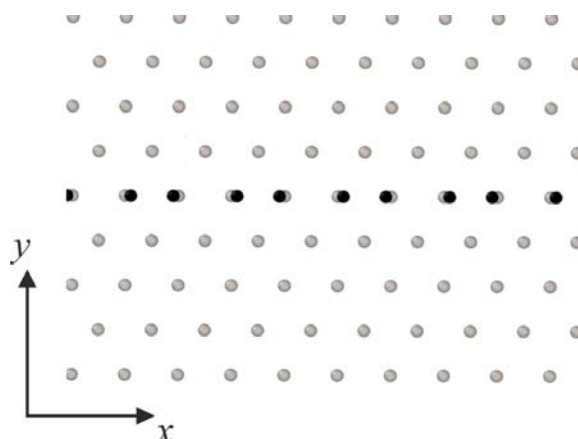


Рис. 1. Локализованная колебательная мода в ГЦК решетке Al. Плотнупакованная плоскость (111) параллельна плоскости xy декартовой системы координат. Черным цветом показаны атомы колебательной моды в момент максимального отклонения от положения равновесия. Остальные атомы отмечены серым. Возбуждены все атомы одного плотноупакованного ряда, и число атомов в данном ряду, в пределах расчетной ячейки, четно.

Одномерная локализованная колебательная мода в трехмерной модели ГЦК Al возбуждалась в плотноупакованной цепочке вдоль направления [111], как показано на Рис. 1. Амплитуды начальных смещений атомов от узлов кристаллической решетки в данном плотноупакованном атомном ряду одинаковы, а знаки у четных и нечетных атомов противоположные. Начальная амплитуда варьировалась в интервале от 0.05 до 0.5 Å. Все остальные атомы в нулевой момент времени находятся в решеточных положениях и все атомы расчетной ячейки имеют нулевые начальные скорости. Возбуждаемая таким образом колебательная мода делокализована в направлении x и локализована в двух других координатных направлениях. Поэтому она может быть названа одномерным ДБ, в отличие от нульмерных ДБ, локализованных по всем трем координатным направлениям [8-15].

3. Результаты моделирования

На Рис. 2 представлена зависимость времени жизни одномерного ДБ от начальной амплитуды колебаний. Как видно из графика, в диапазоне начальных амплитуд от 0.05 до 0.3 Å время жизни ДБ мало и не превышает 2 пс. При амплитуде 0.325 Å наблюдается резкое увеличение времени жизни до максимального значения 16.0 пс, что соответствует 160 колебаниям. После чего с увеличением начальной амплитуды от до 0.5 Å время существования локализованной моды монотонно уменьшается. Такое поведение кривой на Рис. 2 объясняется следующим образом. Используемые очень простые начальные условия не являются точными, поэтому часть энергии возбуждаемого плотноупакованного атомного ряда расходуется на возбуждение соседних атомных рядов. При начальной амплитуде 0.3 Å и меньше, энергии подводимой к системе в нулевой момент времени недостаточно для возбуждения колебательной моды, и поэтому время ее жизни мало. При более высоких начальных амплитудах ДБ возбуждается, но время его жизни падает с ростом начальной амплитуды за счет увеличения радиации, связанной с установлением колебаний моды при неточных начальных условиях.

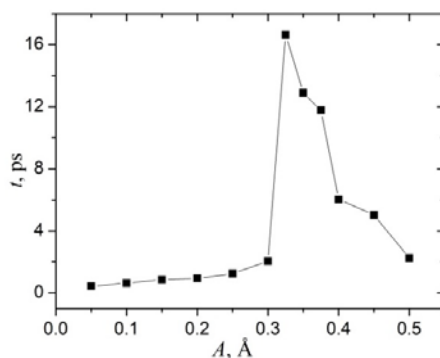


Рис. 2. Зависимость времени жизни одномерного дискретного брызера от начальной амплитуды колебаний A .

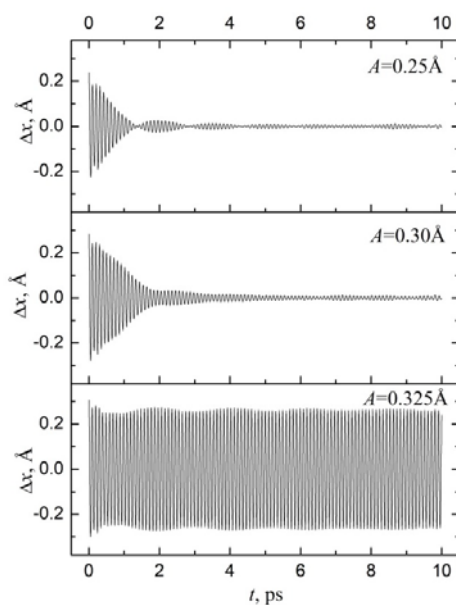


Рис. 3. Зависимость x -компоненты перемещения из положения равновесия от времени для одного из атомов плотноупакованного ряда, где возбужден одномерный ДБ, для различных значений начальной амплитуды, A (указаны на каждой панели).

Зависимость x -компоненты перемещения одного из атомов от времени, для различных значений начальной амплитуды A представлена на Рис. 3. С увеличением начальной амплитуды от 0.3 до 0.325 Å происходит резкий рост времени жизни ДБ, после чего имеет место постепенное его уменьшение.

Зависимость частоты ДБ колебательной моды от начальной амплитуды представлена на Рис. 4а. В интервале начальных амплитуд от 0.05 до 0.3 Å исследуемая колебательная мода имеет быстро убывающую во времени амплитуду и частота колебаний такой моды увеличивается незначительно. Далее, при амплитудах более 0.325 Å, происходит значительный линейный рост частоты ДБ с амплитудой, что соответствует жесткому типу нелинейности, типичному для металлов с различной кристаллической решеткой [8-15].

На Рис. 4б показана также зависимость полной (кинетической плюс потенциальной) колебательной энергии ДБ E_n (в расчете на атом) от начальной амплитуды A . Как видно, поведение функции $E_n(A)$ повторяет вид зависимости частоты от начальной амплитуды.

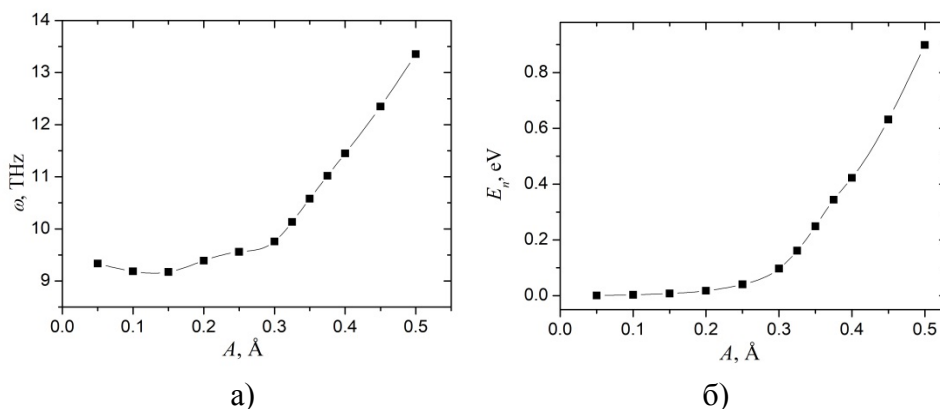


Рис. 4. Зависимость частоты ДБ (а) и его полной колебательной энергии в расчете на атом (б) от начальной амплитуды колебаний A .

Зависимость установившейся амплитуды a , найденной в момент времени 1 пс, от начальной амплитуды A изображена на Рис. 5. Значения параметра a для данной локализованной колебательной моды всегда ниже значений параметра A , что связано с тем, что часть энергии атомов, возбуждаемых в нулевой момент времени, передается соседним атомам при установлении колебательной моды. Отметим, что в интервале амплитуд от 0.05 до 0.3 Å имеется заметное отклонения от линейной зависимости, связанное с уже упоминавшимся быстрым уменьшением во времени амплитуды колебательной моды с малой начальной амплитудой (см две верхние панели Рис. 3). При амплитудах более 0.35 Å четко наблюдается прямая пропорциональность между заданной и установившейся амплитудой колебаний моды.

На Рис. 6 показаны смещения от положений равновесия как функции времени для атома в плотноупакованном ряду, где возбужден ДБ ($\Delta r = \Delta x$, пунктирная кривая), и двух атомов в соседних плотноупакованных рядах ($\Delta r = \Delta y$, черная и серая сплошные кривые). Начальная амплитуда колебаний центрального атома $A = 0.325$ Å. Следует отметить, что колебания атомов ДБ в возбужденном атомном ряду и в соседних атомных рядах происходят вдоль взаимно перпендикулярных направлений, x и y , соответственно. Как видно из графика, значения амплитуд колебаний соседних атомов в несколько раз меньше амплитуд атомов в ядре ДБ. Таким образом, при возбуждении атомов кристаллической решетки в цепочке вдоль оси ДБ происходит незначительное рассеяние энергии на соседние атомы. Поскольку колебания атомов с наибольшей амплитудой

происходят вдоль одной линии, а соседние атомы колеблются с амплитудами на порядок ниже, то такой бризер действительно можно считать одномерным.

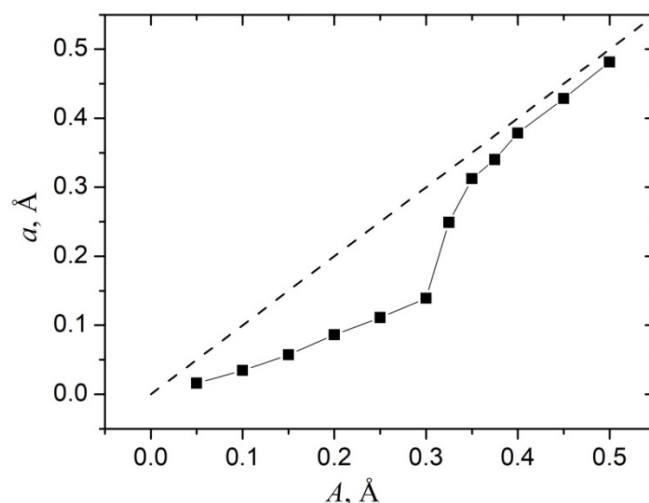


Рис. 5. Зависимость установившейся амплитуды колебаний нелинейной одномерной моды, a , от начальной амплитуды, A . Пунктирной линией, в качестве ориентира, показана зависимость $a=A$.

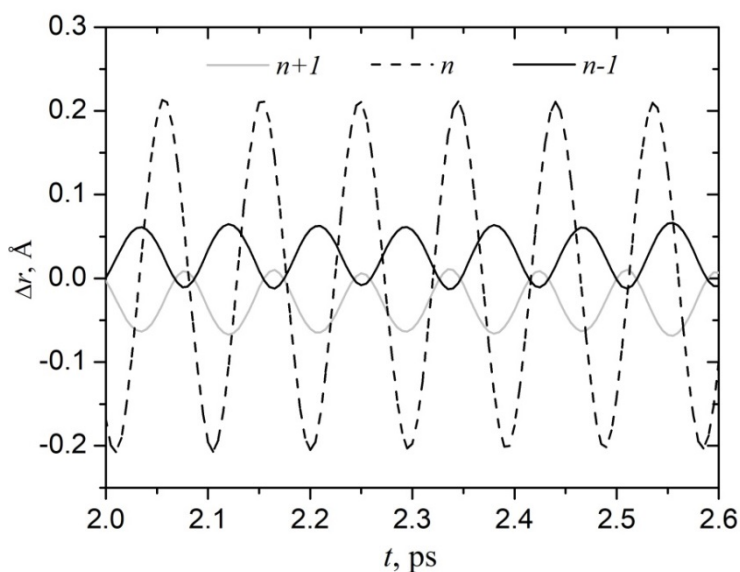


Рис. 6. Смещения от положений равновесия как функции времени для атома в плотноупакованном ряду, где возбужден ДБ ($\Delta r = \Delta x$, пунктирная кривая), и двух атомов в соседних плотноупакованных рядах ($\Delta r = \Delta y$, черная и серая сплошные кривые).

Начальная амплитуда колебаний центрального атома $A = 0.325$ Å.

4. Заключение

Расчеты, проведенные с помощью метода молекулярной динамики, показали, что одномерная локализованная колебательная мода, представляющая собой цепочку возбужденных атомов в одном плотноупакованном ряду, может существовать в ГЦК решетке Al и имеет при этом жесткий тип нелинейности. Установившаяся амплитуда колебаний атомов, a , линейно зависит от начальной амплитуды A при значениях $A > 0.325$ Å, в то время как при малых A имеется отклонение от линейной зависимости.

Как и для случая нульмерного ДБ [21], амплитуды колебания атомов соседних слоев незначительны по сравнению с атомами одномерного ДБ, что связано с малым рассеянием энергии на соседние атомы. Максимальное время жизни исследованной цепочки ДБ составило более 15 пс, максимальная частота колебаний 13.4 ТГц, при этом энергия колебательного движения оказалась равной 0.9 эВ на атом.

Полученные результаты открывают новое направление в изучении ДБ различной размерности в кристаллах, например, одномерных и двумерных ДБ в трехмерных кристаллах, а также одномерных ДБ в двумерных кристаллах [25-30].

М.Р.Т. благодарит за финансовую поддержку Российский фонд фундаментальных исследований (РФФИ), грант 17-02-00984 (получение численных результатов). Работа К.Е.А. была поддержана грантом Российского научного фонда № 14-13-00982 (обсуждение результатов моделирования). Д.С.В. благодарит грант Российского научного фонда № 16-12-10175 (постановка задачи).

Литература

- [1] G.M. Chechin, V.P. Sakhnenko // *Physica D* **117** (1998) 43.
- [2] A. S. Dolgov // *Soviet Physics Solid State* **28** (1986) 907.
- [3] A. J. Sievers, S. Takeno // *Physical Review Letters* **61** (1988) 970.
- [4] J. B. Page // *Physical Review B* **41** (1990) 7835.
- [5] M.G. Velarde, A.P. Chetverikov, W. Ebeling, S.V. Dmitriev, V.D. Lakhno // *The European Physical Journal B* **89** (2016) 233.
- [6] S. V. Dmitriev, E. A. Korznikova, J. A. Baimova, M. G. Velarde // *Physics-Uspekhi* **59** (2016) 446.
- [7] S.V. Dmitriev // *Nonlinear Theory and Its Applications, IEICE* **8** (2017) 85.
- [8] M. Haas, V. Hizhnyakov, A. Shelkan, M. Klopov, A.J. Sievers // *Physical Review B* **84** (2011) 144303.
- [9] V. Hizhnyakov, M. Haas, A. Shelkan, M. Klopov // *Physica Scripta* **89** (2014) 044003.
- [10] R.T. Murzaev, A.A. Kistanov, V.I. Dubinko, D.A. Terentyev, S.V. Dmitriev // *Computational Materials Science* **98** (2015) 88.
- [11] S.V. Dmitriev, A.P. Chetverikov, M.G. Velarde // *Physica Status Solidi (b)* **252** (2015) 1682.
- [12] V. Hizhnyakov, M. Haas, A. Pishtshev, A. Shelkan, M. Klopov // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* **303** (2013) 91.
- [13] R.T. Murzaev, R.I. Babicheva, K. Zhou, E.A. Korznikova, S.Y. Fomin, V.I. Dubinko, S.V. Dmitriev // *The European Physical Journal B* **89** (2016) 1.
- [14] I.P. Lobzenko, A.M. Bayazitov, A.P. Chetverikov, R.I. Mahmutova, A.A. Kistanov // *Letters on Materials* **6** (2016) 304.
- [15] D.A. Terentyev, A.V. Dubinko, V.I. Dubinko, S.V. Dmitriev, E.E. Zhurkin, M.V. Sorokin // *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering* **23** (2015) 085007.
- [16] E.A. Korznikova, A.A. Kistanov, K.S. Sergeev, D.A. Shepelev, A.R. Davletshin, D.I. Bokii, S.V. Dmitriev // *Letters on Materials* **6** (2016) 221.
- [17] S.V. Dmitriev, A.A. Kistanov, V.I. Dubinko // *Springer Series in Materials Science* **221** (2015) 205.
- [18] A.A. Kistanov, S.V. Dmitriev, A.P. Chetverikov, M.G. Velarde // *The European Physical Journal B* **87** (2014) 5.
- [19] A.A. Kistanov, A.S. Semenov, S.V. Dmitriev // *Journal of Experimental and Theoretical Physics* **119** (2014) 766.
- [20] A.A. Kistanov, S.V. Dmitriev, A.S. Semenov, V.I. Dubinko, D.A. Terent'ev // *Technical Physics Letters* **40** (2014) 657.

- [21] A.A. Kistanov, R.T. Murzaev, S.V. Dmitriev, V.I. Dubinko, V.V. Khizhnyakov // *Journal of Experimental and Theoretical Physics Letters* **99** (2014) 353.
- [22] A.P. Chetverikov, I.A. Shepelev, E.A. Korznikova, A.A. Kistanov, S.V. Dmitriev, M.G. Velarde // *Computational Condensed Matter*. (in press).
<https://doi.org/10.1016/j.cocom.2017.09.004>
- [23] <http://lammps.sandia.gov>.
- [24] X.W. Zhou, H.N.G. Wadley, R.A. Johnson, D.J. Larson, N. Tabat, A. Serezo, A.K. Petford-Long, G.D.W. Smith, P.H. Clifton, R.L. Martens T.F. Kelly // *Acta Materialia* **49** (2001) 4005.
- [25] J.A. Baimova // *Letters on Materials* **6** (2016) 31.
- [26] J.A. Baimova, R.T. Murzaev, A.I. Rudskoy // *Physics Letters A* **381** (2017) 3049.
- [27] J.A. Baimova, R.T. Murzaev, I.P. Lobzenko, S.V. Dmitriev, K. Zhou // *Journal of Experimental and Theoretical Physics* **122** (2016) 869.
- [28] I.P. Lobzenko, G.M. Chechin, G.S. Bezuglova, Y.A. Baimova, E.A. Korznikova, S.V. Dmitriev // *Physics of the Solid State* **58** (2016) 633.
- [29] J.A. Baimova, E.A. Korznikova, I.P. Lobzenko, S.V. Dmitriev // *Reviews on Advanced Materials Science* **42** (2015) 68.
- [30] G.M. Chechin, S.V. Dmitriev, I.P. Lobzenko, D.S. Ryabov // *Physical Review B* **90** (2014) 045432.

INVESTIGATION OF ONE-DIMENSIONAL NONLINEAR VIBRATIONAL MODEL IN FCC ALUMINUM

O.V. Bachurina¹, R.T. Murzaev^{2*}, E.A. Korznikova², S.V. Dmitriev^{2,3}

¹Ufa State Petroleum Technical University

²Institute for Metals Superplasticity Problems

³National Research Tomsk State University

*e-mail: mur611@mail.ru

Abstract. It is known that the nonlinearity of interatomic interactions can ensure the existence of spatially localized vibrational modes in the crystal lattice. In the present work, we investigate a one-dimensional nonlinear vibrational mode of a new type in a defect-free FCC single crystal. In this mode, the atoms of one close-packed series oscillate with the same amplitude in antiphase with the nearest neighbors. The amplitudes of atomic vibrations in neighboring close-packed chains are much smaller and decrease rapidly with distance from the excited chain. The considered vibrational mode can be classified as a discrete breather (DB) of a special form, in which the oscillations are localized in two spatial directions and are delocalized in the third direction (along a close-packed atomic row). The obtained results broaden our understanding of the nonlinear dynamics of the crystal lattice of FCC metals.

Keywords: molecular dynamics, aluminum, linear discrete breathers.

References

- [1] G.M. Chechin, V.P. Sakhnenko // *Physica D* **117** (1998) 43.
- [2] A. S. Dolgov // *Soviet Physics Solid State* **28** (1986) 907.
- [3] A. J. Sievers, S. Takeno // *Physical Review Letters* **61** (1988) 970.
- [4] J. B. Page // *Physical Review B* **41** (1990) 7835.

- [5] M.G. Velarde, A.P. Chetverikov, W. Ebeling, S.V. Dmitriev, V.D. Lakhno // *The European Physical Journal B* **89** (2016) 233.
- [6] S. V. Dmitriev, E. A. Korznikova, J. A. Baimova, M. G. Velarde // *Physics-Uspekhi* **59** (2016) 446.
- [7] S.V. Dmitriev // *Nonlinear Theory and Its Applications, IEICE* **8** (2017) 85.
- [8] M. Haas, V. Hizhnyakov, A. Shelkan, M. Klopov, A.J. Sievers // *Physical Review B* **84** (2011) 144303.
- [9] V. Hizhnyakov, M. Haas, A. Shelkan, M. Klopov // *Physica Scripta* **89** (2014) 044003.
- [10] R.T. Murzaev, A.A. Kistanov, V.I. Dubinko, D.A. Terentyev, S.V. Dmitriev // *Computational Materials Science* **98** (2015) 88.
- [11] S.V. Dmitriev, A.P. Chetverikov, M.G. Velarde // *Physica Status Solidi (b)* **252** (2015) 1682.
- [12] V. Hizhnyakov, M. Haas, A. Pishtshev, A. Shelkan, M. Klopov // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* **303** (2013) 91.
- [13] R.T. Murzaev, R.I. Babicheva, K. Zhou, E.A. Korznikova, S.Y. Fomin, V.I. Dubinko, S.V. Dmitriev // *The European Physical Journal B* **89** (2016) 1.
- [14] I.P. Lobzenko, A.M. Bayazitov, A.P. Chetverikov, R.I. Mahmutova, A.A. Kistanov // *Letters on Materials* **6** (2016) 304.
- [15] D.A. Terentyev, A.V. Dubinko, V.I. Dubinko, S.V. Dmitriev, E.E. Zhurkin, M.V. Sorokin // *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering* **23** (2015) 085007.
- [16] E.A. Korznikova, A.A. Kistanov, K.S. Sergeev, D.A. Shepelev, A.R. Davletshin, D.I. Bokii, S.V. Dmitriev // *Letters on Materials* **6** (2016) 221.
- [17] S.V. Dmitriev, A.A. Kistanov, V.I. Dubinko // *Springer Series in Materials Science* **221** (2015) 205.
- [18] A.A. Kistanov, S.V. Dmitriev, A.P. Chetverikov, M.G. Velarde // *The European Physical Journal B* **87** (2014) 5.
- [19] A.A. Kistanov, A.S. Semenov, S.V. Dmitriev // *Journal of Experimental and Theoretical Physics* **119** (2014) 766.
- [20] A.A. Kistanov, S.V. Dmitriev, A.S. Semenov, V.I. Dubinko, D.A. Terent'ev // *Technical Physics Letters* **40** (2014) 657.
- [21] A.A. Kistanov, R.T. Murzaev, S.V. Dmitriev, V.I. Dubinko, V.V. Khizhnyakov // *JETP Letters* **99** (2014) 353.
- [22] A.P. Chetverikov, I.A. Shepelev, E.A. Korznikova, A.A. Kistanov, S.V. Dmitriev, M.G. Velarde // *Computational Condensed Matter*. (in press).
<https://doi.org/10.1016/j.cocom.2017.09.004>
- [23] <http://lammmps.sandia.gov>.
- [24] X.W. Zhou, H.N.G. Wadley, R.A. Johnson, D.J. Larson, N. Tabat, A. Serezo, A.K. Petford-Long, G.D.W. Smith, P.H. Clifton, R.L. Martens, T.F. Kelly // *Acta Materialia* **49** (2001) 4005.
- [25] J.A. Baimova // *Letters on Materials* **6** (2016) 31.
- [26] J.A. Baimova, R.T. Murzaev, A.I. Rudskoy // *Physics Letters A* **381** (2017) 3049.
- [27] J.A. Baimova, R.T. Murzaev, I.P. Lobzenko, S.V. Dmitriev, K. Zhou // *Journal of Experimental and Theoretical Physics* **122** (2016) 869.
- [28] I.P. Lobzenko, G.M. Chechin, G.S. Bezuglova, Y.A. Baimova, E.A. Korznikova, S.V. Dmitriev // *Physics of the Solid State* **58** (2016) 633.
- [29] J.A. Baimova, E.A. Korznikova, I.P. Lobzenko, S.V. Dmitriev // *Reviews on Advanced Materials Science* **42** (2015) 68.
- [30] G.M. Chechin, S.V. Dmitriev, I.P. Lobzenko, D.S. Ryabov // *Physical Review B* **90** (2014) 045432.

ФОРМИРОВАНИЕ ТВЕРДОФАЗНОГО СОЕДИНЕНИЯ ИЗ НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ ЭК79 И ЭП975

Э.В. Галиева^{1*}, В.А. Валитов¹, М.Ю. Жигалова², Р.Я. Лутфуллин¹, А.Х. Ахунова¹

¹ Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, ул. Степана Халтурина 39, Уфа, 450001,
Россия

² Уфимский государственный авиационный технический университет, ул. К. Маркса 12,
Уфа, 450008, Россия

*e-mail: galieva_elvina_v@mail.ru

Аннотация. Исследовано влияние метода сварки давлением, включающего сдвиговую компоненту деформации по контактной поверхности, на формирование твердофазного соединения из дисперсионно-твердеющих никелевых сплавов ЭК79 и ЭП975, а также проведена оценка его качества по пористости и прочности на отрыв. Показано, что в процессе сварки давлением образуется переходная диффузионная зона шириной около 20 мкм. Методом энергодисперсионного микрорентгеноспектрального анализа обнаружено, что в этой диффузионной зоне имеет место протекание процессов встречной диффузии легирующих элементов, таких как W, Al, Cr и Fe. По результатам испытаний на растяжение при комнатной температуре выявлено, что прочность твердофазного соединения составляет 0.49-0.62 от прочности сплава ЭК79.

Ключевые слова: жаропрочные никелевые сплавы, сварка давлением, твердофазное соединение, термическая обработка, сдвиговая деформация, прочность соединения.

1. Введение

Жаропрочные никелевые сплавы широко используются в авиационной промышленности для изготовления различных деталей газотурбинных двигателей благодаря высоким характеристикам жаропрочности и жаростойкости при повышенных температурах (650-850°C), соответствующих реальным температурам их эксплуатации, например, применительно к деталям типа диск газотурбинного двигателя [1-9]. Между тем, при создании газотурбинных двигателей нового поколения существует проблема, связанная с необходимостью дальнейшего повышения характеристик жаропрочности высокотемпературных материалов [2,4,5,7]. Эта проблема может быть решена не только за счет создания новых композиций жаропрочных материалов, но и за счет разработки и внедрения новых конструкторско-технологических решений, связанных с применением биметаллических деталей, например, типа «диск-вал», что позволит повысить температурно-силовые параметры работы двигателя и его энергоэффективность [2,10-15]. В этой связи, в настоящее время большое внимание уделяется исследованиям, которые направлены на получение качественных неразъемных соединений из жаропрочных никелевых сплавов. Результаты таких исследований могут быть полезными при разработке технологий изготовления биметаллических деталей с требуемым комплексом эксплуатационных свойств [10-15].

Известно [10-30], что для получения твердофазных соединений металлов и сплавов используются различные методы получения неразъемных соединений: диффузионная

сварка, сварка трением, сварка плавлением и др. Один из наиболее широко используемых методов получения твердофазного соединения (ТФС) из однородных и разнородных сплавов является метод диффузионной сварки [4,8,18,19,22]. Для получения качественного ТФС никелевых сплавов с крупнозернистой структурой диффузионная сварка возможна при высоких гомологических температурах [18, 22]. Альтернативным диффузионной сварке является сварка давлением в условиях сверхпластичности [15,17,23,25], позволяющая существенно снизить температуру обработки для получения ТФС. Другие перспективные методы - линейная сварка трением и сварка трением с перемешиванием применяются в основном при обработке материалов, обладающих высокими характеристиками технологической пластичности [28-30]. Такими материалами являются сплавы на основе алюминия и титана. Эти методы также могут быть использованы при обработке железоникелевых сплавов типа Inconel 625 [30], упрочняемых интерметаллидными выделениями упрочняющей фазы на основе интерметаллида Ni_3Nb [6]. Инкубационный период выделения этой фазы составляет 5-10 мин. Поэтому железоникелевые сплавы с таким упрочнением (Inconel 718 и менее легированный сплав Inconel 625) относятся к классу свариваемых сплавов, при обработке которых можно даже применять сварку плавлением. В отличие от вышеуказанных сплавов, в никелевых сплавах ЭК79 и ЭП975 упрочнение достигается за счет выделения упрочняющей фазы на основе интерметаллида Ni_3Al , инкубационный период выделения которой близок к нулю, т.е. при охлаждении она выделяется практически мгновенно. Поэтому сплавы ЭК79 и ЭП975 относятся к классу несвариваемых сплавов, которые нельзя соединить традиционным методом сварки плавлением [1].

В связи с вышеизложенным, применительно к жаропрочным никелевым сплавам типа ЭК79 и ЭП975 предпочтительны только те методы ТФС, которые минимизируют возникновение фазовых и термических напряжений в процессе формирования ТФС.

Одним из перспективных методов, который позволяет соединять не только однородные, но и разнородные материалы, в том числе сплавы ЭК79 и ЭП975, можно назвать метод сварки давлением в температурно-скоростном режиме сверхпластической (СП) деформации [15,17,23,25]. Как известно, качество ТФС в значительной степени зависит от условий сварки - температуры, давления на контактной поверхности, а также степени и схемы деформации [8, 18-22]. При диффузионной сварке и сварке давлением часто используется деформация по схеме одноосного сжатия (осадки), для которой характерно неоднородное напряженно-деформированное состояние [8,15,17,18,22,23]. Вследствие этого в области ТФС наблюдается образование застойных зон деформации, снижающих качество ТФС [31,32]. Одним из способов, позволяющих минимизировать образование зон затрудненной деформации и тем самым повысить прочность ТФС, является создание рельефа на контактирующих поверхностях соединяемых материалов [15, 27]. Перспективным методом повышения прочности ТФС как однородных, так и разнородных жаропрочных никелевых сплавов является предложенный ранее авторами в работе [32] метод, в котором в процессе сварки давлением имеет место сдвиговая компонента деформации по контактной поверхности соединения свариваемых сплавов. В работе [32] авторы на примере модельных образцов продемонстрировали эффективность получения неразъемного твердофазного соединения при сварке давлением со сдвигом применительно к детали типа «диск-вал». При этом следует отметить, что внедрение конической части вала в диск приводит к возникновению сжимающих напряжений со стороны диска, которые способствуют образованию хорошего физического контакта между диском и валом, что важно для образования качественного ТФС.

Целью данной работы является исследование влияния сварки давлением со сдвигом по контактной поверхности на формирование твердофазного соединения из никелевых сплавов ЭК79 и ЭП975 и оценка его качества по пористости и прочности на отрыв.

2. Материал и методики эксперимента

Материалами для исследований являлись жаропрочные деформируемые дисперсионно-твердеющие никелевые сплавы ЭК79 и ЭП975, в которых в процессе предварительной деформационно-термической обработки была сформирована однородная по всему объему материала микроструктурная структура дуплексного типа. В исходном состоянии структура никелевых сплавов ЭК79 и ЭП975 представляла собой двухфазную структуру, состоящую из зерен γ - фазы и некогерентных глобулярных частиц γ' - фазы ($\text{Ni}_3\text{Al}(\text{Ti})$). В сплаве ЭК79 средний размер зерен γ и γ' - фаз был равен $d_\gamma = 9.50 \pm 0.9$ и $d_{\gamma'} = 2.68 \pm 0.2$ мкм, соответственно (рис. 2а). В сплаве ЭП975 средний размер зерен γ - фазы и некогерентных частиц γ' - фазы составлял: $d_\gamma = 8.0 \pm 0.4$ мкм и $d_{\gamma'} = 3.3 \pm 0.3$ мкм (рис. 2б).

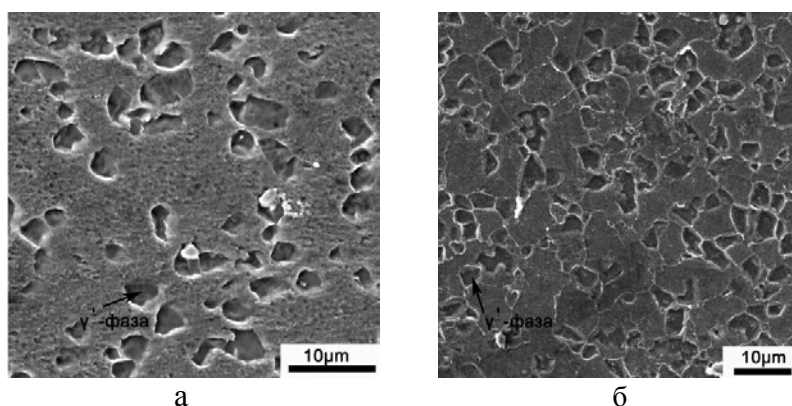


Рис. 1. Микроструктура исходного состояния сплавов ЭК79 (а) и ЭП975 (б) (растровая электронная микроскопия).

Для получения неразъемного соединения сварку давлением проводили на универсальной машине RMS-100 фирмы «Schenck». Сварки образцов в виде «вала» из сплава ЭК79 и «диска» из сплава ЭП975 проводили при температуре 1100 °С и скорости деформации 10^{-4} с^{-1} путем внедрения «вала» в «диск». Общая высота «диска» составляла 15 мм. Образец в виде «вала» представлял собой цилиндрическую часть высотой 18 мм, переходящую в усеченный конус высотой 12 мм. Деформация осуществлялась осевым перемещением образца в виде «вала» относительно другого образца в виде «диска», что достигалось передвижением траверсы испытательной машины. Величина перемещения составляла 1 и 2 мм. Температурные условия сварки давлением выбирали, основываясь на ранее полученных в работе [33] данных, из которых следует, что оптимальная температура СП деформации для сплава ЭК79 составляет 1100°С. Более жаропрочный сплав ЭП975 также проявляет высокие СП свойства при температуре 1100°С, хотя оптимальная температура СП деформации для этого сплава составляет 1130°С. Собранные вместе образцы из никелевых сплавов ЭП975 и ЭК79 помещали в контейнер из нержавеющей стали, который был герметизирован посредством аргонодуговой сварки. Контейнер соединили трубопроводом с вакуумной системой и создали во внутренней полости контейнера вакуум с остаточным давлением не более 2×10^{-3} Па. Затем контейнер установили в рабочую камеру установки для высокотемпературной сварки давлением, включающей высокотемпературную печь, плоские бойки из интерметаллидного сплава типа ВКНА-1В, систему охлаждения датчика нагрузки

испытательной машины Schenck Trebel типа RMS100. После нагрева к контейнеру с образцами приложили усилие и произвели деформацию в температурно-скоростных условиях (1100°C , 10^{-4}c^{-1}), в которых эффект СП проявляется как в сплаве ЭК79, так и в сплаве ЭП975. Как известно [5,34,35], для восстановления жаропрочных свойств материалов с микрокристаллической структурой необходимо проведение термической обработки (ТО). Поэтому после сварки давлением сплава проводили ТО образцов по стандартному режиму для сплава ЭК79, которая включает закалку с температуры полного растворения упрочняющей γ' - фазы и последующее двухступенчатое старение. Для сплава ЭП975 выбранный режим термической обработки не является оптимальным, поскольку температура полного растворения упрочняющей фазы в более легированном сплаве ЭП975 на 60°C выше, чем в сплаве ЭК79. В обоих случаях при старении внутри зерен γ - фазы будет выделена упрочняющая γ' - фаза. Выбранный режим ТО не является оптимальным для твердофазного соединения сплава ЭК79 со сплавом ЭП975, но он позволяет оценить более детально влияние режимов термической обработки на структуру и свойства ТФС из сплавов ЭК79 и ЭП975 будет изучено в дальнейших исследованиях.

Микротвердость определяли согласно ГОСТ 9450-76. Механические испытания на растяжение образцов после сварки давлением и ТО проводили при комнатной температуре на испытательной машине Instron 5982 со скоростью деформации $\dot{\epsilon}=10^{-3}\text{c}^{-1}$.

Микроструктурные исследования проводили на растровом электронном микроскопе Mira 3 Tescan LMN. Исследование распределения элементов в зоне ТФС проводили на растровом электронном микроскопе Tescan VEGA 3SBH с EDX приставкой.

Конечно-элементное моделирование сварки давлением со сдвигом было проведено для 1/2 образцов (рис. 2 а) в двумерной постановке (осесимметричная задача) с помощью пакета прикладных программ DEFORM-2D. Подробное описание модели приведено в работе [32]. На рис. 2а приведен общий вид (1/2) модельных образцов вала и диска после сварки давлением со сдвигом, совмещенный с картиной распределения деформации в сварном образце (1/2), который моделирует получение ТФС в биметаллической детали «диск-вал» для газотурбинного двигателя.

3. Результаты и обсуждение

На поверхности любого материала присутствует оксидный слой, который необходимо разрушить, чтобы обеспечить создание ювенильных поверхностей. Образование таких поверхностей обеспечивает физический контакт и схватывание, необходимое для формирования качественного ТФС [8,18,26]. Условно схему формирования ТФС можно свести к трем этапам [8,26]: 1) образование физического контакта и замкнутых полостей при деформации; 2) образование ювенильных поверхностей и очагов схватывания; 3) деформационное схлопывание пор и исчезновение плоской поверхности раздела. В ряде исследований [15,25,31] было установлено, что для получения качественного ТФС важно локализовать деформацию, причем определяющим является реализация сдвиговой деформации, поскольку это позволит обеспечить механическое «сдираание» оксидной пленки и формирование качественного ТФС [15,32]. Ранее в работе [32] авторами был предложен метод сварки давлением, при котором обеспечивается максимальная сдвиговая деформация по контактной поверхности для получения неразъемного соединения типа «диск-вал» из жаропрочных никелевых сплавов ЭК79 и ЭП975 путем внедрения вала, имеющего наконечник в виде усеченного конуса, в диск. При этом отверстие в диске было полностью на всю толщину диска сопряжено с конической частью вала под небольшим углом, составляющим 3° между осью вала (диска) и образующей конической части вала. Следует отметить, что при такой схеме деформации

как вал, так и диск подвергаются незначительной деформации, поскольку основной вклад в формирование ТФС вносит сдвиговая деформация по контактной поверхности соединяемых сплавов. В отличие от предложенного метода сварки давлением со сдвигом, при традиционной сварке давлением по схеме одноосного сжатия, основной вклад в формирование ТФС вносит осевая деформация, а сдвиговая деформация по контактной поверхности минимальна.

По результатам физического моделирования было установлено, что при осевом смещении «вала» относительно «диска» на 1 мм, формируется беспористое соединение без каких-либо выделений избыточных фаз. На рис. 2 представлен общий вид модельных образцов, имитирующих биметаллическую деталь «диск-вал», совмещенный с картиной распределения деформации при сварке давлением со сдвигом. Схематичное изображение, где модельный образец биметаллической детали «диск-вал» дан в разрезе, представлено в работе [32].

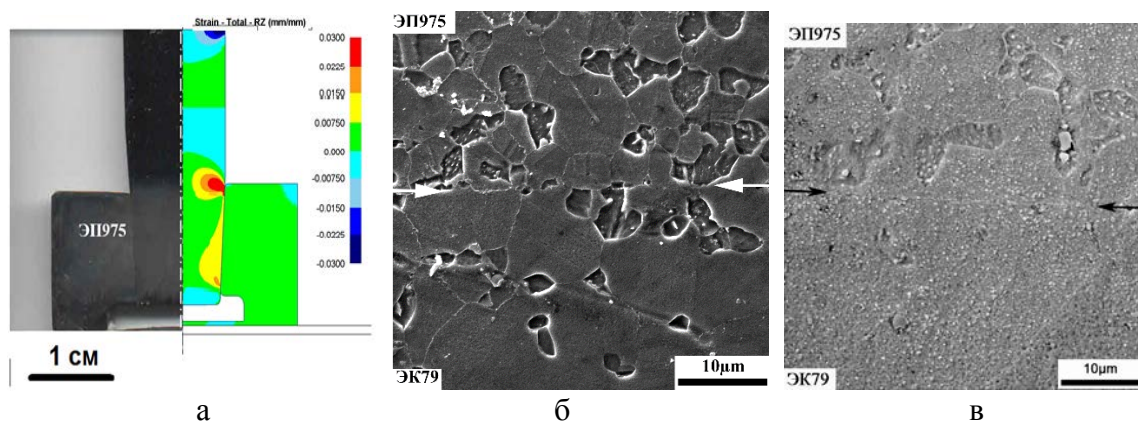


Рис. 2. Общий вид (1/2) модельных образцов вала и диска после сварки давлением со сдвигом, совмещенный с картиной распределения деформации в сварном образце (1/2), имитирующем биметаллическую деталь «диск-вал» (а) и микроструктура зоны ТФС (б,в) сплавов ЭК79 и ЭП975 после сдвиговой деформации, которая произошла в результате осевого смещения вала относительно диска на 1 мм; б - после сварки давлением; в - после сварки давлением и ТО.

Микроструктура зоны ТФС до и после термической обработки. На рис. 2(б, в) и 3 изображены микроструктуры зоны ТФС никелевых сплавов ЭК79 и ЭП975 после сварки давлением на величину смещения вала относительно диска 1 и 2 мм, соответственно, до и после термической обработки. Стрелками показана линия ТФС.

Металлографический анализ показал, что получено ТФС, где относительная протяженность пор не более 10 %. Соединение происходит за счет возникновения сдвиговой деформации, посредством которой, по-видимому, сдирается оксидная пленка на поверхности материала, образуются ювенильные поверхности, необходимые для формирования соединения. Между соединяемыми сплавами видна граница раздела, на поверхности которой формируются общие зерна (рис. 2б, в, рис. 3).

После сварки в обоих сплавах сохраняется микрокристаллическая структура типа «микродуплекс». После термической обработки, включающей старение, в сплаве ЭП975 сохраняется микрокристаллическая структура. В сплаве ЭК79 термическая обработка приводит к растворению некогерентных выделений γ' - фазы и увеличению среднего размера зерен γ - фазы с выделением в них когерентных частиц упрочняющей γ' - фазы.

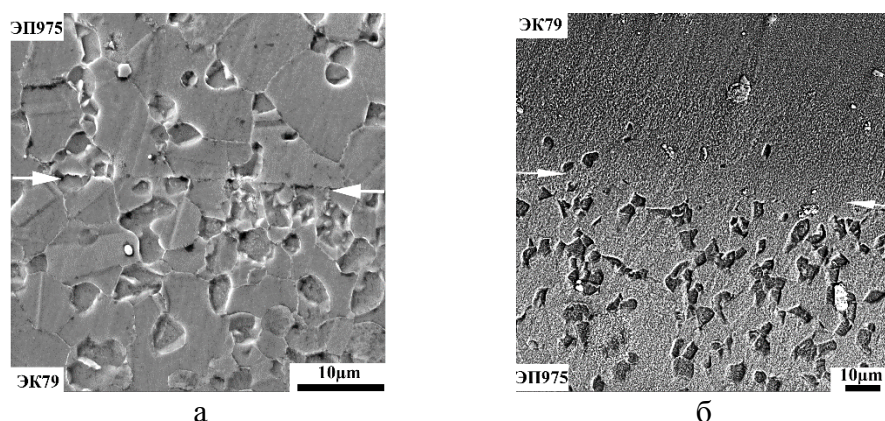


Рис. 3. Микроструктура зоны ТФС ЭК79 и ЭП975 (смещение - 2 мм):
а - после сварки давлением, б - после сварки давлением и ТО.

В таблице 1 приведены результаты расчета среднего размера зерен γ - и γ' -фазы в сплавах ЭК79 и ЭП975 в исходном состоянии, после сварки давлением и последующей ТО. Из таблицы видно, что с увеличением перемещения «вала» относительно «диска» при сварке давлением не происходит существенных изменений размера зерен γ -фазы и некогерентных выделений γ' -фазы в обоих соединяемых сплавах. Более существенные изменения происходят после ТО, особенно в соединяемом сплаве ЭК79 и в зоне ТФС. ТО приводит к растворению в процессе высокотемпературного нагрева (закалки) некогерентных выделений γ' -фазы в сплаве ЭК79, увеличению среднего размера зерен γ -фазы более чем в 10 раз и выделению при последующем старении в теле зерен γ -фазы наноразмерных частиц упрочняющей γ' -фазы. В сплаве ЭП975 после ТО сохраняется микрокристаллическая структура, но при этом в теле зерен γ - фазы также выделяются наноразмерные частицы упрочняющей γ' -фазы, которые качественно могут быть выявлены методом просвечивающей электронной микроскопии, а на представленных рис. 2в и 3б, выглядят в виде «ряби».

Таблица 1. Параметры микроструктуры сплавов.

Состояние	Величина смещения вала относительно диска, мм	ЭП975		ЭК79	
		d_γ , мкм	$d_{\gamma'}$, мкм	d_γ , мкм	$d_{\gamma'}$, мкм
Исходное	-	8.0 ± 0.4	3.3 ± 0.3	9.5 ± 0.9	2.7 ± 0.2
Сварка давлением	1	7.5 ± 0.5	3.2 ± 0.3	11.3 ± 0.8	2.5 ± 0.2
	2	6.5 ± 0.4	4.3 ± 0.3	11.1 ± 0.7	2.6 ± 0.2
Сварка давлением + ТО	1	8.8 ± 0.9	3.4 ± 0.3	120 ± 14	≤ 0.1
	2	9.4 ± 0.8	3.5 ± 0.4	113 ± 12	≤ 0.1

По результатам микрорентгеноспектрального анализа зоны ТФС (рис. 4) установлено, что в результате деформации происходит диффузия вольфрама и алюминия из сплава ЭП975 в сплав ЭК79 и диффузия хрома и железа в обратном направлении. В результате ТО в зоне ТФС наблюдается монотонное изменение концентрации легирующих элементов при переходе от одного материала к другому. Также произошло выравнивание химического состава в диффузионной зоне.

В зоне ТФС формируется промежуточная переходная диффузионная зона, которая визуально не видна, но определяется по результатам исследования распределений химических элементов (рис. 4). После сварки давлением ширина диффузионной зоны

составляет 20 мкм, ТО приводит к расширению зоны в 2 раза. Включений избыточных фаз не обнаружено.

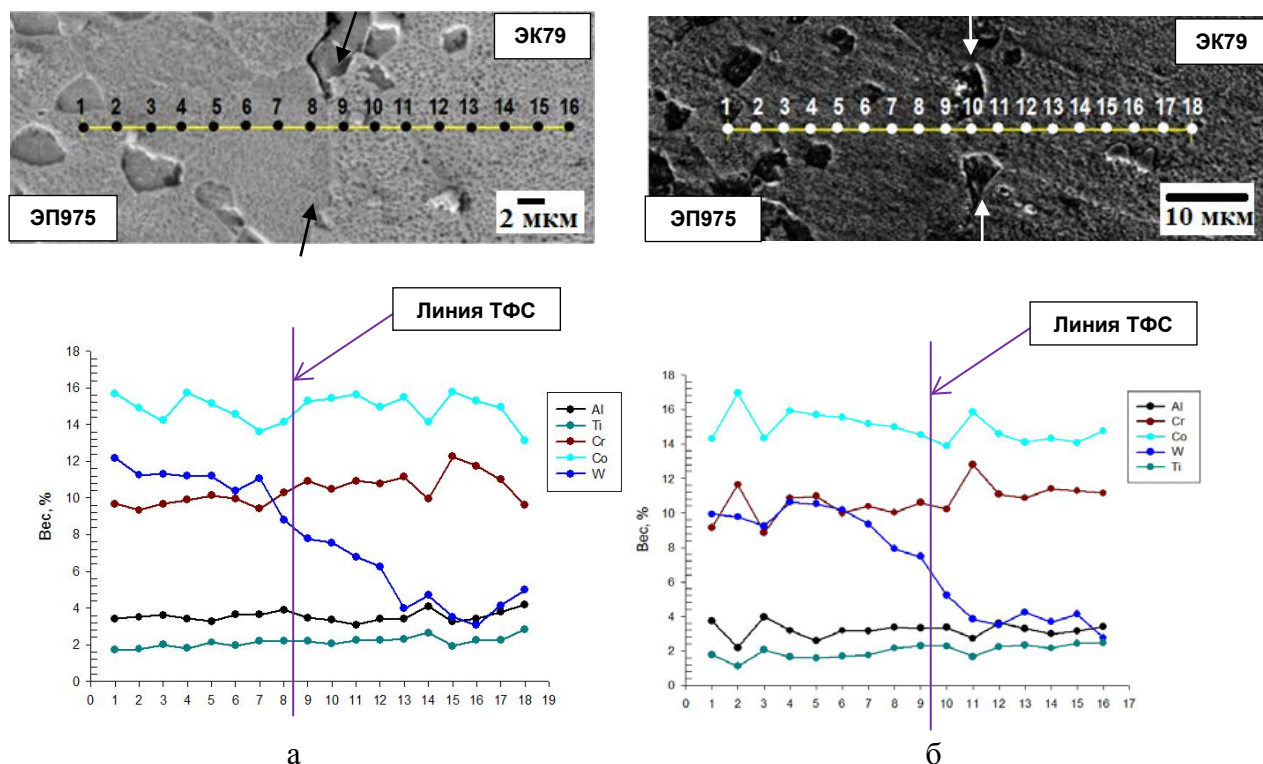


Рис. 4. Распределение химических элементов в зоне ТФС сплавов ЭК79 и ЭП975.

Осевое смещение вала относительно диска равно 2 мм;

а - после сварки давлением; б - после сварки давлением и ТО.

Микротвердость в зоне ТФС до и после термической обработки. На рис. 5 приведены результаты измерения микротвердости сплавов ЭП975 и ЭК79 в исходном состоянии и зоны ТФС после сварки давлением на различную величину смещения вала относительно диска и последующей ТО. Значение микротвердости в зоне ТФС как после сварки давлением, так и после ТО составило 4.7 и 4.8 ГПа при смещении диска относительно вала на 1 и 2 мм, соответственно.

Выявлено, что значение микротвердости в пределах погрешности измерений соответствует уровню микротвердости основных материалов. Термическая обработка не привела к существенным изменениям в значениях микротвердости сплавов и зоны ТФС.

Прочность ТФС до и после термической обработки. Прочность соединения оценивали по результатам механических испытаний на растяжение при комнатной температуре. Результаты испытаний на прочность приведены в таблице 2. Качество ТФС оценивали из сравнения с прочностью наименее прочного из двух соединяемых сплавов – ЭК79.

Установлено, что максимальная прочность сварного соединения наблюдается после сварки давлением при смещении вала относительно диска на 2 мм и последующей термической обработки. Следует отметить, что результаты механических испытаний на прочность коррелируют с результатами измерения микротвердости зоны ТФС и показывают, что наиболее качественным следует считать ТФС, полученное при смещении на 2 мм и последующей ТО, где прочность соединения составляет 0.49 от прочности сплава ЭК79. В результате ТО в зоне ТФС происходит укрупнение зерен γ -фазы со стороны сплава ЭК79. Это, по-видимому, способствует образованию общих

зерен вблизи линии соединения сплавов, в которых выделяется упрочняющая γ' -фаза, что обеспечивает повышение прочности ТФС до значения, составляющего 0.68 от прочности сплава ЭК79.

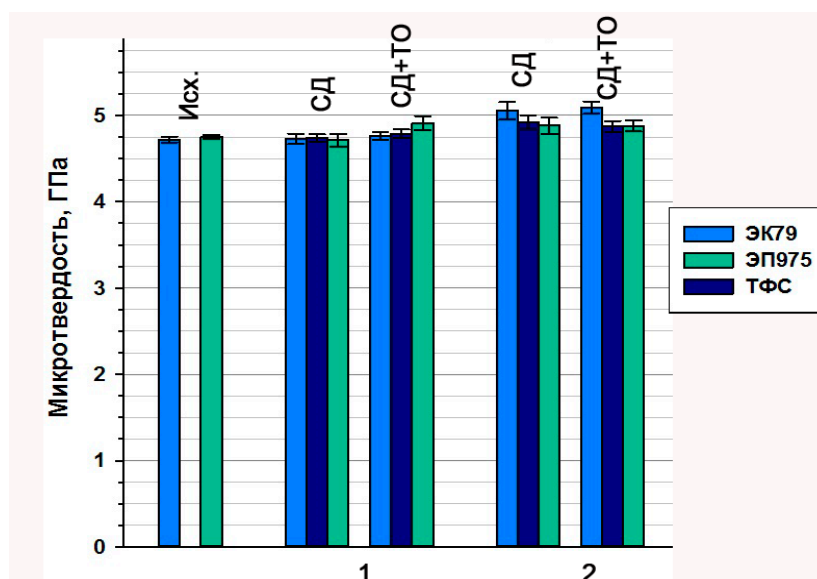


Рис. 5. Микротвердость сплавов ЭК79 и ЭП975 вне и в зоне ТФС до и после ТО.

1 - смещение вала относительно диска на 1 мм;

2 - смещение вала относительно диска на 2 мм. СД-сварка давлением.

Таблица 2. Прочность образцов после сварки давлением и последующей ТО.

Состояние		σ_B , МПа	σ_B (ТФС) / σ_B (ЭК79)
Исходное микrokристаллическое состояние	ЭП975	1547	-
	ЭК79	1501	-
Сварка давлением (смещение вала относительно диска на 1 мм)		926	0.62
Сварка давлением (смещение вала относительно диска на 2 мм)		735	0.49
Сварка давлением (смещение вала относительно диска на 2 мм)+ТО		1025	0.68

В работе [32] на основании конечно-элементного моделирования было выявлено равномерное распределение сдвиговых деформаций в зоне сварочного контакта. Там же по картинкам распределения интенсивности деформаций обнаружено, что деформация в цилиндрической части вала несколько больше, чем в зоне сварочного контакта с диском. При этом максимальная деформация в области вала не превышает 4% при перемещении траверсы на 1 мм и 6% при перемещении на 2 мм, что свидетельствует о минимальной деформации вала. Этот результат подтверждается физическим моделированием, проведенным в настоящей работе. Сопоставляя результаты конечно-элементного моделирования [32] с результатами физического эксперимента, можно заключить, что даже при незначительной деформации самого «вала» можно получить качественное соединение (см. таблицу 2). При анализе данных, приведенных в таблице 2, было обнаружено, что при увеличении смещения вала относительно диска с 1 до 2 мм

наблюдается небольшое снижение прочностных свойств. Вероятно, это связано с необходимостью большего времени деформации для обеспечения перемещения на 2 мм (около 40 минут). По всей видимости, это достаточное время для разупрочнения в процессе деформации в температурно-скоростных условиях СП деформации соединяемых материалов. Последующая термическая обработка приводит к повышению прочности ТФС за счет дисперсионного упрочнения, связанного с выделением когерентных частиц γ' -фазы в зоне ТФС.

5. Выводы

По результатам проведенных исследований микроструктуры и механических свойств, соединенных сваркой давлением со сдвигом образцов из сплавов ЭК79 и ЭП975 до и после ТО, можно сделать следующие выводы:

1. После сварки давлением в соединяемых сплавах сохраняется микрокристаллическая структура. Термическая обработка приводит к увеличению размера зерен γ -фазы только в сплаве ЭК79 до 120 мкм и выделению внутри зерен дисперсных когерентных наноразмерных выделений упрочняющей γ' -фазы. На границе раздела ТФС формируются общие зерна.
2. В зоне ТФС между соединяемыми сплавами ЭК79 и ЭП975 в процессе сварки давлением образуется диффузионная зона взаимодействия шириной около 20 мкм вследствие протекания встречной диффузии легирующих элементов таких как, W, Al, Cr, Fe. Последующая ТО приводит к расширению диффузионной зоны в два раза и способствует более монотонному изменению содержания легирующих элементов при переходе в зоне ТФС от одного материала к другому.
3. Величина микротвердости в зоне ТФС имеет промежуточное значение от значений микротвердости соединяемых материалов. ТО не приводит к существенным изменениям в значениях микротвердости сплавов и зоны ТФС.
4. Прочность ТФС на отрыв при комнатной температуре составляет 0.49-0.62 от прочности сплава ЭК79. Максимальное значение прочности наблюдаются после ТО.
5. Показано, что метод сварки давлением со сдвиговой деформацией в условиях СП никелевых сплавов ЭК79 и ЭП975 с микрокристаллической структурой является эффективным методом получения ТФС, в частности, применительно к биметаллической детали типа «диск-вал».

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проекты № 13-08-12200 и 14-08-97061). Исследования проведены на базе центра коллективного пользования ИПСМ РАН «Структурные и физико-механические исследования материалов».

Литература

- [1] С.Т. Кишкин, *Создание, исследование и применение жаропрочных сплавов: избранные труды (К 100-летию со дня рождения)* (Наука, М., 2006).
- [2] А.В. Логунов, Ю.Н. Шмотин, *Современные жаропрочные никелевые сплавы для дисков газовых турбин* (Наука и технология, М., 2013).
- [3] К.Б. Поварова, А.А. Дроздов, В.П. Бунтушкин, Н.К. Казанская, О.А. Базылева // *Вопросы материаловедения* **54** (2008) 85.
- [4] S.A. David, J.A. Siefert, J.N. DuPont, J.P. Shingledecker // *Science and Technology of Welding and Joining* **20** (2015) 532.
- [5] H.J. Sharpe, A. Saxena // *Advanced Materials Research* **278** (2011) 259.
- [6] Ч.Т. Симса, Н.С. Столоффа, У.К. Хагеля, *Суперсплавы II: жаропрочные материалы для аэрокосмических и промышленных установок*, пер. с англ. Под ред. Р.Е. Шалина (Металлургия, М., 1995).

- [7] Б.С. Ломберг, С.В. Овсепян, М.М. Бакрадзе, И.С. Мазалов // *Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. сер. Машиностроение (SP2)* (2011) 98.
- [8] Э.С. Каракозов, *Сварка металлов давлением* (Машиностроение, М., 1986).
- [9] T.M. Pollock, S. Tin // *Journal of Propulsion and Power* **22** (2006) 361.
- [10] К.В. Povarova, V.A. Valitov, S.V. Ovsepyan, A.A. Drozdov, O.A. Bazyleva, E.V. Valitova // *Russian metallurgy (Metally)* **2014(9)** (2014) 733.
- [11] Л.Н. Магепрамова, Е.П. Кратт // *РФ патент* 2576558.
- [12] Е.Н. Каблов, А.В. Скугорев, А.С. Шпагин, С.Ю. Шишков, С.А. Сидоров // *РФ патент* 2610658.
- [13] В.М. Бычков, А.С. Селиванов, А.Ю. Медведев, В.А. Супов, Б.О. Большаков, Р.Р. Гринь, Ф.Ф. Мусин // *Вестник УГАТУ* **7** (2012) 112.
- [14] V.I. Lukin, V.S. Ryl'nikov, A.N. Afanasyev-Khodykin, O.B. Timofeyeva // *Welding International* **28(7)** (2011) 562.
- [15] В.А. Валитов, Р.Р. Мулюков, О.Г. Оспенникова, К.Б. Поварова, О.А. Базылева, Э.В. Галиева, Р.Я. Лутфуллин, С.В. Овсепян, С.В. Дмитриев, А.Х. Ахунова, А.А. Дроздов, М.Х. Мухаметрахимов // *РФ патент* 2608118.
- [16] M.B. Henderson, D. Arrell, M. Heobel, R. Larsson, G. Marchant // *Science and Technology of Welding and Joining* **9** (2004) 13.
- [17] V.A. Valitov, K.B. Povarova, O.A. Bazyleva, A.A. Drozdov, S.V. Ovsepyan, E.V. Galieva // *Materials Science Forum* **838-839** (2016) 523.
- [18] А.В. Люшинский // *Сварочное производство* **7** (2016) 17.
- [19] A.A. Shirzadi, E.R. Wallach // *Science and Technology of Welding and Joining* **9** (2004) 37.
- [20] Z.W. Huang, H.Y. Li, G. Baxter, S. Bray, P. Bowen // *Advanced Materials Research* **278** (2011) 440.
- [21] N.P. Wikstrom, A.T. Egbewande, O.A. Ojo // *Journal of Alloys and Compounds* **460** (2008) 379.
- [22] A.V. Lyushinsky, Ye.V. Nikolich, A.A. Zhloba, S.V. Kharkovsky, A.V. Borovsky, D.S. Karyaka // *Welding International* **29(5)** (2015) 394.
- [23] V.A. Valitov, Sh.Kh. Mukhtarov, R.Ya. Lutfullin, R.V. Safiullin, M.Kh. Mukhametrakhimov // *Advanced Materials Research* **278** (2011) 283.
- [24] J.A. Siefert, J.P. Shingledecker, J.N. DuPont, S.A. David // *Science and Technology of Welding and Joining* **21** (2016) 397.
- [25] E.V. Galieva, V.A. Valitov, R.Ya. Lutfullin, S.V. Dmitriev, A.Kh. Akhunova, M.Kh. Mukhametrakhimov // *Materials Science Forum* **838-839** (2016) 350.
- [26] Р.Я. Лутфуллин // *Письма о материалах* **1(2)** (2011) 88.
- [27] A.Kh. Akhunova, E.V. Valitova, S.V. Dmitriev, V.A. Valitov, R.Ya. Lutfullin // *Welding International* **30(6)** (2016) 488.
- [28] O.S. Salih, H. Ou, W. Sun, D.G. McCartney // *Materials and Design* **86** (2015) 61.
- [29] A. Mateo, M. Corzo, M. Anglada, J. Mendez, P. Villechaise, J.-P. Ferte, O. Roder // *Materials Science and Technology* **25** (2009) 905.
- [30] K.H. Song, K. Nakata // *Materials Transactions* **10** (2009) 2498.
- [31] А.Х. Ахунова, Э.В. Галиева, А.А. Дроздов, Э.Г. Аргинбаева, С.В. Дмитриев, Р.Я. Лутфуллин // *Письма о материалах* **6(3)** (2016) 211.
- [32] В.А. Валитов, А.Х. Ахунова, Э.В. Галиева, С.В. Дмитриев, Р.Я. Лутфуллин, М.Ю. Жигалова // *Письма о материалах* **7(2)** (2017) 180.
- [33] V.A. Valitov // *Advanced Materials and Technologies* **3** (2016) 21.
- [34] С.В. Овсепян, Б.С. Ломберг, М.М. Бакрадзе, М.Н. Летников // *Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. сер. Машиностроение (SP2)* (2011) 122.

- [35] О.А. Кайбышев, Ф.З. Утяшев, *Сверхпластичность, измельчение структуры и обработка труднодеформируемых сплавов* (Наука, М., 2002).
- [36] H.J. Sharpe, A. Saxena // *Advanced Materials Research* **278** (2011) 259.

FORMATION OF THE JOINT DURING SOLID-STATE BONDING OF Ni-BASED SUPERALLOYS EP975 AND EK79

E.V. Galieva^{1*}, V.A. Valitov¹, M.Yu. Zhigalova², R.Y. Lutfulin¹, A.Kh. Akhunova¹

¹Institute for metals superplasticity problems RAS, St. Khalturina 39, Ufa, 450001, Russia

² Ufa state aviation technological university, K. Marx, Ufa, 450008, Russia

*e-mail: galieva_elvina_v@mail.ru

Abstract. The effect of pressure welding involving a shear strain along the contact surface on the formation of a solid-state joint of dispersion-strengthened Ni-based superalloys EK79 and EP975 is studied. Quality of the joints is assessed in terms of porosity and tensile strength tests. It is shown that a 20 μm width transition diffusion zone is formed in the solid-state joint area during the pressure welding process. EDX analysis revealed the occurrence of cross diffusion processes of alloying elements W, Al, Cr in the diffusion zone. According to the tensile tests at room temperature, it is found that the solid-state joint strength is about 0.49-0.62 of the EK79 alloy strength level.

Keywords: heat-resistant Ni-based superalloys, pressure welding, solid-state joint, heat treatment, shear strain, joint strength.

References

- [1] S.T. Kishkin, *Development, research and application of heat-resistant alloys: selected works (to the birth 100th anniversary)* (The Science, M., 2006). (in Russian).
- [2] A.V. Logunov, Yu.N. Shomotin, *Modern heat-resistant nickel based alloys for gas turbine discs* (Science and Technology, M., 2013). (in Russian).
- [3] K.B. Povarova, A.A. Drozdov, V.P. Buntushkin, N.K. Kazanskaya, O.A. Bazyleva // *Questions of Materials Science* **54** (2008) 85. (in Russian).
- [4] S.A. David, J.A. Siefert, J.N. DuPont, J.P. Shingledecker // *Science and Technology of Welding and Joining* **20** (2015) 532.
- [5] H.J. Sharpe, A. Saxena // *Advanced Materials Research* **278** (2011) 259.
- [6] C.T. Sims, N.S. Stoloff, W.C. Hagel, *Superalloys II: High-Temperature Materials for Aerospace and Industrial Power* (Wiley, New York, 1987).
- [7] B.S. Lomberg, S.V. Ovsepyan, M.M. Bakradze, I.S. Mazalov // *Newsletter N.E. Bauman. MSTU «Mechanical engineering» (SP2)* (2011) 98. (in Russian).
- [8] E.S. Karakozov, *Pressure welding of metals* (Mechanical engineering, M., 1986).
- [9] T.M. Pollock, S. Tin // *Journal of Propulsion and Power* **22** (2006) 361.
- [10] K.B. Povarova, V.A. Valitov, S.V. Ovsepyan, A.A. Drozdov, O.A. Bazyleva, E.V. Valitova // *Russian metallurgy (Metally)* **2014(9)** (2014) 733.
- [11] L.N. Magerramova, E.P. Kratt // *RF Patent* 2576558. (in Russian).
- [12] E.N. Kablov, A.V. Skugorev, A.S. Shpagi, S.Yu. Shishkov, S.A. Sidorov // *RF Patent* 2610658. (in Russian)

- [13] B.M. Bychkov, A.S. Selivanov, A.Yu. Medvedev, V.A. Supov, B.O. Bolshakov, R.R. Grin, F.F. Musin // *Newsletter of the USATU* **7** (2012) 112. (in Russian).
- [14] V.I. Lukin, V.S. Ryl'nikov, A.N. Afanasyev-Khodykin, O.B. Timofeyeva // *Welding International* **28(7)** (2011) 562.
- [15] V.A. Valitov, R.R. Mulyukov, O.G. Ospennikova, K.B. Povarova, O.A. Bazyleva, E.V. Galieva, R.Ya. Lutfullin, S.V. Ovsepyan, S.V. Dmitriev, A.Kh. Akhunova, A.A. Drozdov, M.Kh. Mukhametrakhimov // *RF Patent 2608118*. (in Russian).
- [16] M.B. Henderson, D. Arrell, M. Heobel, R. Larsson, G. Marchant // *Science and Technology of Welding and Joining* **9** (2004) 13.
- [17] V.A. Valitov, K.B. Povarova, O.A. Bazyleva, A.A. Drozdov, S.V. Ovsepyan, E.V. Galieva // *Materials Science Forum* **838-839** (2016) 523.
- [18] A.V. Lyushinskiy // *Welding International* **31(7)** (2017) 538.
- [19] A.A. Shirzadi, E.R. Wallach // *Science and Technology of Welding and Joining* **9** (2004) 37.
- [20] Z.W. Huang, H.Y. Li, G. Baxter, S. Bray, P. Bowen // *Advanced Materials Research* **278** (2011) 440.
- [21] N.P. Wikstrom, A.T. Egbewande, O.A. Ojo // *Journal of Alloys and Compounds* **460** (2008) 379.
- [22] A.V. Lyushinsky, Ye.V. Nikolich, A.A. Zhloba, S.V. Kharkovsky, A.V. Borovsky, D.S. Karyaka // *Welding International* **29(5)** (2015) 394.
- [23] V.A. Valitov, Sh.Kh. Mukhtarov, R.Ya. Lutfullin, R.V. Safiullin, M.Kh. Mukhametrakhimov // *Advanced Materials Research* **278** (2011) 283.
- [24] J.A. Siefert, J.P. Shingledecker, J.N. DuPont, S.A. David // *Science and Technology of Welding and Joining* **21** (2016) 397.
- [25] E.V. Galieva, V.A. Valitov, R.Ya. Lutfullin, S.V. Dmitriev, A.Kh. Akhunova, M.Kh. Mukhametrakhimov // *Materials Science Forum* **838-839** (2016) 350.
- [26] R.Ya. Lutfullin // *Letters on Materials* **1(2)** (2011) 88. (in Russian).
- [27] A.Kh. Akhunova, E.V. Valitova, S.V. Dmitriev, V.A. Valitov, R.Ya. Lutfullin // *Welding International* **30(6)** (2016) 488.
- [28] O.S. Salih, H. Ou, W. Sun, D.G. McCartney // *Materials and Design* **86** (2015) 61.
- [29] A. Mateo, M. Corzo, M. Anglada, J. Mendez, P. Villechaise, J.-P. Ferte, O. Roder // *Materials Science and Technology* **25** (2009) 905.
- [30] K.H. Song, K. Nakata // *Materials Transactions* **10** (2009) 2498.
- [31] A.Kh. Akhunova, E.V. Galieva, A.A. Drozdov, E.G. Arginbaeva, S.V. Dmitriev, R.Ya. Lutfulin // *Letters on Materials* **6(3)** (2016) 211. (in Russian).
- [32] V.A. Valitov, A.Kh. Akhunova, E.V. Galieva, S.V. Dmitriev, R.Ya. Lutfulin, M.Yu. Zhigalova // *Letters on Materials* **7(2)** (2017) 180. (in Russian).
- [33] V.A. Valitov // *Advanced Materials and Technologies* **3** (2016) 21.
- [34] S.V. Ovsepyan, B.S. Lomberg, M.M. Bakradze, M.N. Letnikov // *Newsletter N.E. Bauman. MSTU «Mechanical engineering» (SP2)* (2011) 122. (in Russian).
- [35] O.A. Kaibyshev, F.Z. Utyashev, *Microstructural Refinement and Superplastic Roll Forming, Futurepast Arlington* (The Science and Technology Series, M., 2005.).
- [36] H.J. Sharpe, A. Saxena // *Advanced Materials Research* **278** (2011) 259.

ДИСКРЕТНЫЕ БРИЗЕРЫ ВБЛИЗИ ПОВЕРХНОСТИ ИНТЕРМЕТАЛЛИДНОГО СПЛАВА Pt_3Al

П.В. Захаров^{1,2}, Е.А. Корзникова³, С.В. Дмитриев^{3,4*}

¹Алтайский государственный гуманитарно-педагогический университет им. В.М. Шукшина,
659333, Бийск, Россия

²Алтайский государственный технический университет, 656038, Барнаул, Россия

³Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, 450001, Уфа, Россия

⁴Национальный исследовательский Томский государственный университет, 634050, Томск, Россия

*e-mail: dmitriev.sergey.v@gmail.com

Аннотация. Известно, что бездефектные кристаллы с широкой щелью в фононном спектре могут поддерживать щелевые дискретные бризеры (ДБ), то есть пространственно локализованные колебательные моды большой амплитуды с частотами в щели фононного спектра. К числу таких кристаллов относится интерметаллид Pt_3Al , щель в фононном спектре которого появляется из-за большой разницы атомных масс компонент. В настоящей работе методом молекулярной динамики впервые исследуются ДБ вблизи атомно гладкой поверхности ориентации (100) этого кристалла. Показано, что свойства ДБ существенно зависят от состава крайней атомной плоскости, которая для рассматриваемого кристалла может состоять из атомов Pt или из атомов Pt и Al в равной пропорции. Полученные результаты могут иметь важное значение для физики поверхности.

Ключевые слова: молекулярная динамика, биатомные кристаллы, дискретный бризер.

1. Введение

Дискретные бризеры (ДБ) представляют собой колебательные моды большой амплитуды в нелинейных решетках, не имеющих дефектов [1-4]. В последнее десятилетие они привлекают все большее внимание исследователей, специализирующихся в физике твердого тела и в материаловедении [5-23]. Имеются экспериментальные работы, где обсуждается возможность идентификации ДБ в кристаллах [5,24-27], однако основным методом их исследования на сегодняшний день являются методы атомистического компьютерного моделирования, чему способствует развитие компьютерных технологий, метода молекулярной динамики, а также создание реалистичных потенциалов межатомного взаимодействия.

Отметим, что ДБ традиционно рассматриваются в объеме трехмерных кристаллов [5-27] или вдали от краев двумерных кристаллов [28-38]. В наших недавних работах впервые исследовался щелевой ДБ на краю однородно растянутой графеновой наноленты «кресло» [39,40] и было показано, что конфигурация таких ДБ сильно отличается от ДБ внутри листа графена. Следует отметить, что ДБ на краю листа графена существует в одномерной дискретной среде, с направлением трансляции вдоль края листа. По аналогии с этим можно предположить о существовании ДБ на или вблизи атомарно-гладкой (сингулярной) плоской грани трехмерного кристалла. Интересно, что до сих пор попытки поиска таких ДБ не делались, во всяком случае, авторам данной работы они не

известны. В случае существования таких ДБ, они располагаются в двумерной дискретной среде, неколлинеарные трансляционные вектора которой параллельны поверхности кристалла.

Итак, до настоящего времени в чистых металлах и упорядоченных сплавах исследовались только ДБ, локализованные в объеме трехмерных кристаллов [8-15,41-49]. Основной целью настоящей работы является молекулярно-динамическое исследование возможности существования и свойств ДБ вблизи поверхности кристалла Pt_3Al , имеющего сверхструктуру $L1_2$ на основе ГЦК решетки.

2. Описание модели

Рассматриваемая модель представляет собой ГЦК кристалл Pt_3Al со сверхструктурой $L1_2$ (Рис. 1). Кубическая трансляционная ячейка ГЦК кристалла содержит 4 атома, обозначенные на Рис. 1 буквами А, В, С и D. Атомы платины занимают подрешетки А, В и С, а атомы алюминия подрешетку D. Количество атомов в рассматриваемой модели составляло 108 000. По двум направлениям (X и Z) использовались периодические граничные условия, вдоль третьего направления (Y) они не применялись и, следовательно, грани расчетной ячейки параллельные плоскости XZ представляли собой свободные поверхности.

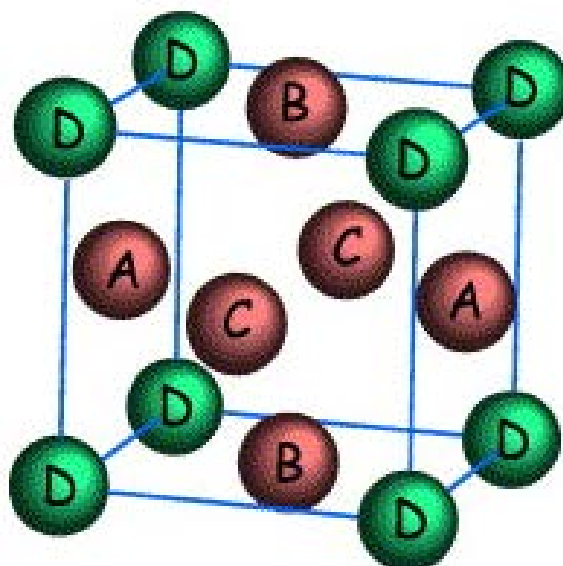


Рис. 1. Кубическая трансляционная ячейка ГЦК решетки. В кристалле Pt_3Al со сверхструктурой $L1_2$ атомы платины занимают подрешетки А, В и С, а атомы алюминия подрешетку D.

Для моделирования межатомного взаимодействия использовался потенциал, полученный методом погруженного атома (ЕАМ). Для рассматриваемого сплава потенциал генерировался с использованием программного обеспечения предложенного Zhou [50]. Потенциалы хорошо воспроизводят основные свойства сплава, такие как: постоянная решетки, упругие постоянные, объемный модуль, энергия образования вакансии и энергия сублимации [50].

Для возбуждения ДБ с мягким типом нелинейности в объеме интерметаллида Pt_3Al достаточно вывести из положения равновесия один атом легкой подрешетки (Al) в определенном направлении на не слишком малое, но и не слишком большое расстояние, чтобы проявились эффекты ангармонизма межатомных связей, но не возникло дефекта кристаллической структуры. При этом начальные смещения всех прочих атомов равны

нулю, как и начальные скорости всех атомов в расчетной ячейке. Такие же начальные условия использовались в данной работе, но прикладывалось начальное смещение к одному из атомов Al вблизи свободной поверхности. Направление начального смещения было либо параллельно, либо перпендикулярно свободной поверхности.

Кристалл может иметь разные поверхности с невысокой потенциальной энергией. В настоящей работе рассмотрена только поверхность с кристаллографической ориентацией (100). Из Рис. 1 видно, что в кристалле Pt_3Al чередуются моноатомные плоскости (100) из атомов Pt и биатомные плоскости состава $PtAl$. В этом случае возможна свободная поверхность, заканчивающаяся либо атомами платины, либо атомами платины и алюминия в равной пропорции. В работе изучены оба типа поверхности. Перед возбуждением ДБ кристалл со свободной поверхностью подвергался релаксации, которая приводила к изменению межплоскостных расстояний для атомных плоскостей вблизи поверхности.

Расчеты проводились при нулевой температуре, то есть тепловые колебания атомов не вводились.

3. Результаты моделирования

Прежде всего, представим известный результат о ДБ в объеме кристалла Pt_3Al . На Рис. 2 слева показана зависимость частоты ДБ, локализованного на одном атоме Al вдали от поверхности кристалла Pt_3Al , от его амплитуды. Справа представлена плотность фоновых состояний кристалла, имеющая щель в диапазоне частот от 5,8 до 8,3 ТГц. Видно, что частота ДБ лежит в щели фонового спектра, снижаясь с ростом его амплитуды, что характеризует мягкий тип нелинейности данной колебательной моды.

Перейдем к рассмотрению ДБ вблизи поверхности ориентации (100) кристалла Pt_3Al . На Рис. 3а, б показана одна биатомная плоскость атомов (100), параллельная координатной плоскости XY. Атомы Pt (Al) изображены темным (светлым) цветом. На Рис. 3а показан вариант поверхности, когда верхний слой состоит из атомов Pt. Атом Al с номером 1 в нулевой момент времени выводился из положения равновесия либо в направлении X, либо в направлении Y. На Рис. 3б плоскость на поверхности биатомная. Атом Al на поверхностном слое в нулевой момент времени отклонялся в направлении Y.

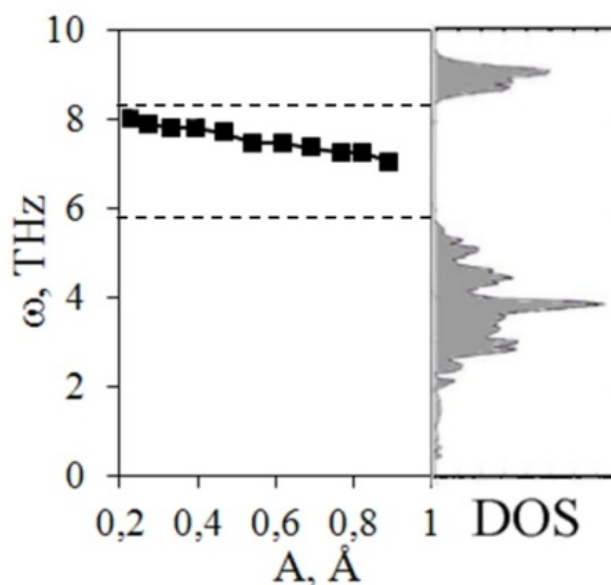


Рис. 2. Слева показана зависимость частоты ДБ, локализованного на одном атоме Al в объеме кристалла Pt_3Al , от его амплитуды. Справа представлена плотность фоновых состояний кристалла, имеющая щель в диапазоне частот от 5,8 до 8,3 ТГц.

В процессе релаксации структуры, как уже отмечалось, изменялись межплоскостные расстояния. Они представлены на Рис. 3в и 3г для поверхностей, заканчивающихся платиной и алюминием, соответственно. Отметим, что в случае поверхности с атомами Pt, равновесное межплоскостное расстояние растет с удалением от поверхности быстро выходя на значение в объеме материала, в то время как для биатомной крайней плоскости следует отметить, что межатомное расстояние между первой и второй плоскостью больше, чем в объеме кристалла.

При начальном отклонении атома под номером 1 (см Рис. 3а) вдоль оси Y он через несколько пикосекунд передает свою энергию атому под номером 2. Атом с номером 2 лежит на 4й атомной плоскости от поверхности и, согласно Рис. 3в, межплоскостное расстояние уже близко к значению в объеме кристалла. Поэтому характеристики ДБ на атоме 2 соответствуют ДБ в объеме кристалла. Процесс перехода колебаний от атома 1 к атому 2 показан на Рис. 3д. Отметим, что перекачка энергии начинается практически сразу, и через 5-10 периодов колебаний основная часть энергии атома 1 передается атому 2. Этим обусловлена зависимость частоты от амплитуды для атома под номером 2, показанная на Рис. 4а круглыми символами, она идентична характеристиками ДБ в объеме (см. Рис. 2).

При возбуждении атома 1 на Рис. 3а вдоль оси X (или вдоль эквивалентного направления Z), ДБ оставался устойчивым продолжительное время, и его амплитудно-частотная характеристика также соответствовала ДБ в объеме кристалла. Это связано с тем, что данная поляризация ДБ не чувствительна к присутствию близкой поверхности, поскольку межатомные расстояния в направлениях X и Z практически такие же, как в объеме кристалла. Время жизни данных ДБ велико и достигает нескольких наносекунд.

В случае биатомной плоскости на поверхности кристалла (Рис. 3б), устойчивые колебания были возможны только перпендикулярно поверхности, то есть вдоль оси Y (на рисунке показано стрелочками). Попытки возбудить ДБ в других направлениях приводили к рассеиванию энергии по кристаллу в виде тепловых колебаний атомов. Это обусловлено значительным отличием межплоскостного расстояния для двух крайних плоскостей от величины в объеме кристалла. В результате этого существенно изменяется зависимость частоты ДБ от амплитуды, представленная на Рис. 4а квадратными символами. Видно, что частота ДБ лежит в фоновом спектре кристалла, уменьшаясь с ростом амплитуды ДБ. Такое уменьшение частоты ДБ объясняется смягчением (уменьшением жесткости) межатомных связей с увеличением межатомного расстояния.

На Рис. 4б приведены зависимости энергии ДБ от амплитуды колебаний для поверхности Pt (круглые символы) и для поверхности PtAl (квадратные символы). Примечательным является то, что для возбуждения ДБ перпендикулярно поверхности PtAl требуется значительно меньше энергии, чем для бризера на атоме 2 вблизи поверхности Pt. Бризер на поверхности PtAl может локализовать 0,6 эВ, в то время как ДБ в объеме и ДБ локализованный вблизи поверхности Pt до 2,1 эВ.

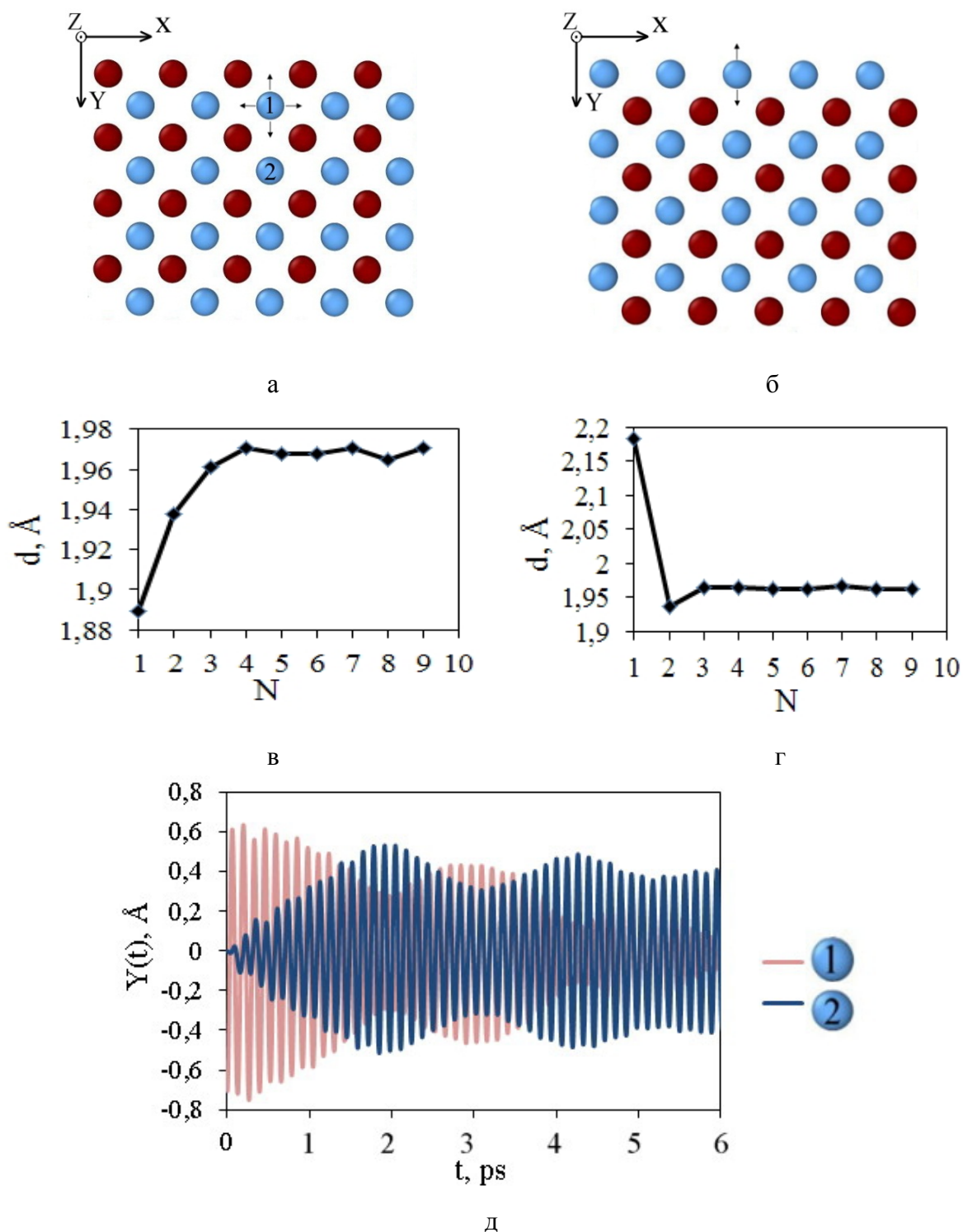


Рис. 3. (а, б) атомы одной биатомной плоскости (100) кристалла Pt_3Al . Ось X направлена вдоль $\langle 010 \rangle$, ось Y вдоль $\langle 001 \rangle$ и ось Z вдоль $\langle 100 \rangle$. Верхний край рисунка – свободная поверхность.

а) плоскость на поверхности состоит из атомов Pt, б) плоскость на поверхности имеет состав $PtAl$. Стрелками показаны возможные направления устойчивых колебаний ДБ.

На в) и г) показана зависимость расстояния между соседними атомными плоскостями, параллельными XZ , с удалением от поверхности, где N – порядковый номер атомных слоев от поверхности вглубь кристалла. д) Y – компоненты перемещения атомов 1 и 2, показанных на а), как функции времени.

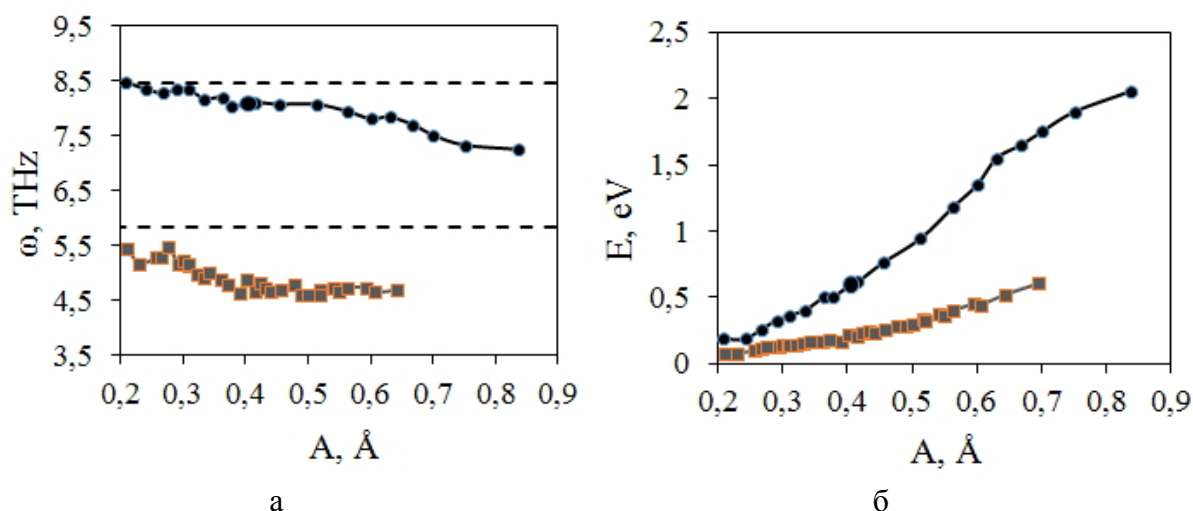


Рис. 4. а) зависимость частоты от амплитуды для ДБ на атоме 2, Рис. 3а, вблизи поверхности Pt (круглые символы) и для ДБ на поверхности PtAl (квадратные символы), для случая на Рис. 2б.

б) Зависимость энергии ДБ от его амплитуды колебаний: круглые (квадратные) символы соответствуют ДБ вблизи поверхности Pt (PtAl).

4. Заключение

Проведенные молекулярно-динамические расчеты показали, что вблизи поверхности и на поверхности ориентации (100) кристалла Pt_3Al могут существовать ДБ локализованные на одном атоме алюминия. Свойства ДБ существенно отличаются в случае поверхности заканчивающейся атомами Pt и атомами Pt и Al в равной пропорции. В первом случае ДБ, возбужденный максимально близко к поверхности в направлении к нормали к поверхности, быстро (за 5-10 колебаний) передает свою энергию атому, находящемуся дальше от поверхности, порождая ДБ со свойствами близкими к ДБ в объеме кристалла. Во втором случае ДБ, осциллирующий вдоль нормали к поверхности, имеет частоту в фоновом спектре кристалла ниже щели. Энергия ДБ на поверхности PtAl существенно (в три-четыре раза) меньше энергии в объеме кристалла или вблизи поверхности Pt. Вблизи поверхности Pt оказывается возможным существование ДБ с колебаниями вдоль поверхности, при этом его характеристики близки к характеристикам ДБ в объеме кристалла.

Полученные результаты показывают возможность локализации энергии на поверхности кристаллов, что может иметь важное значение для физики поверхности.

В последующих работах предполагается изучение взаимодействия ДБ на поверхности кристаллов с краудинами [51,52], выходящими из глубины кристалла на поверхность.

Работа З.П.В. была поддержана грантом Российского научного фонда № 16-12-10175 (получение численных результатов, подготовка рисунков). К.Е.А. благодарит за финансовую поддержку Российский фонд фундаментальных исследований (РФФИ), грант 17-02-00984 (обсуждение результатов моделирования, написание статьи). Д.С.В. благодарит грант Российского научного фонда № 14-13-00982 (постановка задачи, написание статьи).

5. Литература

- [1] A.S. Dolgov // *Soviet Physics of Solid State* **28** (1986) 907.
- [2] A.J. Sievers, S. Takeno // *Physical Review Letters* **61** (1988) 970.

- [3] J.B. Page // *Physical Review B* **41** (1990) 7835.
- [4] S. Flach, A.V. Gorbach // *Physics Reports* **467** (2008) 116.
- [5] S.V. Dmitriev, E.A. Korznikova, J.A. Baimova, M.G. Velarde // *Physics Uspekhi* **59** (2016) 446.
- [6] M.G. Velarde, A.P. Chetverikov, W. Ebeling, S.V. Dmitriev, V.D. Lakhno // *The European Physical Journal B* **89** (2016) 233.
- [7] S.V. Dmitriev // *Nonlinear Theory and Its Applications, IEICE* **8** (2017) 85.
- [8] M. Haas, V. Hizhnyakov, A. Shelkan, M. Klopov, A.J. Sievers // *Physical Review B* **84** (2011) 144303.
- [9] V. Hizhnyakov, M. Haas, A. Shelkan, M. Klopov // *Physica Scripta* **89(4)** (2014) 044003.
- [10] R.T. Murzaev, A.A. Kistanov, V.I. Dubinko, D.A. Terentyev, S.V. Dmitriev // *Computational Material Science* **98** (2015) 88.
- [11] S.V. Dmitriev, A.P. Chetverikov, M.G. Velarde // *Physica Status Solidi (b)* **252** (2015) 1682.
- [12] V. Hizhnyakov, M. Haas, A. Pishtshev, A. Shelkan, M. Klopov // *Nuclear Instruments Methods* **303** (2013) 91.
- [13] R.T. Murzaev, R.I. Babicheva, K. Zhou, E.A. Korznikova, S.Y. Fomin, V.I. Dubinko, S.V. Dmitriev // *The European Physical Journal B* **89(7)** (2016) 168.
- [14] И.П. Лобзенко, А.М. Баязитов, А.П. Четвериков, Р.И. Махмутова, А.А. Кистанов // *Письма о материалах* **6** (2016) 304.
- [15] D.A. Terentyev, A.V. Dubinko, V.I. Dubinko, S.V. Dmitriev, E.E. Zhurkin, M.V. Sorokin // *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering* **23(8)** (2015) 085007.
- [16] А.А. Кистанов, Е.А. Корзникова, К.С. Сергеев, Д.А. Шепелев, А.Р. Давлетшин, Д.И. Бокий, С.В. Дмитриев // *Письма о материалах* **6(3)** (2016) 221.
- [17] S.V. Dmitriev, A.A. Kistanov, V.I. Dubinko // *Springer Series Materials* **221** (2015) 205.
- [18] A.A. Kistanov, S.V. Dmitriev, A.P. Chetverikov, M.G. Velarde // *The European Physical Journal B* **87** (2014) 5.
- [19] A.A. Kistanov, A.S. Semenov, S.V. Dmitriev // *Journal of Experimental and Theoretical Physics* **119** (2014) 766.
- [20] A.A. Kistanov, S.V. Dmitriev, A.S. Semenov, V.I. Dubinko, D.A. Terent'ev // *Technical Physics Letters* **40** (2014) 657.
- [21] A.A. Kistanov, R.T. Murzaev, S.V. Dmitriev, V.I. Dubinko, V.V. Khizhnyakov // *Letters to Journal of Experimental and Theoretical Physics* **99** (2014) 353.
- [22] A.P. Chetverikov, I.A. Shepelev, E.A. Korznikova, A.A. Kistanov, S.V. Dmitriev, M.G. Velarde // *Computational Condensed Matter* **13** (2017) 59. <https://doi.org/10.1016/j.cocom.2017.09.004>
- [23] R.T. Murzaev, D.V. Bachurin, E.A. Korznikova, S.V. Dmitriev // *Physics Letters A* **381(11)** (2017) 1003.
- [24] M.E. Manley, A.J. Sievers, J.W. Lynn, S.A. Kiselev, N.I. Agladze, Y. Chen, A. Llobet, A. Alatas // *Physical Review B* **79** (2009) 134304.
- [25] M. Kempa, P. Ondrejko, P. Bourges, J. Ollivier, S. Rols, J. Kulda, S. Margueron, J. Hlinka // *Journal of Physics: Condensed Matter*. **25** (2013) 055403.
- [26] A. J. Sievers, M. Sato, J. B. Page, T. Rossler // *Physical Review B* **88** (2013) 104305.
- [27] M. Kempa, P. Ondrejko, P. Bourges, P. Marton, J. Hlinka // *Physical Review B* **89** (2014) 054308.
- [28] E. Barani, E.A. Korznikova, A.P. Chetverikov, K. Zhou, S.V. Dmitriev // *Physics Letters A* **381(41)** (2017) 3553.
- [29] E. Barani, I.P. Lobzenko, E.A. Korznikova, E.G. Soboleva, S.V. Dmitriev, K. Zhou, A.M. Marjaneh // *The European Physical Journal B* **90** (2017) 38.
- [30] J.A. Baimova // *Letters on Materials* **6** (2016) 31.

- [31] J.A. Baimova, R.T. Murzaev, A.I. Rudskoy // *Physics Letters A* **381** (2017) 3049.
- [32] J.A. Baimova, R.T. Murzaev, I.P. Lobzenko, S.V. Dmitriev, K. Zhou // *Journal of Experimental and Theoretical Physics* **122** (2016) 869.
- [33] I.P. Lobzenko, G.M. Chechin, G.S. Bezuglova, Y.A. Baimova, E.A. Korznikova, S.V. Dmitriev // *Physics of the Solid State* **58(3)** (2016) 633.
- [34] J.A. Baimova, E.A. Korznikova, I.P. Lobzenko, S.V. Dmitriev // *Reviews on Advanced Material Science* **42** (2015) 68.
- [35] G.M. Chechin, S.V. Dmitriev, I.P. Lobzenko, D.S. Ryabov // *Physical Review B* **90** (2014) 045432.
- [36] I. Evazzade, I.P. Lobzenko, E.A. Korznikova, I.A. Ovid'ko, M.R. Roknabadi, S.V. Dmitriev // *Physical Review B* **95(3)** (2017) 035423.
- [37] S.V. Dmitriev // *Journal of Micromechanics and Molecular Physics* **1** (2016) 1630001.
- [38] E.A. Korznikova, S.Y. Fomin, E.G. Soboleva, S.V. Dmitriev // *Letters to Journal of Experimental and Theoretical Physics* **103(4)** (2016) 277.
- [39] E.A. Korznikova, J.A. Baimova, S.V. Dmitriev // *Europhysics Letters* **102** (2013) 60004.
- [40] E.A. Korznikova, A.V. Savin, Y.A. Baimova, S.V. Dmitriev, R.R. Mulyukov // *Letters to Journal of Experimental and Theoretical Physics* **96(4)** (2012) 222.
- [41] P.V. Zakharov, M.D. Starostenkov, A.M. Eremin, E.A. Korznikova, S.V. Dmitriev // *Physics of the Solid State* **59** (2017) 223.
- [42] P.V. Zakharov, A.M. Eremin, M.D. Starostenkov, I.S. Lucenko // *Key Engineering Materials* **743** (2017) 86.
- [43] П.В. Захаров, М.Д. Старостенков, А.М. Еремин, А.И. Чередниченко // *Письма о материалах* **6** (2016) 294.
- [44] M.D. Starostenkov, A.I. Potekaev, S.V. Dmitriev, P.V. Zakharov, A.M. Eremin, V.V. Kulagina, // *Russian Physics Journal* **58** (2016) 1353.
- [45] N.N. Medvedev, M.D. Starostenkov, P.V. Zakharov, S.V. Dmitriev // *Technical Physics Letters* **41** (2015) 994.
- [46] N.N. Medvedev, M.D. Starostenkov, A.I. Potekaev, P.V. Zakharov, A.V. Markidonov, A.M. Eremin // *Russian Physics Journal* **57** (2014) 387.
- [47] N.N. Medvedev, M.D. Starostenkov, P.V. Zakharov, O.V. Pozidaeva // *Technical Physics Letters* **37** (2011) 98.
- [48] A.M. Iskandarov, N.N. Medvedev, P.V. Zakharov, S.V. Dmitriev // *Computational. Material Science* **47** (2009) 429.
- [49] P.V. Zakharov, M.D. Starostenkov, S.V. Dmitriev, N.N. Medvedev, A.M. Eremin // *Letters to Journal of Experimental and Theoretical Physics* **121** (2015) 217.
- [50] X.W. Zhou, R.A. Johnson, H.N.G. Wadley // *Physical Review B* **69** (2004) 144113.
- [51] S.V. Dmitriev, N.N. Medvedev, A.P. Chetverikov, K. Zhou, M.G. Velarde // *Physica status solidi (RRL) - Rapid Research Letters* **11** (2017) 1700298.
- [52] A.M. Iskandarov, N.N. Medvedev, P.V. Zakharov, S.V. Dmitriev // *Computational. Material Science* **47** (2009) 429.

SURFACE DISCRETE BREATHERS IN THE Pt₃Al INTERMETALLIC ALLOY

P.V. Zakharov^{1,2}, E.A. Korznikova³, S.V. Dmitriev^{3,4*}

¹Altai State Humanitarian and Pedagogical University. V.M. Shukshin,
659333, Biysk, Russia

²Altai State Technical University, 656038, Barnaul, Russia

³Institute for Metal Superplasticity Problems of RAS, 450001, Ufa, Russia

⁴National Research Tomsk State University, 634050, Tomsk, Russia

*e-mail: dmitriev.sergey.v@gmail.com

Abstract. It is known that defect-free crystals having a wide gap in the phonon spectrum can support gap discrete breathers (DB) being spatially localized large amplitude vibrational modes with frequencies within the band gap. One of examples of such crystal type is the intermetallic alloy Pt₃Al with a gap in the phonon spectrum caused by large difference in the atomic masses of the components. In the present work, the first attempts of the molecular dynamics modelling studies of the DB close to atomically smooth (100) orientation surface of the crystal is presented. It is shown that properties of the DB depend essentially on the composition of the surface atomic plane, which for the considered crystal can consist of Pt atoms or both of Pt and Al atoms in equal proportions. The results obtained can significantly contribute to the development of surface physics science.

Keywords: molecular dynamics, biatomic crystals, discrete breathers.

References

- [1] A.S. Dolgov // *Soviet Physics of Solid State* **28** (1986) 907.
- [2] A.J. Sievers, S. Takeno // *Physical Review Letters* **61** (1988) 970.
- [3] J.B. Page // *Physical Review B* **41** (1990) 7835.
- [4] S. Flach, A.V. Gorbach // *Physics Reports* **467** (2008) 116.
- [5] S.V. Dmitriev, E.A. Korznikova, J.A. Baimova, M.G. Velarde // *Physics Uspekhi* **59** (2016) 446.
- [6] M.G. Velarde, A.P. Chetverikov, W. Ebeling, S.V. Dmitriev, V.D. Lakhno // *The European Physical Journal B* **89** (2016) 233.
- [7] S.V. Dmitriev // *Nonlinear Theory and Its Applications, IEICE* **8** (2017) 85.
- [8] M. Haas, V. Hizhnyakov, A. Shelkan, M. Klopov, A.J. Sievers // *Physical Review B* **84** (2011) 144303.
- [9] V. Hizhnyakov, M. Haas, A. Shelkan, M. Klopov // *Physica Scripta* **89**(4) (2014) 044003.
- [10] R.T. Murzaev, A.A. Kistanov, V.I. Dubinko, D.A. Terentyev, S.V. Dmitriev // *Computational Material Science* **98** (2015) 88.
- [11] S.V. Dmitriev, A.P. Chetverikov, M.G. Velarde // *Physica Status Solidi (b)* **252** (2015) 1682.
- [12] V. Hizhnyakov, M. Haas, A. Pishtshev, A. Shelkan, M. Klopov // *Nuclear Instruments Methods* **303** (2013) 91.
- [13] R.T. Murzaev, R.I. Babicheva, K. Zhou, E.A. Korznikova, S.Y. Fomin, V.I. Dubinko, S.V. Dmitriev // *The European Physical Journal B* **89** (7) (2016) 168.
- [14] I.P. Lobzenko, A.M. Bayazitov, A.P. Chetverikov, R.I. Mahmutova, A.A. Kistanov // *Letters on Materials* **6** (3) (2016) 304. (in Russian).

- [15] D.A. Terentyev, A.V. Dubinko, V.I. Dubinko, S.V. Dmitriev, E.E. Zhurkin, M.V. Sorokin // *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering* **23 (8)** (2015) 085007.
- [16] E.A. Korznikova, A.A. Kistanov, K.S. Sergeev, D.A. Shepelev, A.R. Davletshin, D.I. Bokii, S.V. Dmitriev // *Letters on Materials* **6(3)** (2016) 221. (in Russian).
- [17] S.V. Dmitriev, A.A. Kistanov, V.I. Dubinko // *Springer Series Materials* **221** (2015) 205.
- [18] A.A. Kistanov, S.V. Dmitriev, A.P. Chetverikov, M.G. Velarde // *The European Physical Journal B* **87** (2014) 5.
- [19] A.A. Kistanov, A.S. Semenov, S.V. Dmitriev // *Journal of Experimental and Theoretical Physics* **119** (2014) 766.
- [20] A.A. Kistanov, S.V. Dmitriev, A.S. Semenov, V.I. Dubinko, D.A. Terent'ev // *Technical Physics Letters* **40** (2014) 657.
- [21] A.A. Kistanov, R.T. Murzaev, S.V. Dmitriev, V.I. Dubinko, V.V. Khizhnyakov // *Letters to Journal of Experimental and Theoretical Physics* **99** (2014) 353.
- [22] A.P. Chetverikov, I.A. Shepelev, E.A. Korznikova, A.A. Kistanov, S.V. Dmitriev, M.G. Velarde // *Computational Condensed Matter* **13** (2017) 59. <https://doi.org/10.1016/j.cocom.2017.09.004>
- [23] R.T. Murzaev, D.V. Bachurin, E.A. Korznikova, S.V. Dmitriev // *Physics Letters A* **381(11)** (2017) 1003.
- [24] M.E. Manley, A.J. Sievers, J.W. Lynn, S.A. Kiselev, N.I. Agladze, Y. Chen, A. Llobet, A. Alatas // *Physical Review B* **79** (2009) 134304.
- [25] M. Kempa, P. Ondrejko, P. Bourges, J. Ollivier, S. Rols, J. Kulda, S. Margueron, J. Hlinka // *Journal of Physics: Condensed Matter*. **25** (2013) 055403.
- [26] A.J. Sievers, M. Sato, J.B. Page, T. Rossler // *Physical Review B* **88** (2013) 104305.
- [27] M. Kempa, P. Ondrejko, P. Bourges, P. Marton, J. Hlinka // *Physical Review B* **89** (2014) 054308.
- [28] E. Barani, E.A. Korznikova, A.P. Chetverikov, K. Zhou, S.V. Dmitriev // *Physics Letters A* **381(41)** (2017) 3553.
- [29] E. Barani, I.P. Lobzenko, E.A. Korznikova, E.G. Soboleva, S.V. Dmitriev, K. Zhou, A.M. Marjaneh // *The European Physical Journal B* **90** (2017) 38.
- [30] J.A. Baimova // *Letters on Materials* **6** (2016) 31.
- [31] J.A. Baimova, R.T. Murzaev, A.I. Rudskoy // *Physics Letters A* **381** (2017) 3049.
- [32] J.A. Baimova, R.T. Murzaev, I.P. Lobzenko, S.V. Dmitriev, K. Zhou // *Journal of Experimental and Theoretical Physics* **122** (2016) 869.
- [33] I.P. Lobzenko, G.M. Chechin, G.S. Bezuglova, Y.A. Baimova, E.A. Korznikova, S.V. Dmitriev // *Physics of the Solid State* **58(3)** (2016) 633.
- [34] J.A. Baimova, E.A. Korznikova, I.P. Lobzenko, S.V. Dmitriev // *Reviews on Advanced Material Science* **42** (2015) 68.
- [35] G.M. Chechin, S.V. Dmitriev, I.P. Lobzenko, D.S. Ryabov // *Physical Review B* **90** (2014) 045432.
- [36] I. Evazzade, I.P. Lobzenko, E.A. Korznikova, I.A. Ovid'ko, M.R. Roknabadi, S.V. Dmitriev // *Physical Review B* **95(3)** (2017) 035423.
- [37] S.V. Dmitriev // *Journal of Micromechanics and Molecular Physics* **1** (2016) 1630001.
- [38] E.A. Korznikova, S.Y. Fomin, E.G. Soboleva, S.V. Dmitriev // *Letters to Journal of Experimental and Theoretical Physics* **103(4)** (2016) 277.
- [39] E.A. Korznikova, J.A. Baimova, S.V. Dmitriev // *Europhysics Letters* **102** (2013) 60004.
- [40] E.A. Korznikova, A.V. Savin, Y.A. Baimova, S.V. Dmitriev, R.R. Mulyukov // *Journal of Experimental and Theoretical Physics* **96(4)** (2012) 222.
- [41] P.V. Zakharov, M.D. Starostenkov, A.M. Eremin, E.A. Korznikova, S.V. Dmitriev // *Physics of the Solid State* **59** (2017) 223.

- [42] P.V. Zakharov, A.M. Eremin, M.D. Starostenkov, I.S. Lucenko // *Key Engineering Materials* **743** (2017) 86.
- [43] P.V. Zakharov, M.D. Starostenkov, A.M. Eremin, A.I. Cherednichenko // *Letters on Materials* **6(3)** (2016) 294. (in Russian).
- [44] M.D. Starostenkov, A.I. Potekaev, S.V. Dmitriev, P.V. Zakharov, A.M. Eremin, V.V. Kulagina, // *Russian Physics Journal* **58** (2016) 1353.
- [45] N.N. Medvedev, M.D. Starostenkov, P.V. Zakharov, S.V. Dmitriev // *Technical Physics Letters* **41** (2015) 994.
- [46] N.N. Medvedev, M.D. Starostenkov, A.I. Potekaev, P.V. Zakharov, A.V. Markidonov, A.M. Eremin // *Russian Physics Journal* **57** (2014) 387.
- [47] N.N. Medvedev, M.D. Starostenkov, P.V. Zakharov, O.V. Pozidaeva // *Technical Physics Letters* **37** (2011) 98.
- [48] A.M. Iskandarov, N.N. Medvedev, P.V. Zakharov, S.V. Dmitriev // *Computational. Material Science* **47** (2009) 429.
- [49] P.V. Zakharov, M. D. Starostenkov, S. V. Dmitriev, N. N. Medvedev, A. M. Eremin // *Letters to Journal of Experimental and Theoretical Physics* **121** (2015) 217.
- [50] X.W. Zhou, R.A. Johnson, H.N.G. Wadley // *Physical Review B* **69** (2004) 144113.
- [51] S.V. Dmitriev, N.N. Medvedev, A.P. Chetverikov, K. Zhou, M.G. Velarde // *Physica status solidi (RRL) - Rapid Research Letters* **11** (2017) 1700298.
- [52] A.M. Iskandarov, N.N. Medvedev, P.V. Zakharov, S.V. Dmitriev // *Computational. Material Science* **47** (2009) 429.

ЖАРОПРОЧНЫЕ ИНТЕРМЕТАЛЛИДНЫЕ СПЛАВЫ И КОМПОЗИТЫ НА ОСНОВЕ ТИТАНА: МИКРОСТРУКТУРА, МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И ВОЗМОЖНОЕ ПРИМЕНЕНИЕ

В.М. Имаев*, Р.М. Имаев, Р.А. Гайсин, Т.И. Назарова, М.Р. Шагиев, Р.Р. Мулюков

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем сверхпластичности
металлов РАН, Уфа, ул. Халтурина, 39, Россия

*e-mail: vimayev@mail.ru

Аннотация. В статье рассмотрены вопросы оптимизации микроструктуры при помощи деформационной и термической обработки, а также представлены механические свойства интерметаллидных сплавов на основе $\gamma(\text{TiAl})$ и $\text{O}(\text{Ti}_2\text{AlNb})$ фазы. Показано, что существующий научно-технический задел создает предпосылки для развития как литейных, так и деформационных технологий изготовления деталей из этих интерметаллидных сплавов, в частности, основанных на сверхпластической обработке. В работе также представлены результаты исследования коротковолокнистых композиционных материалов на основе Ti/TiB , полученных *in situ* с использованием обычного литья. На примере матрицы из сплава BT18Y ($\text{Ti-6.8Al-4Zr-2.5Sn-1Nb-0.7Mo-0.15Si}$, вес. %) показано, что присутствие коротких волокон TiB обеспечивает значительное повышение прочности и жаропрочности по сравнению с матричным сплавом.

Ключевые слова: интерметаллидные сплавы, *in situ* композиты, микроструктура, деформационная обработка, термическая обработка, механические свойства.

1. Введение

Повышение эффективности авиадвигателей и аналогичных наземных силовых установок в настоящее время невозможно без внедрения легких жаропрочных конструкционных материалов. К материалам, которые могли бы частично заменить традиционные жаропрочные никелевые сплавы и стали с удельным весом 8-8.5 г/см³ относятся легкие интерметаллидные сплавы на основе фаз $\gamma(\text{TiAl})$ (далее γ -сплавы) и $\text{O}(\text{Ti}_2\text{AlNb})$ (далее О-сплавы) с удельным весом 4-4.3 и 5.1-5.4 г/см³ соответственно. Они обладают высокой удельной прочностью, жесткостью, сопротивлением ползучести и жаростойкостью при повышенных температурах. По удельной прочности γ - и О-сплавы при соответствующем выборе состава и структурно-фазового состояния превосходят все традиционные конструкционные материалы в интервале температур соответственно $T=650\ldots 800^\circ\text{C}$ и $T=600-650^\circ\text{C}$ (Рис. 1а). По удельному модулю упругости γ -сплавы превосходят титановые и никелевые сплавы на 50-70%, и эта разница сохраняется при повышенных температурах (Рис. 1б). Существенным достоинством О-сплавов, несмотря на пониженную в сравнении с γ -сплавами жаростойкость, жаропрочность, жесткость и повышенную плотность, является более высокая пластичность, вязкость и технологические свойства в целом.

С фундаментальной точки зрения различия в свойствах γ - и О-сплавов обусловлены разницей в межатомной связи: для γ -TiAl фазы характерна более направленная межатомная связь с острой ковалентной составляющей, обеспечивающей высокую энергию упорядочения интерметаллидной фазы. Известно, что γ (TiAl) фаза сохраняет упорядоченное состояние вплоть до предплавильных температур [1], в то время как О(Ti₂AlNb) фаза стехиометрического состава существует до температур около 1000°C [2]. Различие в характере межатомной связи определяет и разные механические свойства: О-сплавы ближе к титановым сплавам, чем γ -сплавы, обладающие резко пониженными металлическими свойствами. В частности, в γ -сплавах независимо от структурного состояния и уровня примесей при повышенных температурах имеет место хрупко-вязкий переход [1,3-6], в то время как в О-сплавах хрупко-вязкий переход не наблюдается, а пластичность при комнатной температуре, в зависимости от микроструктурного состояния, может достигать более 10% [7].

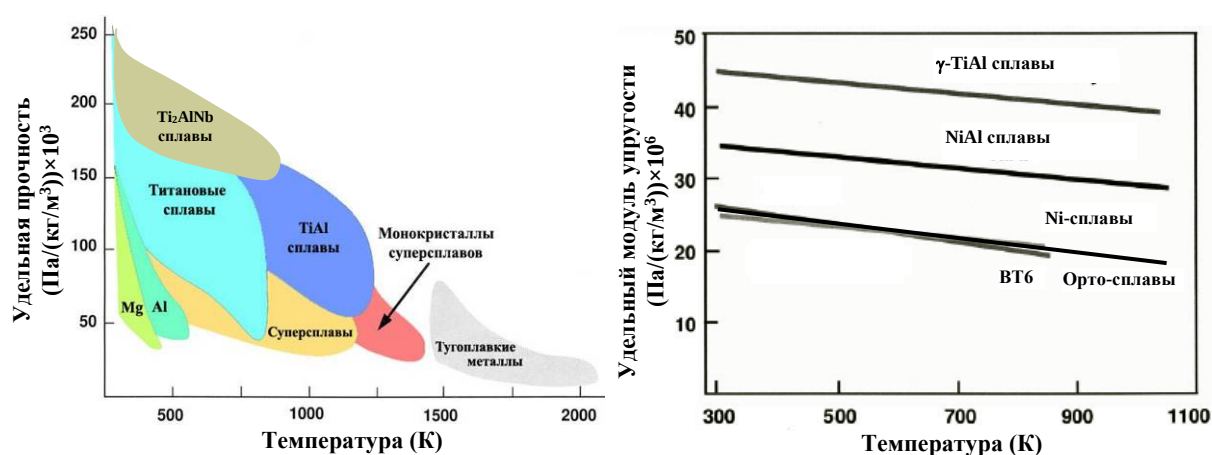


Рис. 1. Удельные механические свойства γ - и О-сплавов в сравнении с традиционными конструкционными материалами.

Предполагается, что γ - и О-сплавы частично заменят жаропрочные никелевые сплавы в газотурбинном двигателе, что позволит существенно повысить его удельные силовые характеристики при одновременном снижении расхода топлива, эмиссии углекислого газа и шумности. В настоящее время из γ -сплавов (состава Ti-48Al-2Nb-2Cr или 48-2-2, ат. %) с помощью литья изготавливаются лопатки последних двух ступеней турбины низкого давления (ТНД) для эксплуатации при температурах до 700°C в серийном двигателе GENx (General Electric, США), которым оснащаются пассажирские самолеты Boeing 787 и Boeing 747-8. Коммерческие полеты самолетов с лопатками ТНД из γ -сплавов начались в 2011 году [8-10]. Фирмой Rolls-Royce (Германия) разработана технология изготовления лопаток ТНД из γ -сплавов последнего поколения (β -затвердевающего TNM сплава состава Ti-(43-44)Al-(4-5)Nb-1Mo-0.1B, ат. %) с использованием деформационной обработки для эксплуатации при температурах до 750°C [9-11]. TNM γ -сплавы обеспечивают существенно более высокую удельную прочность и жаропрочность по сравнению со сплавами типа 48-2-2, применяемыми General Electric [9], соответственно силовые параметры двигателя с такими лопатками могут быть существенно выше. Испытания лопаток ТНД из TNM γ -сплава уже проводятся, и двигатель с такими лопатками скоро будет сертифицирован [11]. Известно, что γ -сплавы применяются также для изготовления автомобильных клапанов и турбокомпрессорных крыльчаток [8-10]. О-сплавы, по всей вероятности, также нашли свое применение, данные об этом в открытых источниках не обнаруживаются. Из О-сплавов возможно изготовление дисков, лопаток компрессора высокого давления,

корпусных деталей. Интерметаллидные γ - и О-сплавы в настоящее время отнесены к одному из приоритетных стратегических направлений развития материалов в Российской Федерации на период до 2030 года [12]. Вместе с тем, серьезных, долгосрочных научно-исследовательских работ в области этих интерметаллидных сплавов, нацеленных на конкретное внедрение, в РФ практически не ведется либо уровень этих работ не соответствует мировому.

В качестве возможной альтернативы интерметаллидным γ - и О-сплавам можно рассматривать *in situ* композиты на основе титана, упрочненные короткими волокнами или частицами тугоплавких соединений [13-20]. Сравнение свойств различных керамических упрочнителей показывает, что наиболее подходящим из них для титановой матрицы является моноборид титана (TiB, структура B27), имеющий высокий модуль упругости, высокую прочность и близкий к титану коэффициент термического расширения [13,14]. К этому следует добавить химическую инертность TiB по отношению к матрице (в отличие, например, от SiC, Al₂O₃ и TiB₂), высокую адгезионную прочность границы раздела между титановой матрицей и упрочнителем и возможность образования коротких волокон TiB *in situ* без выделения дополнительных фаз при разных способах изготовления композиционного материала (КМ) [13-20]. В последние годы тема *in situ* композитов на основе титана, судя по публикационной активности, стала «горячей»; в Российской Федерации такие исследования практически не ведутся.

В настоящей работе рассматривается три группы материалов: интерметаллидные γ - и О-сплавы, а также КМ на основе Ti/TiB, изготовленный *in situ* с помощью литья. В качестве интерметаллидных γ -сплавов рассмотрены два сплава последнего поколения. Работа по О-сплаву была выполнена на составе, близком к ВТИ-4, разработанном в ФГУП ВИАМ. В качестве матричного сплава в случае композита был взят сплав BT18Y, относящийся к жаропрочным псевдо- α титановым сплавам с рабочей температурой до 600°C, а количество добавляемого бора соответствовало примерно 6.5 об. % моноборида титана.

2. Материалы и методики эксперимента

Слитки сплавов Ti-45Al-8Nb-0.2C ($\varnothing$ 130 мм) и Ti-45Al-5Nb-1Mo-0.2B ($\varnothing$ 120 мм) (ат. %) были изготовлены вакуумно-дуговым переплавом фирмой GfE Metalle und Materialien, Германия. Слиток сплава Ti-23Al-23Nb-3(Zr,V,Mo,Si) ($\varnothing$ 180 мм) был изготовлен ФГУП ВИАМ (ат. %). Во всех случаях указанный номинальный состав слитков сплавов был близок к реальному составу сплава. КМ на основе BT18Y/TiB изготавливали аргоно-дуговым переплавом на лабораторной плавильной установке, обеспечившей высокую точность и однородность химического состава. Моноборид титана при этом образовывался *in situ* в виде коротких волокон в процессе выплавки в результате прямой реакции титана с бором. Для возмещения возникающего дефицита титана при выплавке кроме бора добавляли также чистый титан, приготовленный из титановой губки ТГ-90. Состав КМ соответствовал BT18Y-1.2 вес. %B или BT18Y-6.5 об. % TiB.

Для определения фазового состава и температур фазовых превращений выполняли закалочные эксперименты с последующим анализом фазового состава закаленных образцов. Температуры фазовых превращений оценивали также с помощью дифференциальной сканирующей калориметрии на установке STA 449 F1 Jupiter фирмы «Netzsch». На основе полученных данных осуществляли деформационную и термическую обработку сплавов и КМ.

Заготовки литого сплава Ti-45Al-8Nb-0.2C подвергали горячей квазиизотермической экструзии в оболочке при $T \approx 1250^\circ\text{C}$ на степень деформации 7:1 ($e \approx 1.95$), затем отжигу при $T = 1280^\circ\text{C}$ (2 ч) с последующим охлаждением в печи и отжигу

при $T=900^{\circ}\text{C}$ (3 ч.). Термическая обработка была выполнена таким образом, чтобы получить дуплексную структуру и растворить метастабильную $\beta(\text{B2})$ -фазу.

Заготовки литого сплава $\text{Ti-45Al-5Nb-1Mo-0.2B}$ подвергали различной термической обработке, нацеленной на получение разного типа микроструктуры - от преимущественно пластинчатой до близкой к дуплексной. В результате были получены три состояния (ТО 1, ТО 2, ТО 3), различающиеся размером $\gamma(\text{TiAl})+\alpha_2(\text{Ti}_3\text{Al})$ колоний, межпластинчатым расстоянием, объемной долей γ -зерен и $\beta(\text{B2})$ -фазы. Кроме того, заготовку литого сплава $\text{Ti-45Al-5Nb-1Mo-0.2B}$ подвергали двухстадийной горячей деформации сначала в оболочке, затем без оболочки, соответственно, в квазиизотермических и изотермических условиях на общую степень деформации $e \approx 1.4$. Деформированную заготовку затем подвергали отжигу при $T=1250^{\circ}\text{C}$ (2 ч.) с последующим охлаждением в печи и отжигом при $T=900^{\circ}\text{C}$ (3 ч.). Термическая обработка также была выполнена для получения дуплексной структуры и растворения по возможности $\beta(\text{B2})$ -фазы.

Заготовки, вырезанные из слитка сплава $\text{Ti-23Al-23Nb-3(Zr,V,Mo,Si)}$, подвергали трем разным обработкам: 1) термической обработке, включавшей в себя отжиг при $T=1050^{\circ}\text{C}$ (0.5 ч.), закалку на воздухе и старение при $T=850^{\circ}\text{C}$ (5 ч.); 2) трехэтапной деформационной и термической обработке с постепенным понижением температуры: каждый этап обработки включал в себя всестороннюю 3D изотермическую ковку на степень деформации $e \approx 3$ с последующим рекристаллизационным отжигом, общая степень деформации составила $e \approx 9$; 3) 2D ковке при температуре $T=950^{\circ}\text{C}$ с промежуточными рекристаллизационными отжигами на общую степень деформации $e \approx 3$ с последующим отжигом при $T=1050^{\circ}\text{C}$ (0.5 ч.), закалкой на воздухе и старением при $T=850^{\circ}\text{C}$ (5 ч.).

Заготовки КМ VT18Y/TiB подвергали всесторонней 3D или 2D ковке в изотермических условиях при температурах верхней части $\alpha+\beta$ области на общую степень деформации $e \approx 3$ с последующей β -термической обработкой. Для сравнения аналогичной 3D ковке подвергали также матричный сплав VT18Y с последующей термической обработкой в верхней части $\alpha+\beta$ области [20].

Из полученных состояний сплавов и композита были изготовлены образцы и выполнены механические испытания на растяжение, высокотемпературную длительную прочность (сопротивление ползучести).

Микроструктурные исследования были выполнены на сканирующем электронном микроскопе Mira-3 Tescan в режиме вторичных (SE) или обратно-рассеянных электронов (BSE). Рентгеноструктурные измерения были выполнены на дифрактометре ДРОН-4 с использованием $\text{Co-K}\alpha$ излучения. Для индентирования и обработки данных использовали программный пакет X'Pert HighScore Plus. Эксперименты по прокатке были осуществлены с использованием лабораторного двухвалкового прокатного стана.

3. Результаты и обсуждение

В работе рассмотрены три группы материалов, которым соответствуют три части статьи, посвященные интерметаллидным γ -сплавам, O -сплавам и КМ на основе Ti/TiB .

γ -сплавы. На рис. 2 представлена микроструктура сплава Ti-45Al-8Nb-0.2C в исходном состоянии и полученная после деформационной и термической обработки. Исходная микроструктура – грубозернистая, размер колоний составляет ~ 1 мм. Такой материал совершенно хрупок и неприменим в литом состоянии. После экструзии и термической обработки была получена преимущественно мелкозернистая микроструктура со средним размером зерен $d \approx 10$ мкм, незначительной долей пластинчатой составляющей и высокой долей специальных (двойниковых) границ в γ -зернах, различающихся визуально (Рис. 2б). Следует отметить высокую термическую

стабильность этого сплава: после отжига в верхней части $\alpha+\gamma$ фазовой области при $T=1280^\circ\text{C}$ микроструктура в сплаве сохранилась мелкозернистой.

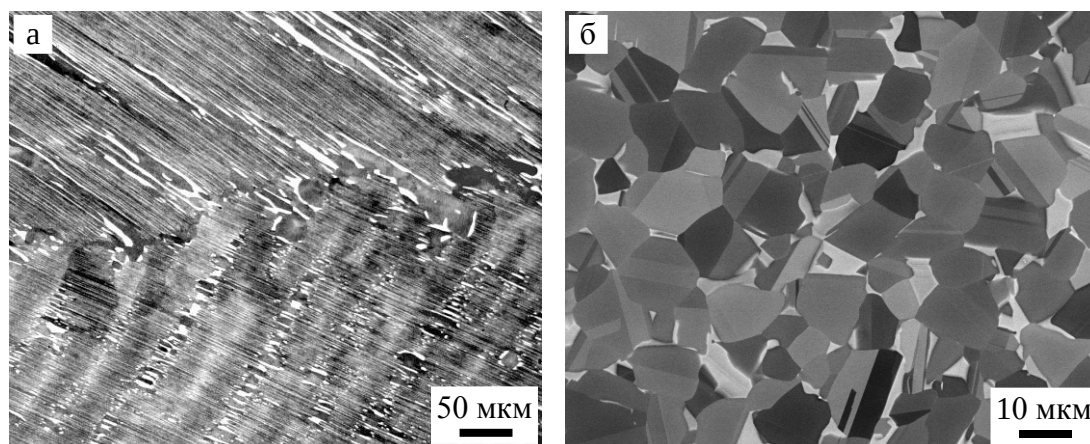


Рис. 2. Микроструктура сплава Ti-45Al-8Nb-0.2C (BSE изображения): а - литое состояние, б - после горячей экструзии и термической обработки.

На рис. 3 представлены микроструктурные состояния, полученные в сплаве Ti-45Al-5Nb-1Mo-0.2B после различной термической обработки (ТО 1-3), а также после деформационной и термической обработки (ДТО). Исходная микроструктура (не представленная здесь) - преимущественно пластинчатая со средним размером $\gamma+\alpha_2$ колоний $d=60$ мкм. По границам колоний отмечаются зерна/прослойки γ - и $\beta(\text{B2})$ -фазы. С изменением условий термической обработки при переходе от ТО 1 к ТО 3 уменьшается средний размер колоний (от $d=60$ до $d=31$ мкм), увеличивается объемная доля γ -зерен, уменьшается количество $\beta(\text{B2})$ -фазы (от 3.7 до 1.7 об. %) и возрастает межпластинчатое расстояние. Горячая деформация в сочетании с термической обработкой приводит к формированию дуплексной микроструктуры со средним размером зерен/колоний $d=8$ мкм, небольшой долей пластинчатой составляющей (15 об. %) и незначительным количеством $\beta(\text{B2})$ -фазы (1.3 об. %).

На рис. 4 показаны свойства при растяжении сплава Ti-45Al-8Nb-0.2C в полученном мелкозернистом состоянии. Видно, что мелкозернистая структура обеспечивает при комнатной температуре $\delta=2.3\%$ и $\sigma_B=910$ МПа, при $T=700^\circ\text{C}$ - пластичность незначительно возрастает, а прочность снижается. Полученные свойства, в целом, согласуются с литературными данными [21].

На рис. 5 представлены свойства при растяжении сплава Ti-45Al-5Nb-1Mo-0.2B в полученных состояниях при комнатной температуре. Видно, что уменьшение размера колоний/зерен ведет к ожидаемому увеличению одновременно пластичности и прочности сплава. Очевидно, что факторами, способствующими повышению пластичности при переходе от состояния ТО 1 к ТО 3 и ДТО, являются также уменьшение доли пластинчатой составляющей и увеличение межпластинчатого расстояния. Свойства сплава Ti-45Al-5Nb-1Mo-0.2B в литом состоянии после термической обработки: $\delta=0.6-1.2\%$ и $\sigma_B=670-700$ МПа. В дуплексном состоянии достигнуты следующие свойства: $\delta=3.1\%$ и $\sigma_B=860$ МПа.

В таблице 1 представлены результаты испытаний на длительную (100-часовую) прочность. Видно, что сплав Ti-45Al-8Nb-0.2C, несмотря на мелкозернистое состояние, обладает высоким сопротивлением ползучести даже при $T=700-750^\circ\text{C}$. Это объясняется высоким содержанием ниобия, затрудняющего диффузию, и углерода, образующего карбиды, способствующие закреплению дислокаций [8]. Пластинчатое состояние сплава Ti-45Al-5Nb-1Mo-0.2B показало чуть большее сопротивление ползучести (меньшее

остаточное удлинение при соответствующих нагрузках), чем сплав Ti-45Al-8Nb-0.2C в мелкозернистом состоянии. В дулексном состоянии сопротивление ползучести, как и ожидалось, оказалось ниже, чем в пластинчатом состоянии.

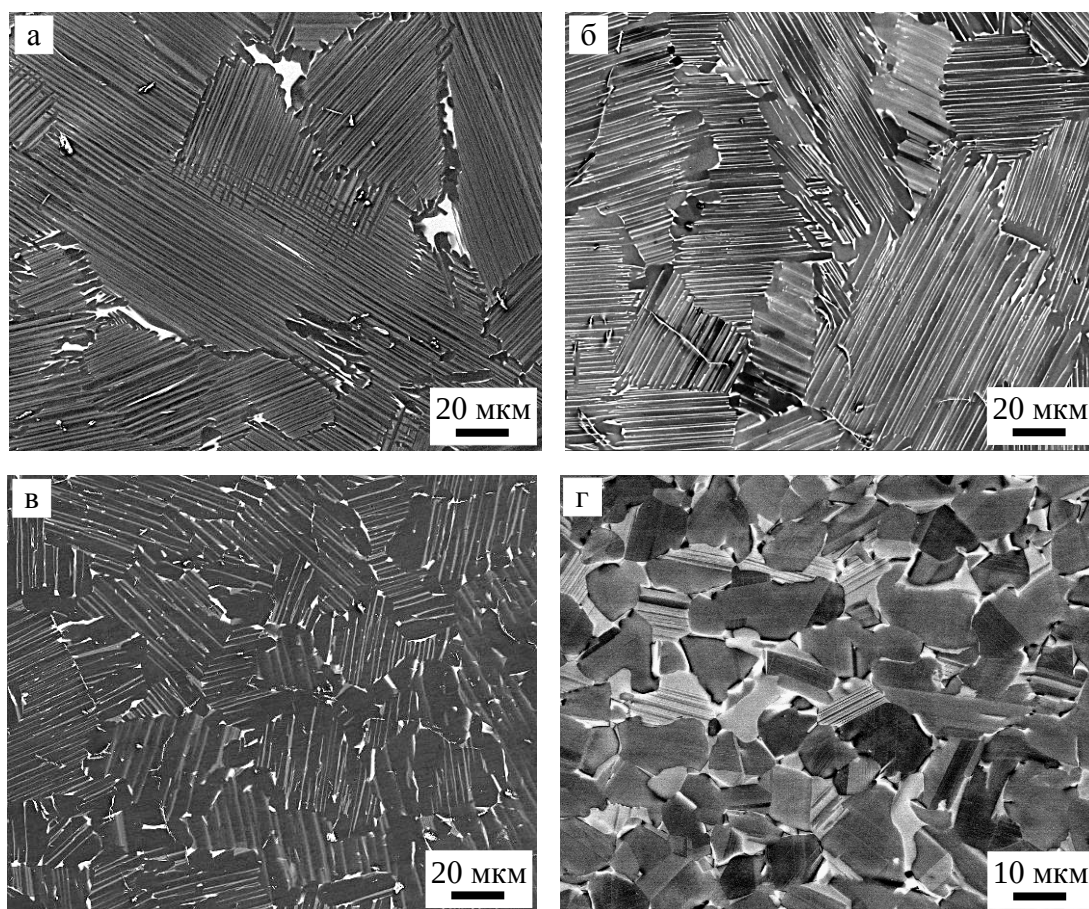


Рис. 3. Микроструктура сплава Ti-45Al-5Nb-1Mo-0.2V (BSE изображения): (а-в) в литом состоянии после термической обработки (ТО 1-3), (д) после ДТО.

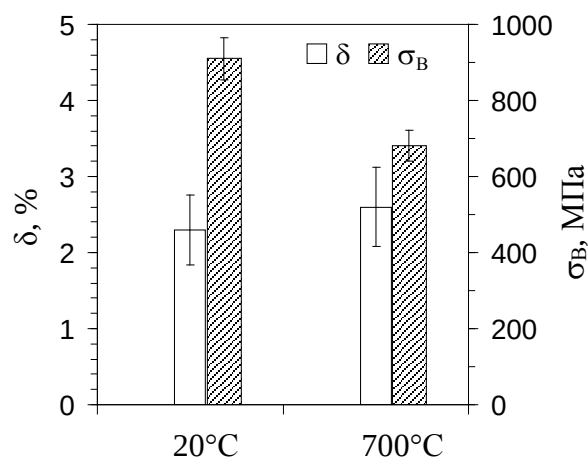


Рис. 4. Механические свойства при растяжении сплава Ti-45Al-8Nb-0.2C в мелкозернистом состоянии, полученном после экструзии и термической обработки.

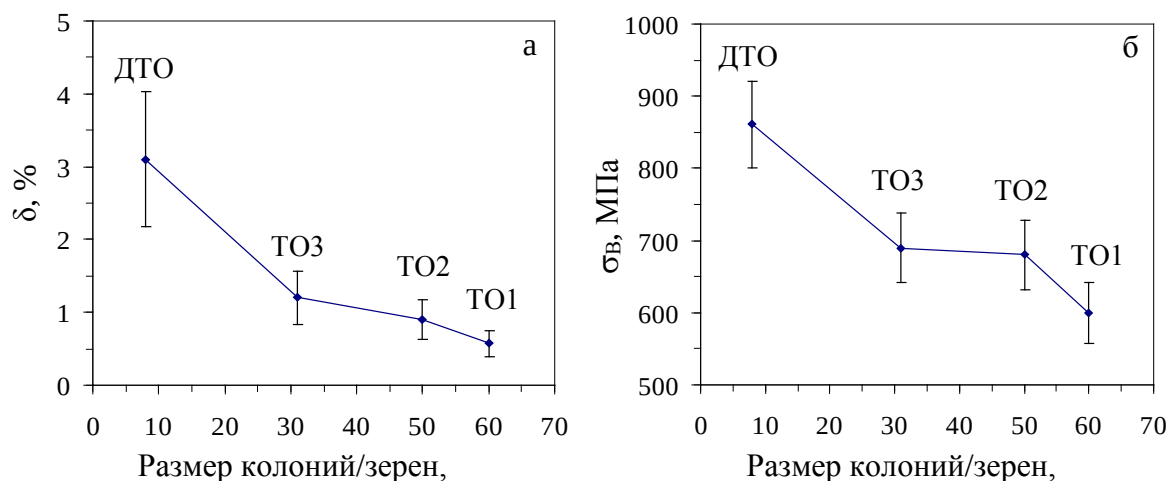


Рис. 5. Механические свойства при растяжении сплава Ti-45Al-5Nb-1Mo-0.2B при комнатной температуре: (а) зависимость удлинения δ от размера колоний/зерен, (б) - зависимость условного предела прочности σ_b от размера колоний/зерен; ТО 1-3 - литое состояние, подвергнутое различной термической обработке, ДТО - дуплексное состояние, полученное после деформационной и термической обработки.

Таблица 1. Результаты испытаний на длительную прочность сплавов Ti-45Al-8Nb-0.2C и Ti-45Al-5Nb-1Mo-0.2B.

Сплав / микроструктура	T, °C	Нагрузка, МПа	Длительность испытания, ч.	Остаточное удлинение после испытания, %
Ti-45Al-8Nb-0.2C мелкозернистая	600	550	100	0.4
	700	400 450	100	2.0 6.5
	750	300 350	100	3.5 6.6
Ti-45Al-5Nb-1Mo-0.2B пластинчатая (ТО 1) дуплексная (ДТО)	600	550 550	100	0 0.6
	700	450 350	100	1.0 2.0
пластинчатая (ТО 1) дуплексная (ДТО)	750	350 300	100 70	3.6 17.8

В таблице 2 представлены свойства сплавов Ti-45Al-8Nb-0.2C и Ti-45Al-5Nb-1Mo-0.2B в сравнении со сплавом Ti-(47-48)Al-2Cr-Nb, разработанным General Electric. Видно, что в литом состоянии удельная прочность и жаропрочность сплава Ti-45Al-5Nb-1Mo-0.2B намного превышает указанные свойства для Ti-(47-48)Al-2Cr-Nb при немного пониженной пластичности. В деформированном состоянии по жаропрочности, пластичности и удельной прочности сплавы Ti-45Al-8Nb-0.2C и Ti-45Al-5Nb-1Mo-0.2B существенно превосходят сплав Ti-(47-48)Al-2Cr-Nb. В целом, все полученные механические свойства сплавов превышают или примерно соответствуют свойствам самых перспективных γ -сплавов последнего поколения [8-10,21-29].

Из деформированной штамповки сплава Ti-45Al-5Nb-1Mo-0.2B изготавливали образцы на растяжение и исследовали сверхпластические свойства в мелкозернистом состоянии. В интервале температур $T=900-1000^\circ\text{C}$ были получены сверхпластические

свойства [23]. Штамповкой в условиях сверхпластичности с последующей механической обработкой было опробовано изготовление лопатки из сплава Ti-45Al-5Nb-1Mo-0.2B (Рис. 6).

Таблица 2. Свойства сплавов Ti-45Al-8Nb-0.2C и Ti-45Al-5Nb-1Mo-0.2B в сравнении со сплавом GE Ti-(47-48)Al-2Cr-Nb.

Свойство	Литые сплавы		Деформированные сплавы	
	Ti-(47-48)Al-2Cr-2Nb [30,31]	Ti-45Al-5Nb-1Mo-0.2B	Ti-45Al-8Nb-0.2C	Ti-45Al-5Nb-1Mo-0.2B
ρ , г/см ³	3.9-3.95	4.14	4.23	4.14
δ , % / 20°C	1-2	0.6-1.2	2.3	3.1
σ_B , МПа / 20°C	400-490	670-700	910	860
Длительная прочность $\sigma_{100ч}$, МПа / 700°C	≈300 (100 ч.) (дуплексная)	>450 (100 ч.) (пластинч.)	>450 (100 ч.) (мелкозерн.)	>350 (100 ч.) (дуплексная)
Макс. рабочая температура	650-700	750	700-750	700



Рис. 6. (а) Образец сплава Ti-45Al-5Nb-1Mo-0.2B, растянутый в условиях сверхпластичности ($T=1000^\circ\text{C}$, $\delta=850\%$, $\sigma_B=95$ МПа) и (б) лопатка, отштампованная в условиях сверхпластичности и подвергнутая финишной механической обработке.

О-сплавы. На рис. 7 представлена микроструктура сплава Ti-23Al-23Nb-3(Zr,V,Mo,Si) в исходном литом состоянии и после деформационной и термической обработки. Видно, что литое состояние крупнозернистое, размер исходных β -зерен составляет ~1 мм. В микроструктуре присутствуют две фазы: основная O-Ti₂AlNb и светлая β (B2)-фаза (Рис. 7а,б). После 2Dковки и термической обработки микроструктура остается относительно крупнозернистой, границы исходных β -зерен частично сохраняются (Рис. 7в). После 3Dковки формируется ультрамелкозернистая микроструктура со средним размером зерен $d=0.3$ мкм. Видно, что в результате обработки удается избавиться от границ исходных β -зерен (Рис. 7г).

В таблице 3 представлены механические свойства при растяжении сплава Ti-23Al-23Nb-3(Zr,V,Mo,Si) при комнатной температуре в литом состоянии и после деформационной и термической обработки. Для сравнения приведены также свойства сплава Ti-22Al-25Nb (ат. %) после кольцевой прокатки и термической обработки [32]. Измельчение микроструктуры приводит к существенному росту одновременно пластичности и прочности сплава. Свойства, полученные при комнатной температуре для ультрамелкозернистого состояния сплава, являются рекордными для О-сплавов. Жаропрочные свойства ультрамелкозернистого состояния после соответствующей термической обработки могут быть восстановлены; в рамках настоящей работы такие эксперименты не проводились. Ультрамелкозернистое состояние сплава оказывается полезным при прокатке листов, фольг, а также сверхпластической формовке листовых полуфабрикатов (Рис. 8 и 9). Следует отметить, что размеры листов и фольг могут быть увеличены при использовании оборудования соответствующей мощности.

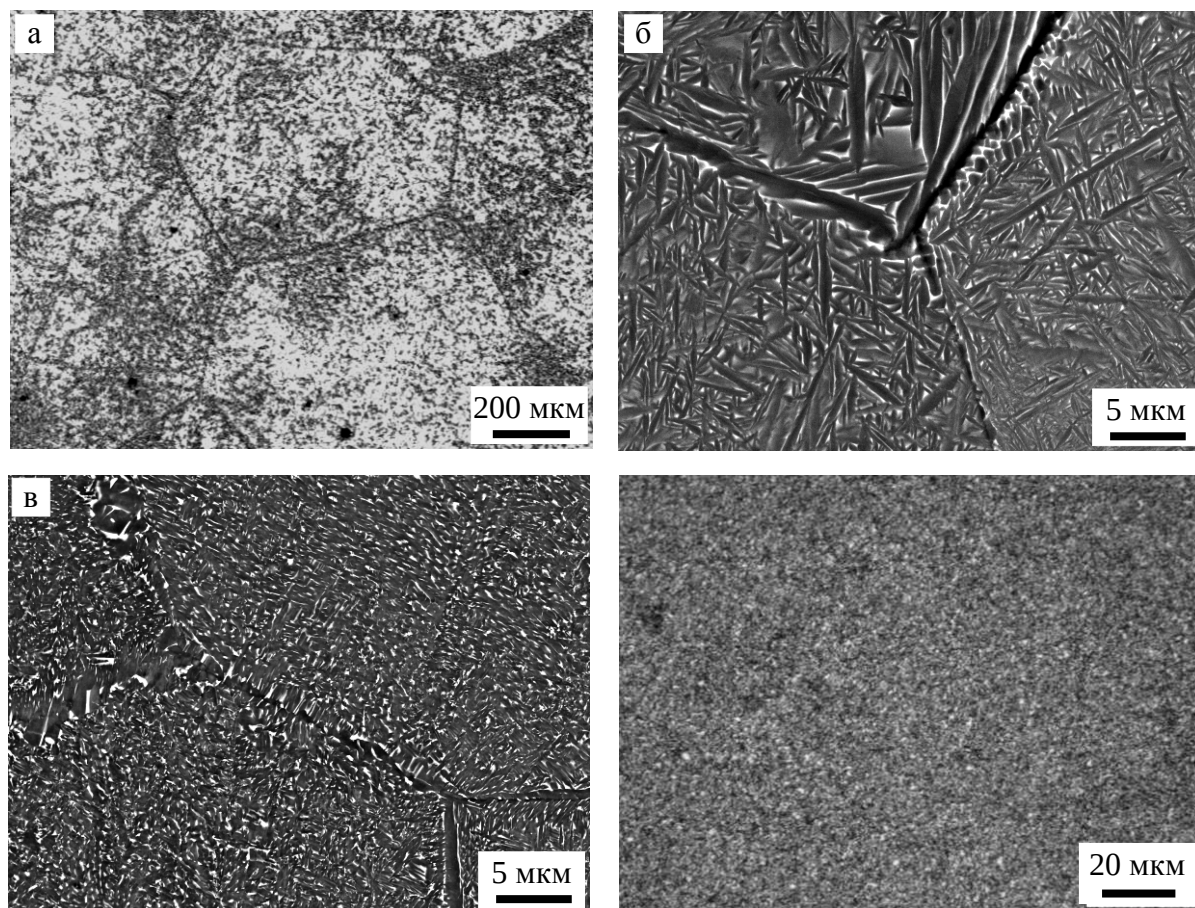


Рис. 7. Микроструктура сплава Ti-23Al-23Nb-3(Zr,V,Mo,Si): (а,б) – в литом состоянии, (в) - после 2Dковки и термической обработки; (г) - после 3Dковки с промежуточными отжигами; (а,г) - оптика, (б,в) - BSE изображения.

Таблица 3. Механические свойства при растяжении сплава Ti-23Al-23Nb-3(Zr,V,Mo,Si) при комнатной температуре после различной обработки.

Обработка	Мех. свойства	
	δ , %	σ_B , МПа
Литое состояние (после термической обработки)	1.7 ± 0.6	1151
Горячая вытяжка и термическая обработка	4.0 ± 1	1200
Ковка с промежуточными отжигами	25 ± 3	1400
Ti-22Al-25Nb: кольцевая прокатка и термическая обработка [32]	6	1100



Рис. 8. Образцы сплава Ti-23Al-23Nb-3(Zr,V,Mo,Si), деформированные в условиях сверхпластичности (при $T=850-1000^\circ\text{C}$), и листовые заготовки ($250 \times 150 \times 1-2 \text{ мм}^3$), прокатанные в оболочке в условиях, близких к сверхпластическим.



Рис. 9. Сверхпластическая формовка листа и тонкая фольга (размером $0.08 \times 120 \times 600$ мм³) из сплава Ti-23Al-23Nb-3(Zr,V,Mo,Si). Фольга изготовлена холодной прокаткой с промежуточными вакуумными отжигами.

Композиты на основе Ti/TiB. На рис. 10 представлена микроструктура КМ ВТ18У/TiB в исходном состоянии с хаотично ориентированными боридами и после деформационной обработки и β -отжига. Глубокое травление позволяет выявить морфологию борилов, которые представляют собой в основном короткие волокна с примерным отношением длины борилов L к поперечному размеру D - $L/D \approx 30$. Объемная доля борилов составила около 6.5%. После всесторонней 3D ковки борилов существенно дробятся и ориентированы хаотично, отношение длины борилов к их поперечному размеру составило $L/D \approx 6$. После 2D ковки TiB-волокна имеют преимущественную ориентацию, $L/D \approx 20$. Таким образом, всесторонняя ковка ведет к существенному дроблению борилов и их хаотичной ориентации, в то время как 2D ковка дробит борилов в существенно меньшей степени и обеспечивает их преимущественную ориентацию вдоль направления вытяжки заготовки [17,19,20]. Микроструктура матрицы после горячей деформации и β -термической обработки в обоих случаях была полностью β -превращенной пластинчатой.

На рис. 11 представлены механические свойства при растяжении, полученные для сплава ВТ18У и композита ВТ18У/TiB в состояниях, полученных после деформационной и термической обработки. Присутствие 6.5 об. % борилов привело к заметному повышению прочностных свойств. Если принять величину предела текучести матрицы и сплава ВТ18У (после деформационной и термической обработки) примерно одинаковой, то прирост прочности при $T=20-700^\circ\text{C}$ в случае хаотично ориентированных и раздробленных борилов составил 17.3-26.4%, а в случае преимущественно ориентированных TiB-волокон - 20.3-32% (Табл. 4). При этом пластичность КМ при комнатной температуре составила $\delta=5.2-7\%$, слабо завися от ориентации и степени раздробленности борилов (Рис. 11). С повышением температуры испытания КМ с раздробленными боридами (после всесторонней 3D ковки) имеет большую пластичность при $T=500^\circ\text{C}$, чем КМ с предпочтительно ориентированными боридами; при $T=600-700^\circ\text{C}$ разница в пластичности практически исчезает.

Таким образом, присутствие 6.5 об. % волокон TiB обеспечивает существенный прирост предела текучести, по относительной величине примерно сохраняющийся до $T=700^\circ\text{C}$, при этом пластичность КМ оказывается не менее $\delta=5\%$ при комнатной температуре. Сохранение удельного вклада TiB-волокон в упрочнение с повышением температуры испытания указывает на сохранение высокой адгезионной прочности границ между титановой матрицей и TiB-волоконками с повышением температуры деформации [18-20]. Другой важный вывод заключается в том, что наличие преимущественно ориентированных волокон TiB лишь незначительно повышает прочность по сравнению с КМ с хаотично ориентированными раздробленными боридами.

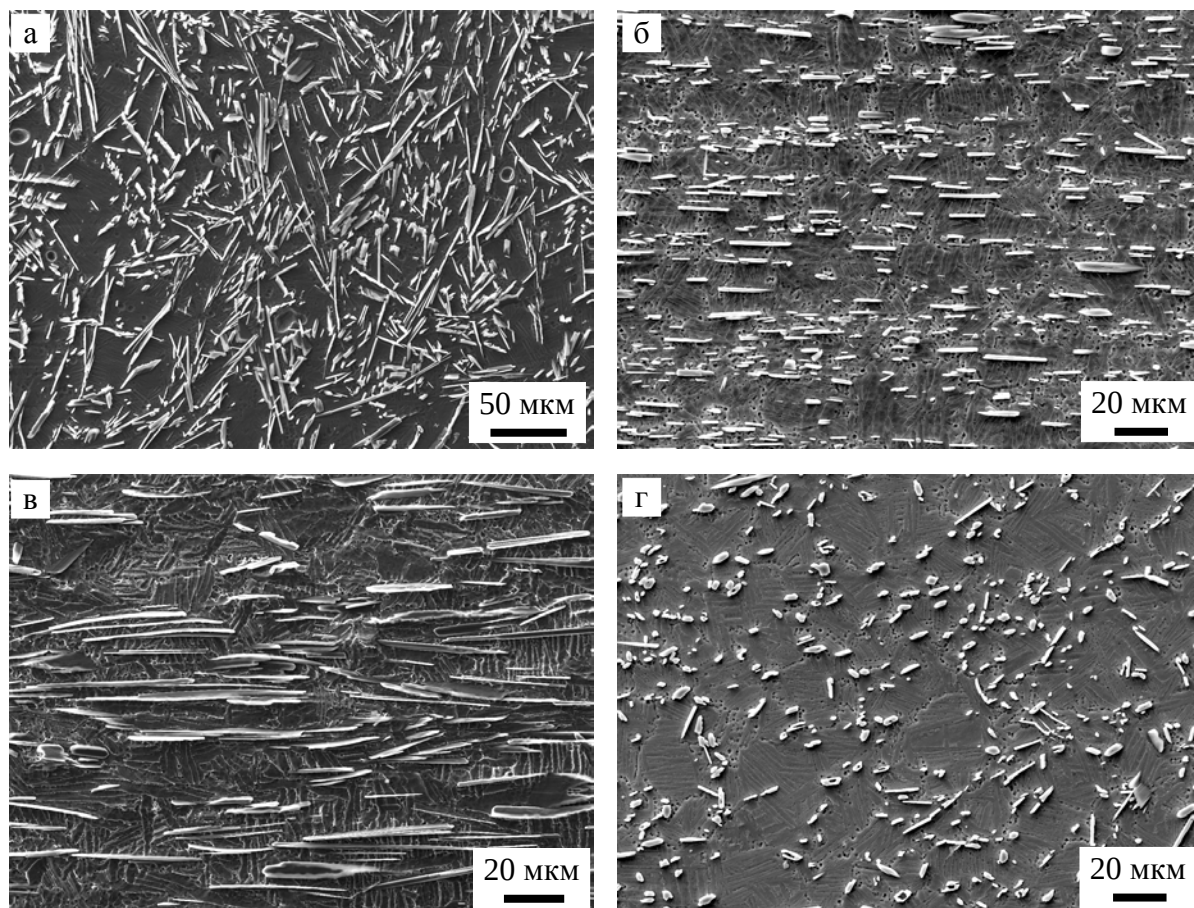


Рис. 10. Микроструктура КМ VT18У/TiB (SE изображения): (а) исходное литое состояние (с хаотично ориентированными TiB-волокнами), (б) после всестороннейковки и β -термической обработки, (в) и (г) - после 2Dковки и β -термической обработки продольное и поперечное сечение, соответственно; (а) - поверхность подвергалась глубокому травлению.

На рис. 12 представлены кривые ползучести, полученные для VT18У и КМ VT18У/TiB после деформационной и термической обработки. Испытания на ползучесть, выполненные при $T=550-600^{\circ}\text{C}$, показали, что КМ демонстрирует существенно более высокое сопротивление ползучести, чем матричный сплав. Интересно отметить, что сопротивление ползучести КМ после 3D и 2Dковки оказалось примерно одинаковым. Подробнее полученные результаты изложены в работе [20].

Таким образом, положительный эффект от присутствия боридов для кратковременной прочности и сопротивления ползучести оказался близок в случае преимущественной ориентации TiB-волокон параллельно оси нагружения и в случае раздробленных, хаотично ориентированных боридов. По-видимому, это объясняется более равномерным распределением боридов после всестороннейковки (уменьшением расстояния между боридами) и меньшим размером $\alpha+\beta$ колоний после заключительной термической обработки после всестороннейковки, чем после 2Dковки. Присутствие раздробленных боридов, однородно распределенных по объему материала, вероятно, способствует более однородному распределению напряжений как при кратковременном нагружении, так и в условиях испытания на ползучесть, чем в случае преимущественно ориентированных TiB-волокон с большим соотношением L/D .

Присутствие раздробленных в результате деформации боридов, таким образом, оказывает существенное упрочняющее влияние как в условиях кратковременного нагружения, так и при длительных испытаниях на ползучесть. КМ VT18У/6.5 об. % TiB

после всестороннейковки, имеющий благодаря хаотичному распределению раздробленных боридов изотропные свойства, мог бы быть использован в качестве конструкционного материала, годного для применения при $T > 600^\circ\text{C}$. Также как и из О-сплавов, из КМ на основе ВТ18У/ТiВ можно было бы изготавливать диски, лопатки компрессора высокого давления, корпусные детали и др., что с учетом пониженной плотности таких КМ по сравнению с О-сплавами позволило бы достичь еще более ощутимого облегчения конструкции двигателя.

Важным достоинством КМ на основе Тi/ТiВ является возможность осуществления термической обработки в β -фазовой области, что не вызывает быстрого роста β -зерен благодаря присутствию боридов и способствует достижению наибольшей жаропрочности за счет формирования полностью β -превращенной пластинчатой структуры. Важнейшим условием сохранения повышенной прочности и жаропрочности КМ на основе Тi/ТiВ при $T > 600^\circ\text{C}$ является высокая адгезионная прочность границ между титановой матрицей и ТiВ-волокнами. Как было показано ранее [18-20], она сохраняется при повышенных температурах.

Дальнейшее повышение прочности и жаропрочности КМ на основе Тi/ТiВ может быть достигнуто за счет подбора еще более жаропрочной псевдо- α титановой матрицы и использования дополнительных к монокристаллу титана керамических упрочнителей, например, карбида титана или оксидов редкоземельных металлов.

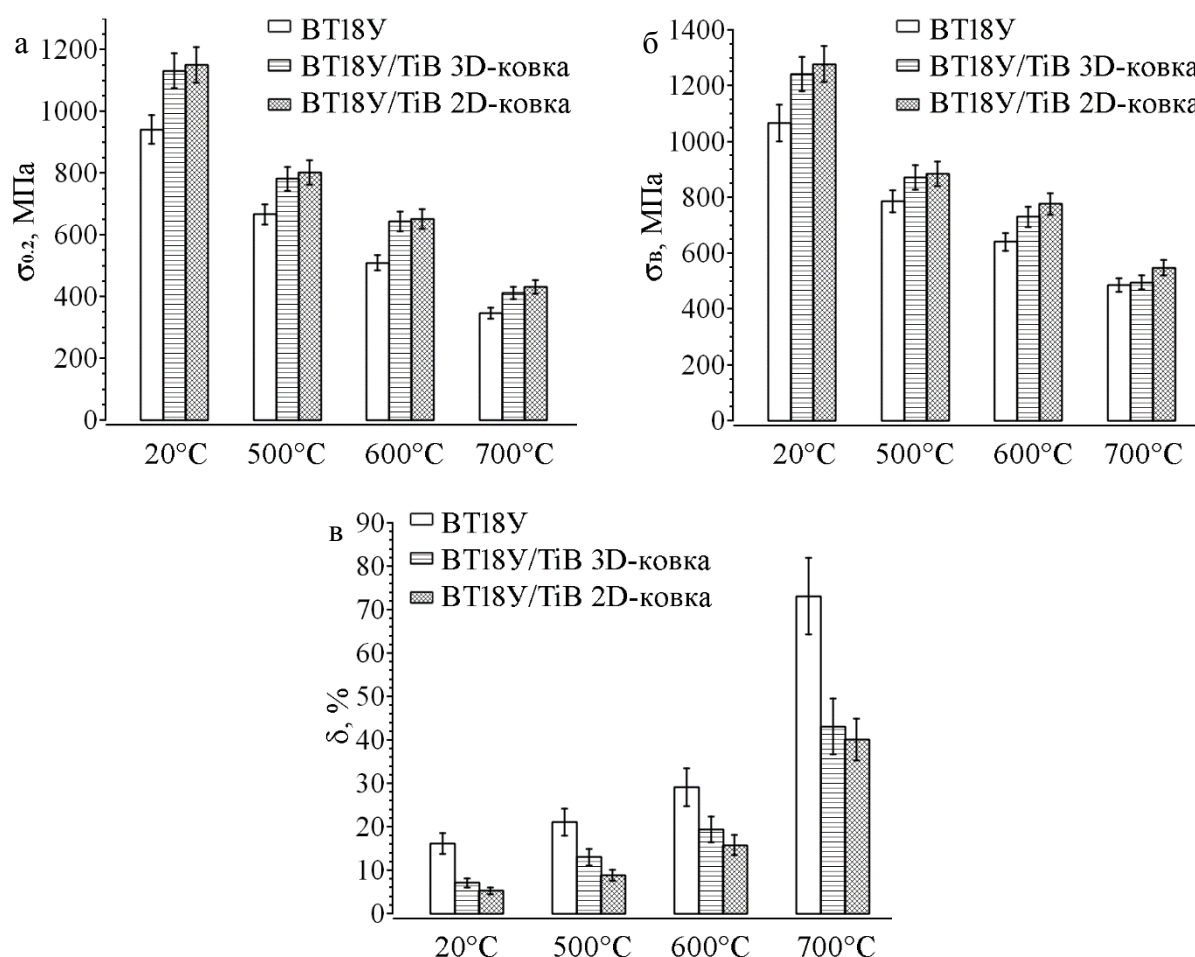


Рис. 11. Температурные зависимости механических свойств при растяжении композитов ВТ18У/ТiВ после 3D и 2Dковки и β -термической обработки: а - предела текучести $\sigma_{0.2}$, б - предела прочности $\sigma_{\text{в}}$, в - относительного удлинения δ .

Таблица 4. Прирост предела текучести, полученный для КМ ВТ18У/ТiВ, подвергнутого разной обработке, в зависимости от температуры испытания в сравнении с матричным сплавом ВТ18У ($\Delta\sigma_{0.2}$ - прирост предела текучести, $\sigma_{0.2}^M$ - предел текучести матрицы).

Обработка КМ ВТ18У/ТiВ	$\Delta\sigma_{0.2} / \sigma_{0.2}^M \times 100, \%$			
	20	500	600	700
После 3D ковки и термической обработки	20.2	17.3	26.4	18.8
После 2D ковки и термической обработки	22.3	20.3	28	24.6

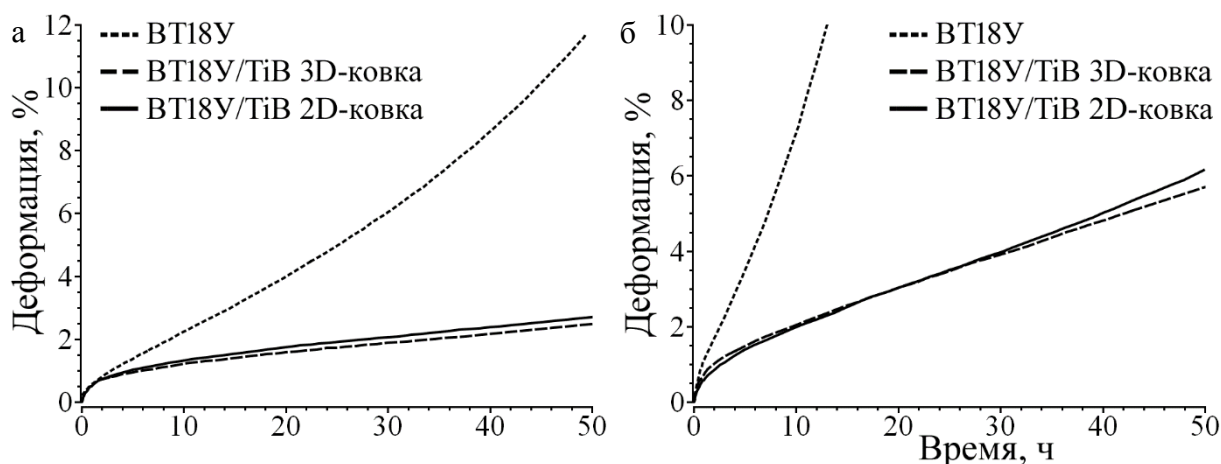


Рис. 12. Кривые ползучести, полученные для образцов сплава ВТ18У и КМ ВТ18У/ТiВ: (а) $T=550^\circ\text{C}$ (нагрузка – 400 МПа), (б) $T=600^\circ\text{C}$ (нагрузка – 300 МПа).

4. Выводы

В работе рассмотрены три группы жаропрочных материалов: интерметаллидные сплавы на основе $\gamma(\text{TiAl})$, $\text{O}(\text{Ti}_2\text{AlNb})$ и композиционный материал на основе Ti/TiB . По работе можно сделать следующие выводы:

1. Для двух γ -сплавов последнего поколения – $\text{Ti-45Al-5Nb-1Mo-0.2B}$ и Ti-45Al-8Nb-0.2C (ат. %), оптимизированы условия деформационной и термической обработки. Показано, что удастся достичь однородных микроструктурных состояний с преимущественно пластинчатой, дуплексной и мелкозернистой структурой, которые демонстрируют высокие для γ -сплавов механические свойства. Было установлено, что механические свойства могут быть хорошо сбалансированы на основе дуплексной и даже мелкозернистой структуры. В последнем случае, как показано для сплава Ti-45Al-8Nb-0.2C , жаропрочность должна быть поддержана высоким легированием ниобием и углеродом. Для сплава $\text{Ti-45Al-5Nb-1Mo-0.2B}$ продемонстрирована возможность достижения хорошо сбалансированных механических свойств уже в литом состоянии, подвергнутом термической обработке. Полученные механические свойства сплавов превышают или примерно соответствуют свойствам самых перспективных γ -сплавов последнего поколения. Для сплава $\text{Ti-45Al-5Nb-1Mo-0.2B}$ в мелкозернистом состоянии продемонстрирована возможность использования сверхпластической формовки для изготовления лопаток.

2. Разработаны эффективные методы деформационной и термической обработки О-сплава состава $\text{Ti-23Al-23Nb-3(Zr,V,Mo,Si)}$ (ат. %). В ультрамелкозернистом состоянии получены рекордные пластичность и прочность при комнатной температуре, а также сверхпластические свойства в интервале температур $T=850-1000^\circ\text{C}$. Продemonстрирована возможность использования сверхпластических свойств при прокатке и формовке листовых полуфабрикатов. Показана также возможность

изготовления тонкой фольги из О-сплава с помощью холодной прокатки с промежуточными отжигами.

3. С помощью обычного литья изготовлен *in situ* коротковолокнистый композиционный материал на основе ВТ18У/ТiВ с содержанием упрочняющей фазы около 6.5 об. %. Разработаны эффективные методы деформационной и термической обработки такого композиционного материала. Показано, что после деформационной и термической обработки в композите обеспечивается существенное упрочнение при $T=20-700^{\circ}\text{C}$ и значительное повышение сопротивления ползучести при температурах $T=550-600^{\circ}\text{C}$ по сравнению с матричным сплавом при сохранении приемлемой пластичности ($\delta=5.2-7\%$) при комнатной температуре. Полученные результаты создают предпосылки для использования композита ВТ18У/ТiВ при температурах выше 600°C .

Выполненная работа свидетельствует о значительном материаловедческом заделе в области легких жаропрочных интерметаллидных сплавов на основе $\gamma(\text{TiAl})$ и $\text{O}(\text{Ti}_2\text{AlNb})$, а также композиционных материалов на основе Тi/ТiВ, которые могли бы начать внедряться в качестве конструкционных материалов для применения при $T>600^{\circ}\text{C}$. Такую работу следовало бы осуществлять при активном взаимодействии материаловедов-исследователей и инженеров-практиков производственных, прежде всего авиационных, предприятий, заинтересованных во внедрении новых материалов и развитии новых технологий.

Работа выполнялась в рамках программы фундаментальных исследований Российской академии наук, регистрационный номер - АААА-А17-117041310215-4, а также при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, грант РФФИ № 16-33-00723 мол. а. Исследования проведены на базе центра коллективного пользования ИПСМ РАН «Структурные и физико-механические исследования материалов».

Литература

- [1] F. Appel, J.D.H. Paul, M. Oehring, *Gamma Titanium Aluminide Alloys: Science and Technology* (Wiley-VCH, Weinheim, 2011).
- [2] K. Muraleedharan, T.K. Nandy, D. Banerjee // *Intermetallics* **3** (1995) 187.
- [3] R.M. Imayev, O.A. Kaibyshev and G.A. Salishchev // *Acta Metallurgica et Materialia* **40** (1992) 588.
- [4] V.M. Imayev, R.M. Imayev, G.A. Salishchev // *Intermetallics* **8** (2000) 1.
- [5] B.F. Greenberg, V.I. Anisimov, Yu.N. Gornostirev et al. // *Scripta Metallurgica et Materialia* **22** (1988) 859.
- [6] V.M. Imayev, R.M. Imayev, T.I. Oleneva // *Letters on Materials* **1(1)** (2011) 25. (in Russian).
- [7] A.K. Gogia, T.K. Nandy, D. Banerjee et al. // *Intermetallics* **6** (1998) 741.
- [8] H. Clemens, S. Mayer // *Advanced Engineering Materials* **15** (2013) 191.
- [9] Y.-W. Kim and S.-L. Kim, Keynote lecture at *Gammalloys Technology 2017 (GAT-2017)* (San Diego, USA, 2017).
- [10] H. Clemens, J. Esslinger, M. Schloffer, W. Smarsly, Keynote lecture at *Materials Science and Engineering (MSE-2017)* (Darmstadt, Germany, 2016).
- [11] E.N. Kablov // *Aviation Materials Technology* **5** (2012) 7. (in Russian).
- [12] T.M.T. Godfrey, P.S. Goodwin, C.M. Ward-Close // *Advanced Engineering Materials* **2** (2000) 85.
- [13] S. Abkowitz, S.M. Abkowitz., H. Fisher, P.J. Schwartz // *JOM* **56** (2004) 37.
- [14] J. Qu, C. Zhang, S. Zhang, J. Han, L. Chai, Z. Chen, Y. Chen // *Materials Science & Engineering A* **701** (2017) 16.

- [15] V.M. Imaev, R.A. Gaisin, R.M. Imaev // *Materials Science & Engineering A* **641** (2015) 71.
- [16] X. Guo, L. Wang, M. Wang, J. Qin, D. Zhang, W. Lu // *Acta Materialia* **60** (2012) 2656.
- [17] R.A. Gaisin, V.M. Imaev, R.M. Imaev // *Letters on Materials* **7(2)** (2017) 186. (in Russian).
- [18] R.A. Gaisin, V.M. Imaev, R.M. Imaev // *Journal of Alloys & Compounds* **723** (2017) 385.
- [19] F. Appel, M. Oehring, J.D.H. Paul // *Advanced Engineering Materials* **8** (2006) 371.
- [20] T.I. Nazarova, V.M. Imaev, R.M. Imaev, R.R. Mulyukov // *The Physics of Metals & Metallography* **117(10)** (2016) 1038.
- [21] V.M. Imaev, R.M. Imaev, T.I. Oleneva, T.G. Khismatullin // *The Physics of Metals & Metallography* **106(6)** (2008) 641.
- [22] V.M. Imaev, T.I. Oleneva, R.M. Imaev, H.-J. Christ, H.-J. Fecht // *Intermetallics* **26** (2012) 91.
- [23] E. Schwaighofer, H. Clemens, S. Mayer, J. Lindemann, J. Klose, W. Smarsly, V. Güther // *Intermetallics* **44** (2014) 128.
- [24] H. Saage, A.J. Huang, D. Hu, M.H. Loretto, X. Wu // *Intermetallics* **17** (2009) 32.
- [25] Z.W. Huang, W. Voice, P. Boven, T.T. Cheng, M.R. Willis, I.P. Jones // *Intermetallics* **7** (1999) 89.
- [26] N.Z. Niu, Y.Y. Chen, F.T. Kong, J.P. Lin // *Intermetallics* **31** (2012) 249.
- [27] S. Bold, M. Oehring, J. Lindemann et al. // *Intermetallics* **58** (2015) 71.
- [28] Y.-W. Kim, D.M. Dimiduk, In: *Structural Intermetallics*, ed. by M.V. Nathal et al. (the Minerals Metals and Materials Society, Pennsylvania, 1997) p. 531.
- [29] C.M. Austin, T.J. Kelly, K.G. McAllister, J.C. Chesnutt, In: *Structural Intermetallics*, ed. by M.V. Nathal et al. (the Minerals Metals and Materials Society, Pennsylvania, 1997) p. 413.
- [30] W. Wang, W. Zeng, C. Xue, X. Liang, J. Zhang // *Materials Science & Engineering A* **603** (2014) 176.

HEAT-RESISTANT INTERMETALLIC ALLOYS AND COMPOSITES BASED ON TITANIUM: MICROSTRUCTURE, MECHANICAL PROPERTIES AND POSSIBLE APPLICATION

V.M. Imaev*, R.M. Imaev, R.A. Gaisin,

T.I. Nazarova, M.R. Shagiev, R.R. Mulyukov

Institute for Metals Superplasticity Problems of Russian Academy of Sciences

Ul. Khalturina, 39, Ufa, Russia

*e-mail: vimayev@mail.ru

Abstract. In the paper, microstructure design by means of hot working and heat treatment as well as some mechanical properties have been considered for intermetallic alloys based on γ (TiAl) and O(Ti₂AlNb) phase. It has been shown that the current scientific and technical knowledge creates the prerequisites for development of both cast and wrought processing methods of these intermetallic alloys, particularly based on superplastic processing. In the paper, the results on discontinuously reinforced metal matrix Ti/TiB based composites produced in situ via conventional casting were also presented. For the matrix made of the alloy

VT18U (Ti-6.8Al-4Zr-2.5Sn-1Nb-0.7Mo-0.15Si, wt. %), it has been demonstrated that the presence of TiB whiskers provided significant enhancement in strength and creep resistance as compared with those of the matrix alloy.

Keywords: intermetallic alloys, in situ composites, microstructure, hot working, heat treatment, mechanical properties.

References

- [1] F. Appel, J.D.H. Paul, M. Oehring, *Gamma Titanium Aluminide Alloys: Science and Technology* (Wiley-VCH, Weinheim, 2011).
- [2] K. Muraleedharan, T.K. Nandy, D. Banerjee // *Intermetallics* **3** (1995) 187.
- [3] R.M. Imayev, O.A. Kaibyshev and G.A. Salishchev // *Acta Metallurgica et Materialia* **40** (1992) 588.
- [4] V.M. Imayev, R.M. Imayev, G.A. Salishchev // *Intermetallics* **8** (2000) 1.
- [5] B.F. Greenberg, V.I. Anisimov, Yu.N. Gornostirev et al. // *Scripta Metallurgica et Materialia* **22** (1988) 859.
- [6] V.M. Imayev, R.M. Imayev, T.I. Oleneva // *Letters on Materials* **1(1)** (2011) 25. (in Russian).
- [7] A.K. Gogia, T.K. Nandy, D. Banerjee et al. // *Intermetallics* **6** (1998) 741.
- [8] H. Clemens, S. Mayer // *Advanced Engineering Materials* **15** (2013) 191.
- [9] Y.-W. Kim and S.-L. Kim, Keynote lecture at *Gammalloys Technology 2017 (GAT-2017)* (San Diego, USA, 2017).
- [10] H. Clemens, J. Esslinger, M. Schloffer, W. Smarsly, Keynote lecture at *Materials Science and Engineering (MSE-2017)* (Darmstadt, Germany, 2016).
- [11] E.N. Kablov // *Aviation Materials Technology* **5** (2012) 7. (in Russian).
- [12] T.M.T. Godfrey, P.S. Goodwin, C.M. Ward-Close // *Advanced Engineering Materials* **2** (2000) 85.
- [13] S. Abkowitz, S.M. Abkowitz, H. Fisher, P.J. Schwartz // *JOM* **56** (2004) 37.
- [14] J. Qu, C. Zhang, S. Zhang, J. Han, L. Chai, Z. Chen, Y. Chen // *Materials Science & Engineering A* **701** (2017) 16.
- [15] V.M. Imayev, R.A. Gaisin, R.M. Imayev // *Materials Science & Engineering A* **641** (2015) 71.
- [16] X. Guo, L. Wang, M. Wang, J. Qin, D. Zhang, W. Lu // *Acta Materialia* **60** (2012) 2656.
- [17] R.A. Gaisin, V.M. Imayev, R.M. Imayev // *Letters on Materials* **7(2)** (2017) 186. (in Russian).
- [18] R.A. Gaisin, V.M. Imayev, R.M. Imayev // *Journal of Alloys & Compounds* **723** (2017) 385.
- [19] F. Appel, M. Oehring, J.D.H. Paul // *Advanced Engineering Materials* **8** (2006) 371.
- [20] T.I. Nazarova, V.M. Imayev, R.M. Imayev, R.R. Mulyukov // *The Physics of Metals & Metallography* **117(10)** (2016) 1038.
- [21] V.M. Imayev, R.M. Imayev, T.I. Oleneva, T.G. Khismatullin // *The Physics of Metals & Metallography* **106(6)** (2008) 641.
- [22] V.M. Imayev, T.I. Oleneva, R.M. Imayev, H.-J. Christ, H.-J. Fecht // *Intermetallics* **26** (2012) 91.
- [23] E. Schwaighofer, H. Clemens, S. Mayer, J. Lindemann, J. Klose, W. Smarsly, V. Güther // *Intermetallics* **44** (2014) 128.
- [24] H. Saage, A.J. Huang, D. Hu, M.H. Loretto, X. Wu // *Intermetallics* **17** (2009) 32.
- [25] Z.W. Huang, W. Voice, P. Boven, T.T. Cheng, M.R. Willis, I.P. Jones // *Intermetallics* **7** (1999) 89.
- [26] N.Z. Niu, Y.Y. Chen, F.T. Kong, J.P. Lin // *Intermetallics* **31** (2012) 249.
- [27] S. Bold, M. Oehring, J. Lindemann et al. // *Intermetallics* **58** (2015) 71.

- [28] Y.-W. Kim, D.M. Dimiduk, In: *Structural Intermetallics*, ed. by M.V. Nathal et al. (the Minerals Metals and Materials Society, Pennsylvania, 1997) p. 531.
- [29] C.M. Austin, T.J. Kelly, K.G. McAllister, J.C. Chesnutt, In: *Structural Intermetallics*, ed. by M.V. Nathal et al. (the Minerals Metals and Materials Society, Pennsylvania, 1997) p. 413.
- [30] W. Wang, W. Zeng, C. Xue, X. Liang, J. Zhang // *Materials Science & Engineering A* **603** (2014) 176.

ЦИКЛИЧЕСКАЯ ТРЕЩИНОСТОЙКОСТЬ СОЕДИНЕНИЙ ТИТАНОВОГО СПЛАВА Ti-6Al-4V, ПОЛУЧЕННЫХ ЛИНЕЙНОЙ СВАРКОЙ ТРЕНИЕМ

Р.М. Кашаев^{1,2*}, М.И. Нагимов¹, А.М. Хуснуллин¹

¹ Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, ул. Степана Халтурина 39, 450001, г. Уфа, Россия

² Уфимский государственный авиационный технический университет, ул. Карла Маркса, 12, 450077, Уфа, Россия

*e-mail: rishat@kashaev.ru

Аннотация. Приведены кинетические диаграммы скорости роста усталостной трещины для титанового сплава Ti-6Al-4V с различной структурой: пластинчатой, глобулярной, бимодальной, а также его соединений, полученных линейной сваркой трением. Пластинчатая структура показала более высокую трещиностойкость, чем глобулярная и бимодальная. Циклическая трещиностойкость соединения, полученного линейной сваркой трением сравнима с трещиностойкостью титанового сплава Ti-6Al-4V с пластинчатой структурой. Для сплава с мелкозернистой глобулярной и бимодальной структурами для коэффициента интенсивности напряжений $< (15-20)\text{МПа м}^{0.5}$ скорость роста усталостной трещины в соединении, полученной линейной сваркой трением меньше, чем в основном металле, а для коэффициента интенсивности напряжений $> (15-20)\text{МПа м}^{0.5}$ скорость роста усталостной трещины в сварном соединении приближается к скорости роста трещины в основном металле.

Ключевые слова: циклическая трещиностойкость, линейная сварка трением, титановые сплавы.

1. Введение

При линейной сварке трением две подлежащие сварке заготовки закрепляют в зажимных устройствах сварочной машины и прижимают друг к другу свариваемыми поверхностями с определенным усилием. Одна из заготовок неподвижна, а другой сообщают возвратно-поступательное движение (вибрацию) определенной частоты и амплитуды. В процессе трения в условиях плотного контакта происходит интенсивный разогрев приконтактных слоев материала обеих заготовок, сопротивление деформации металла резко снижается, и пластичный материал выдавливается из стыка с образованием грата. По достижении необходимой степени осадки вибрацию останавливают, генерация тепла прекращается, происходит окончательное формирование твердофазного соединения. Вследствие интенсивной пластической деформации в процессе линейной сварки трением шов имеет мелкозернистую структуру с высокими механическими свойствами [1,2].

Линейная сварка трением перспективна для изготовления блисков (моноколес) газотурбинных двигателей (ГТД), то есть дисков, выполненных как одно целое с лопатками [1,3]. В процессе работы сварное соединение воспринимает воздействие различных силовых факторов. На первое место по силе влияния следует поставить циклический характер нагрузок. С другой стороны, опыт эксплуатации ГТД показывает,

что появления случайных металлургических, технологических или эксплуатационных острых дефектов, приводящих к возникновению трещин, избежать не удастся. Способность сопротивляться развитию трещины соединений, выполненных сваркой трением, имеет большое значение для обеспечения живучести таких конструкций. Поэтому, характеристики циклической трещиностойкости используются при проектировании, а также при эксплуатации ответственных деталей и узлов ГТД.

Таким образом, целью работы является оценка циклической трещиностойкости сварных соединений титанового сплава Ti-6Al-4V с различной исходной структурой: пластинчатой, глобулярной и бимодальной, полученных линейной сваркой трением.

2. Материалы и методика исследования

Материал: горячекатаный пруток из титанового сплава Ti-6Al-4V. Диаметр прутка 120 мм. Структура металла прутка – крупнозернистая пластинчатая с размером исходных β -зерен (0,5-1,5) мм. Для измельчения структуры пруток подвергали изотермической деформации при температуре 920°C. После отжига при температуре 800°C в течении 4 часов и охлаждения с печью сплав имел глобулярную структуру с размером зерен α -фазы около 10 мкм. После осадки на степень деформации 90% с температуры 940°C до 920°C сплав приобрел бимодальную структуру.

Испытания образцов были проведены по схеме трехточечного изгиба на сервогидравлической испытательной машине Schenck при комнатной температуре. Испытания были проведены с частотой нагружения $f=7$ Гц при синусоидальной форме нагружения с коэффициентом асимметрии цикла $R=0,2$. Измерение приращения длины трещины на боковой грани образца проводилось оптическим методом с применением оптического микроскопа и предметного столика микротвердомера ПМТ-3М. Использованы образцы размером 60x11x6 мм. Сварку трением осуществляли на лабораторной установке линейной сварки трением [3,4] по двум режимам. Режим А: частота вибрации – 19 Гц, амплитуда вибрации – 1 мм, время сварки – 9 сек, усилие сварки – 1,4 кН, усилие проковки – 4,4 кН; режим В: частота – 34 Гц, амплитуда - 1 мм, время сварки – 3 сек, усилие сварки и проковки – 1,7кН. Вид образцов показан на Рис. 1. Надрез выполняли на электроискровом станке. Для сварных образцов надрез был ориентирован вдоль сварного шва.



Рис. 1. Образцы титанового сплава Ti-6Al-4V после линейной сварки трением.

Методика обработки результатов испытаний. Для каждого образца по результатам измерений удлинения трещины были получены таблицы, содержащие значения длины трещины l_i (i – номер измерения), расположенные в порядке возрастания и соответствующие им числа циклов нагружения N_i . Затем, определяли скорость роста трещины по формуле:

$$v_i = \frac{l_{i+1} - l_i}{N_{i+1} - N_i},$$

соответствующей средней длине трещины $(l_{i+1} + l_i)/2$.

Для каждой скорости роста трещины по соответствующим значениям максимальной нагрузки P_{max} и средней длины трещины $l = (l_{i+1} + l_i)/2$ определяли наибольшее значение коэффициента интенсивности напряжений (КИН) по формуле [5]:

$$K_{max} = \frac{3 \cdot S \cdot P_{max}}{2 \cdot t \cdot W^2} \sqrt{\pi \cdot l} \cdot F_1(\alpha),$$

где S – расстояние между опорами; t – толщина образца; W – ширина образца; $\alpha = l/W$, $S = 4W$,

$$F_1 = \frac{1,99 - \alpha(1 - \alpha)(2,15 - 3,93 \cdot \alpha + 2,7 \cdot \alpha^2)}{(1 + 2 \cdot \alpha)(1 - \alpha)^{3/2}}.$$

3. Результаты и обсуждение

На основании обработки первичных данных построены кинетические диаграммы скорости роста трещины. Экспериментальные значения скоростей распространения трещин для основного металла титанового сплава Ti-6Al-4V с различной структурой представлены на Рис. 2.

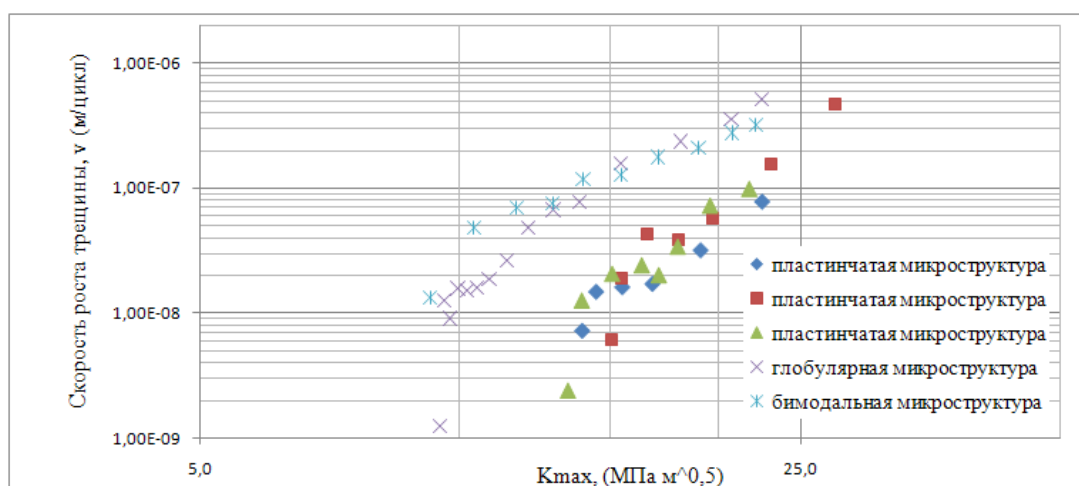


Рис. 2. Влияние типа микроструктуры титанового сплава Ti-6Al-4V на скорость роста усталостной трещины.

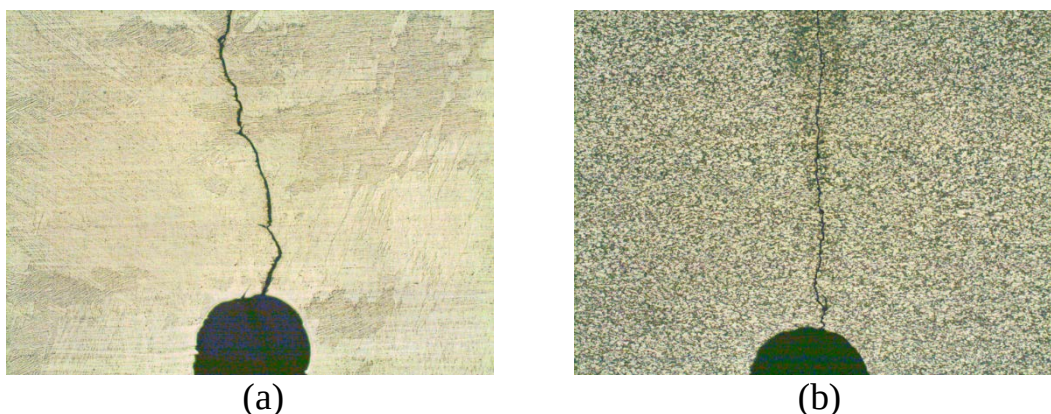
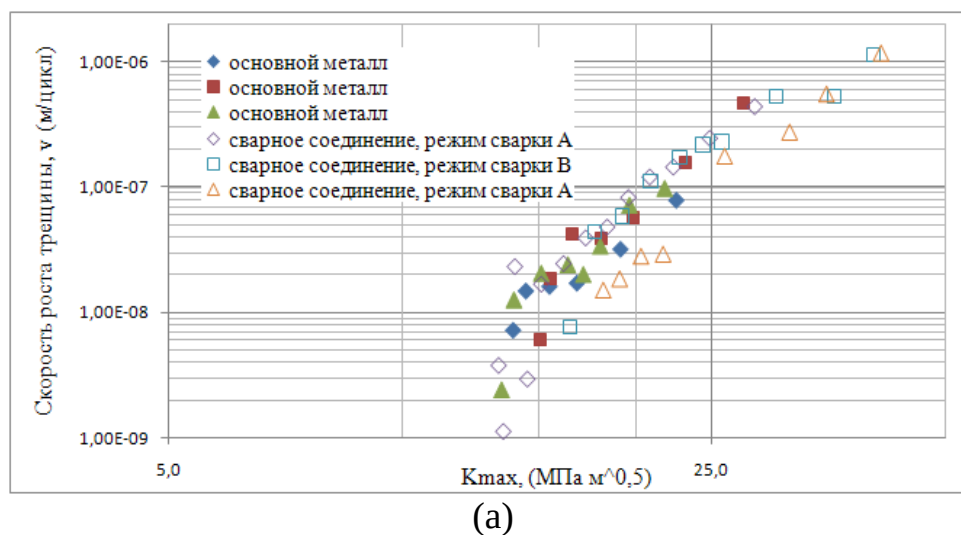
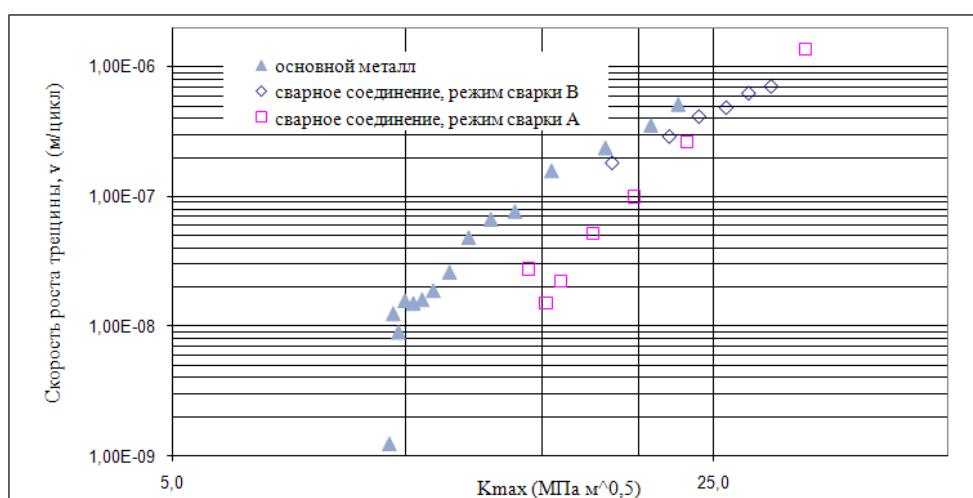


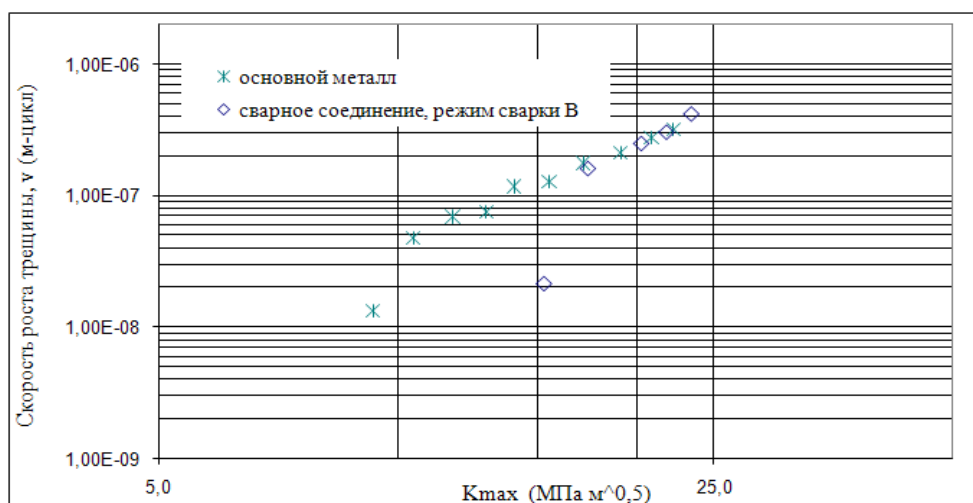
Рис. 3. Развитие трещины в титановом сплаве Ti-6Al-4V в зависимости от типа структуры: (a) пластинчатая, (b) глобулярная. Ширина надреза 0,3 мм.



(a)



(b)



(c)

Рис. 4. Кинетические диаграммы роста трещины усталости сварных соединений титанового сплава Ti-6Al-4V с различной исходной структурой: (a) пластинчатая (b) глобулярная; (c) бимодальная.

Анализ этих данных (Рис. 2) показывает, что изменение типа структуры в результате горячей обработки давлением от крупнозернистой пластинчатой до равноосной глобулярной или бимодальной сдвигает зависимость: «скорость роста трещины v - КИН $K_{\max}$ » в сторону более низких КИН, то есть снижает трещиностойкость титанового сплава Ti-6Al-4V при циклическом нагружении. Например, для $K_{\max}=15\text{ МПа м}^{0,5}$ скорость распространения усталостной трещины при пластинчатой структуре примерно в 10 раз меньше, чем при мелкозернистой. Затруднение распространения трещины в сплаве с крупнозернистой пластинчатой структурой связано с нелинейным направлением развития трещины. Извилистость и вторичное растрескивание вызывают уменьшение скорости роста трещины по сравнению с мелкозернистым металлом (Рис. 3).

На Рис. 4 приведены кинетические диаграммы скорости роста трещины в сварных образцах после линейной сварки трением титанового сплава Ti-6Al-4V с различной исходной структурой.

Сравнение диаграмм скорости роста трещин в титановом сплаве Ti-6Al-4V и в его сварных соединениях, полученных линейной сваркой трением показывает, что для металла с пластинчатой структурой циклическая прочность соединений находится на уровне основного металла (Рис. 4а). Для сплава с мелкозернистой глобулярной (Рис. 4б). и бимодальной структурой (Рис. 4с). для КИН не превышающих (15-20) МПа м^{0,5} скорость развития трещин в сварных соединениях меньше, чем в основном металле, а при КИН превышающем (15-20) МПа м^{0,5} скорость распространения трещин в сварном соединении близка к скорости роста трещины в основном металле. Характер развития трещины в шве, полученном линейной сваркой трением, показан на Рис. 5.

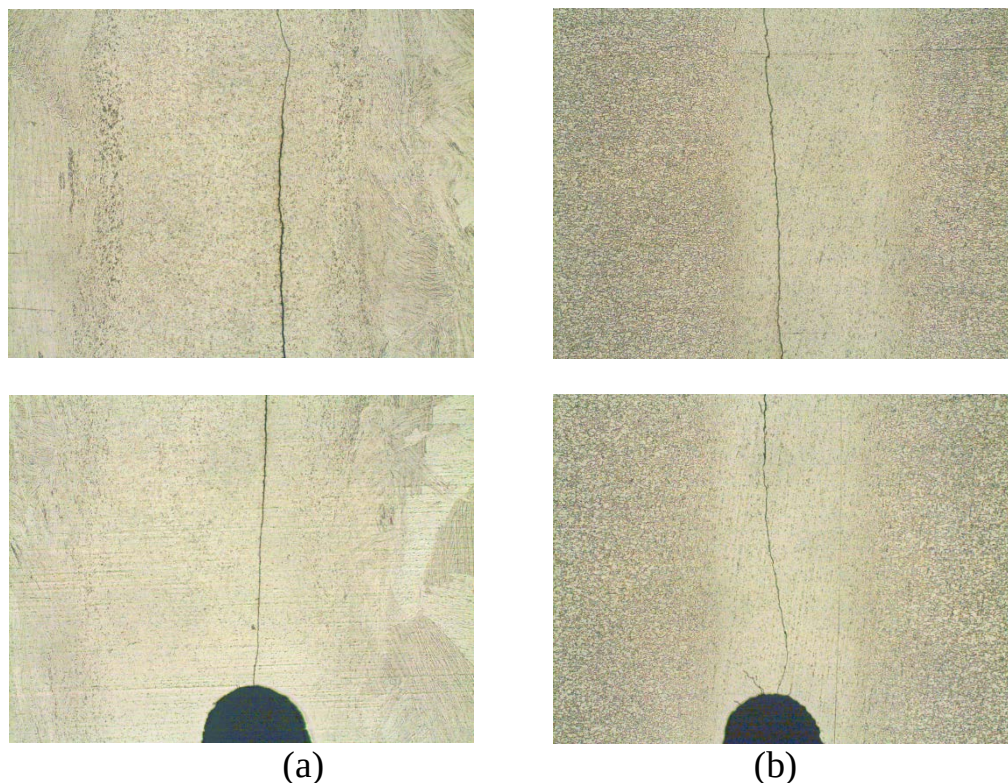


Рис. 5. Развитие трещины в сварном соединении титанового сплава Ti-6Al-4V в зависимости от типа структуры: (а) пластинчатая; (б) глобулярная. Ширина надреза 0,3 мм.

Высокий уровень циклической прочности сварных соединений можно объяснить влиянием текстуры сварного шва, которая формируется в результате высокотемпературной деформации в процессе сварки трением. Известно, что трещины в титановых сплавах наиболее легко распространяются по плоскостям базиса под действием касательных напряжений. В шве, полученном линейной сваркой трением, плоскость базиса располагается перпендикулярно плоскости соединения [6]. На Рис. 5 видно, что в процессе развития трещины происходит ее отклонение от направления надреза и стремление расти вне сварного шва.

Выводы

1. Изменение структуры сплава Ti-6Al-4V от пластинчатой к глобулярной или бимодальной приводит к снижению его циклической трещиностойкости.
2. Циклическая трещиностойкость соединений, выполненных линейной сваркой трением, не уступает трещиностойкости основного металла.

Исследования проведены на базе центра коллективного пользования ИПСМ РАН «Структурные и физико-механические исследования материалов».

Литература

- [1] H. Wilhelm, R. Furlan, K.C. Moloney, *Linear friction bonding of titanium alloys for aeroengine application*. In: Proceedings of the Eighth World Conference on Titanium Held at the International Convention Centre, ed. by P.A. Blenkinsop, W.J. Evans, H.M. Flower (Birmingham, UK, 22-26 Oct. 1995) 620.
- [2] Р.М. Кашаев, А.М. Хуснуллин, В.В. Николаев, *Линейная (вибрационная) сварка трением титанового сплава ВТ9*. В: Неделя металлов в Москве 11-14 ноября 2008 г. (Сборник трудов конференций, М. 2009) 121.
- [3] Р.М. Кашаев, А.М. Хуснуллин, В.В. Николаев // *Газотурбинные технологии* 2 (2009) 24.
- [4] А.М. Хуснуллин, Р.М. Кашаев // *Письма о материалах* 3 (2016) 227.
- [5] Справочник по коэффициентам интенсивности напряжений: В 2-х томах. Т. 1: Пер. с англ. Под ред. Ю. Мураками (Мир, М. 1990).
- [6] M. Karadge, M. Preuss, P.J. Withers, S. Bray // *Materials Science and Engineering: A* 459 (2007) 182.

CYCLIC CRACK RESISTANCE OF LINEAR FRICTION WELDED Ti-6Al-4V ALLOY JOINTS

R.M. Kashaev^{1,2,*}, M.I. Nagimov¹, A.M. Husnullin¹

¹ Institute for Metals Superplasticity Problems RAS, Khalturin St., 450001, Ufa, Russia

² Ufa State Aviation Technical University, 12 Karl Marx St., 450077, Ufa, Russia

*e-mail: rishat@kashaev.ru

Abstract. Kinetic diagrams of the fatigue crack growth rate of Ti-6Al-4V with various structures, namely lamellar, globular, bimodal and its linear friction welds, are presented. The lamellar structure showed a better crack growth resistance than the globular and bimodal structures. Cyclic crack growth resistance of linear friction weld is comparable to that of Ti-6Al-4V titanium alloy with lamellar structure. For an alloy with fine-grained globular and bimodal structures for stress intensity $< (15-20) \text{ MPa m}^{0.5}$, the fatigue crack growth rate in linear friction weld is less than in base metal and for stress intensity $> (15-20) \text{ MPa m}^{0.5}$ crack growth rate in linear friction weld is close to the crack growth rate in base metal.

Keywords: cyclic crack resistance, linear friction welding, Ti-alloys.

References

- [1] H. Wilhelm, R. Furlan, K.C. Moloney, *Linear friction bonding of titanium alloys for aeroengine application*. In: Proceedings of the Eighth World Conference on Titanium Held at the International Convention Centre, ed. by P.A. Blenkinsop, W.J. Evans, H.M. Flower (Birmingham, UK, 22-26 Oct. 1995) 620.
- [2] R.M. Kashaev, A.M. Khusnullin, V.V. Nikolaev, *Linear (vibration) friction welding of titanium alloy VT9*. In: Week of metals in Moscow 11-14 November 2008 (Proceedings of conferences. M. 2009) 121.
- [3] R.M. Kashaev, A.M. Khusnullin, V.V. Nikolaev // *Gas Turbine Technologies* **2** (2009) 24.
- [4] A.M. Khusnullin, R.M. Kashaev // *Letters on materials* **3** (2016) 227.
- [5] *Stress intensity factors handbook. In 2 volumes. T. 1: Trans. with English*. Ed. by J. Murakami (Mir, Moscow, 1990).
- [6] M. Karadge, M. Preuss, P.J. Withers, S. Bray // *Materials Science and Engineering: A* **459** (2007) 182.

ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРЫ НА ДЕФОРМАЦИОННУЮ СПОСОБНОСТЬ СПЛАВОВ СИСТЕМЫ Fe-Cr-Co

А.В. Корзников, Г.Ф. Корзникова*

Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, ул. Ст. Халтурина 39, Уфа, 450001, Россия

*e-mail: korznikova@anrb.ru

Аннотация. Исследовано деформационное поведение двух магнитотвердых сплавов 23X15КТ (Fe-23%Cr-15%Co) и 30X23К (Fe-30%Cr-23%Co) в интервале температур 800-1050°C и скоростей деформации $10^{-1} - 10^{-4} \text{ с}^{-1}$. Установлено влияние двух типов структур – ультрамелкозернистой и пластинчатой ($\alpha+\gamma$ в сплаве 23X15КТ и $\gamma+\sigma$ в сплаве 30X23К) на характеристики сверхпластичности сплавов. При растяжении сплава 30X23К с пластинчатой структурой напряжение течения после 10% деформации плавно снижается, а в сплаве 23X15К, наоборот, деформация идет с упрочнением. Показано, что исследованные сплавы с ультрамелкозернистой структурой проявляют сверхпластическое поведение при деформации в условиях осадки и растяжения в интервале температур 900-950°C и скоростей деформации $10^{-2} - 10^{-4} \text{ с}^{-1}$.
Ключевые слова: сверхпластичность, ультрамелкозернистая структура, магнитотвердые сплавы.

1. Введение

Создание новых и совершенствование существующих узлов и конструкций машин в авиации, ракетной технике, судостроении, приборостроении и других отраслях специального машиностроения, использующих постоянные магниты, связано с повышением требований к их эксплуатационным характеристикам, таким как надежность и долговечность. Это обусловлено, в частности, тем, что увеличение мощности, повышение скоростных и температурных условий работы деталей и узлов современных конструкций, механизмов и машин заставляет их магнитные элементы работать во все более тяжелых условиях – при высоких статических и динамических нагрузках. Поэтому наряду с высокими магнитными характеристиками они должны обладать необходимым комплексом механических свойств: высокой статической и усталостной прочностью, ударной вязкостью, теплостойкостью, износостойкостью и другими характеристиками.

Сплавы системы Fe-Cr-Co относятся к группе деформируемых магнитотвердых сплавов, используемых в широком интервале температур [1]. Существующие технологии получения постоянных магнитов из этих сплавов, в том числе с применением традиционных процессов прессования, прокатки,ковки в сочетании с термической и термомагнитной обработкой в последнее время все меньше справляются с задачами получения заданного высокого уровня механических и эксплуатационных свойств в изделиях ответственного назначения, включая магнитные гирокомпасы. Обработка металлов с применением эффекта сверхпластичности является одним из наиболее передовых, ресурсосберегающих и высокопроизводительных способов производства заготовок деталей, обеспечивающих высокий уровень механических и служебных свойств.

В настоящей работе представлены результаты изучения деформационного поведения двух магнитотвердых сплавов 23X15КТ и 30X23К, отличающихся содержанием легирующих элементов в широком интервале температур и скоростей деформации. Установлено влияние двух типов структур – ультрамелкозернистой микродуплексного типа и пластинчатой ($\alpha+\gamma$ в сплаве 23X15КТ и $\gamma+\sigma$ в сплаве 30X23К) на характеристики сверхпластичности сплавов.

2. Материалы и методы исследования

Исследуемые сплавы имели следующие составы: 23X15КТ - Cr-23%; Co-15%; Ti – 1%; V-0,4% и 30X23К - Cr - 30,5 вес%; Co – 23%; Ti – 0,4%; V-0,4%; Si - 0,4%; ост. - Fe. После горячейковки в интервале температур 1200-1000°C заготовки сплавов закаливали в воде от 1200°C в случае сплава 23X15КТ и 1350°C в случае сплава 30X23К.

Испытания на растяжение и осадку проводили на универсальном динамометре «Инстрон» при температурах 800, 850, 900, 950, 1000 и 1050°C при скоростях деформации $10^{-1} - 10^{-4} \text{ с}^{-1}$. Образцы для деформации вырезали на электроискровом станке. Толщина плоских образцов на растяжение составляла 2 мм. Для испытаний на сжатие использовали образцы диаметром 10 мм. Коэффициент скоростной чувствительности напряжения течения m определяли методом переключения скоростей.

3. Результаты и их обсуждение

Сплавы системы Fe-Cr-Co в зависимости от химического состава в диапазоне 500 - 1300°C имеют различный фазовый состав [2,3]. В сплавах могут присутствовать: высокотемпературная α -фаза, представляющая ОЦК твердый раствор, γ -фаза с ГЦК решеткой, упорядоченная σ -фаза, существующая как равновесная в высоколегированном сплаве 30X23К в интервале температур 700-1100°C, а также изоморфные ($\alpha_1+\alpha_2$)-фазы, которые формируются в процессе спинодального распада при термообработке с понижением температуры от 720 до 520°C для формирования высококоэрцитивного магнитного состояния. Для получения заданного фазового состава в этих сплавах перед отжигом в соответствующей фазовой области необходимо провести закалку из области однофазного α - твердого раствора, которая для сплава 23X15КТ находится выше 1150°C, а для более легированного сплава 30X23К выше 1300°C.

Формирование структуры в сплаве 23X15КТ. Для изучения влияния исходной структуры на деформационное поведение в каждом из сплавов были получены два типа двухфазных структур – пластинчатая и ультрамелкозернистая глобулярная, типа микродуплекс.

При нагреве предварительно закаленного на α - твердый раствор сплава 23X15КТ в интервале температур 750-1250°C, соответствующей на диаграмме состояний области ($\alpha+\gamma$) фаз, в матричных зернах α -фазы выделяется γ -фаза в виде пластинчатых пакетов. В одном зерне α -фазы формируется несколько пластинчатых пакетов, причем в пределах одного пакета все пластины γ -фазы имеют одинаковую ориентировку. Однако такая грубая структура имеет низкую деформационную способность. Как показано в работе [4], использование предварительной холодной деформации позволяет получить более дисперсную пластинчатую структуру. Для получения такой структуры в сплаве 23X15КТ закаленные на однофазный α -твердый раствор заготовки подвергали прокатке при комнатной температуре и затем отжигали при температуре 900°C в течение 30 минут. В результате такой деформационно-термической обработки в сплаве 23X15К формируется ($\alpha+\gamma$) пластинчатая структура, состоящая из пластин γ -фазы со средним линейным продольным и поперечным размерами 4,7 и 1,3 мкм

(рис. 1а). Увеличение дисперсности и однородности структуры связано с тем, что к началу α - γ превращения формируется однородная мелкозернистая структура.

Для получения глобулярной (α + γ) структуры в сплаве 23Х15КТ использовали осадку закаленных на однофазный α -твердый раствор заготовок. Структурные изменения при осадке зависят от температуры, скорости и степени деформации. С увеличением скорости деформации от $0,8 \times 10^{-3}$ до $3,5 \times 10^{-1} \text{ с}^{-1}$ при температуре 950°C и степени деформации растет доля раздробленной и сфероидизированной γ -фазы, а в α -фазе уменьшается размер зерен. Увеличение степени деформации при фиксированной скорости $0,8 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ и температуре 950°C приводит вначале к изгибу пластин γ -фазы, появлению локальных сужений (рис. 1б), затем, при степени деформации 50%, локальные сужения смыкаются и превращаются в цепочку вытянутых искривленных зерен γ -фазы (рис. 1в). Увеличение степени деформации до 70% ведет к увеличению количества раздробленных пластин и формированию сфероидизированных зерен γ -фазы (рис. 1г). Именно такая структура была использована в качестве глобулярной в экспериментах на растяжение.

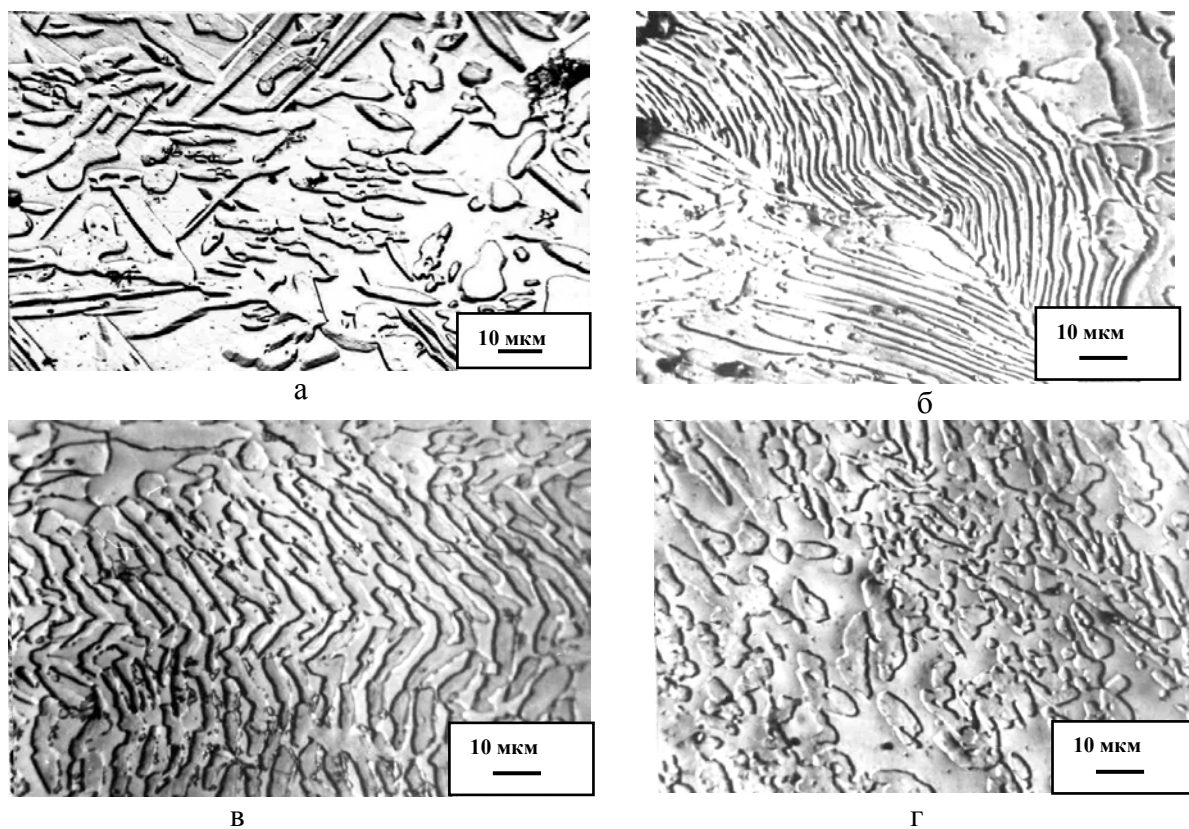


Рис. 1. Микроструктура сплава 23Х15КТ. Образец с пластинчатой структурой, полученный прокаткой при комнатной температуре и отжигом при 900°C (а). Образец после осадки со скоростью $0,8 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ при температуре 950°C , степень деформации 30% - пластины γ -фазы в α -матрице (б), 50% - частично сфероидизированные пластины γ -фазы (в), 70% - сфероидизированные пластины γ -фазы (г).

Формирование структуры в сплаве 30Х23К. При нагреве сплава 30Х23К с исходной структурой α -твердого раствора в интервале температур 700 - 950°C , соответствующей области (σ + γ), образуется пластинчатая структура типа квазиэвтектоид. Для экспериментов на растяжение в сплаве 30Х23К двухфазная (σ + γ)

пластинчатая структура, со средним межпластиночным расстоянием 1 мкм, с одинаковой объемной долей γ - и σ -фаз была получена путем часового отжига, предварительно закаленного на α -твердый раствор сплава при температуре 900 °С (рис 2а). Видно, что структура представляет собой неравномерное распределение пластинчатых колоний γ и σ -фаз со средним расстоянием между пластинами 1 мкм.

Отжиг сплава 30Х23К с исходной структурой α -твердого раствора при температурах 800-1000 °С после предварительной прокатки при комнатной температуре формирует ультрамелкозернистую микродуплексную структуру. Для испытаний на растяжение в сплаве 30Х23К глобулярная ($\sigma+\gamma$) структура с размером зерен обеих фаз около 1 мкм была получена отжигом при 900 °С предварительно прокатанных на 80% при комнатной температуре образцов (рис. 2 б).

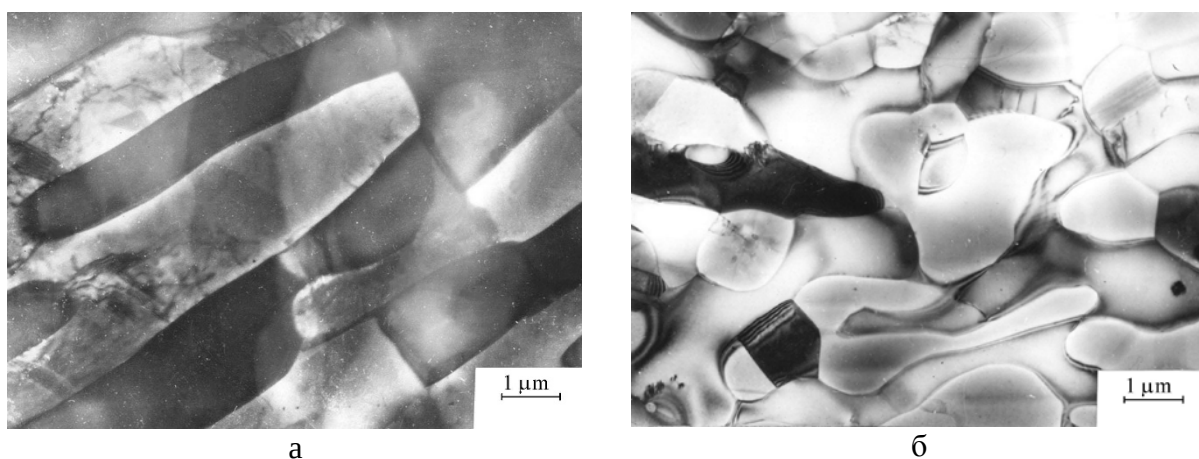


Рис. 2. Микроструктура сплава 30Х23К после отжига при 900 °С. а: образец без деформационной обработки. б: образец, предварительно прокатанный при комнатной температуре.

Необходимо отметить, что при осадке сплава 30Х23К в интервале температур 800-1050 °С и скоростей деформации $1,6 \times 10^{-1} - 1,5 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ удастся так же, как и в сплаве 23Х15КТ, наблюдать типичные признаки постепенной трансформации пластинчатой структуры в зернистую. При этом линейный средний размер зерен σ - и γ -фаз увеличивается с ростом температуры деформации.

Механические свойства сплавов 23Х15КТ и 30Х23К при горячей деформации. Основными признаками сверхпластического течения являются резкое увеличение пластичности, значительное снижение усилий деформации и практическое отсутствие деформационного упрочнения в процессе пластического течения, а также резкая зависимость напряжения течения от скорости деформации. Для выявления признаков сверхпластичности образцы сплавов с пластинчатой и глобулярной структурой были испытаны на растяжение в интервале температур 800-1050 °С и скоростей деформации $1,6 \times 10^{-1} - 1,5 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$. Типичные кривые для обоих сплавов приведены на рис 3. Видно, что в сплаве 23Х15КТ с мелким зерном (рис. 3а, кривая 1) после 25% деформации наступает стадия установившегося течения и деформация идет с постоянным снижением напряжения течения, что характерно для сверхпластического течения. В случае пластинчатой структуры резкое упрочнение наблюдается до 20% (рис. 3а, кривая 2), затем интенсивность упрочнения несколько снижается.

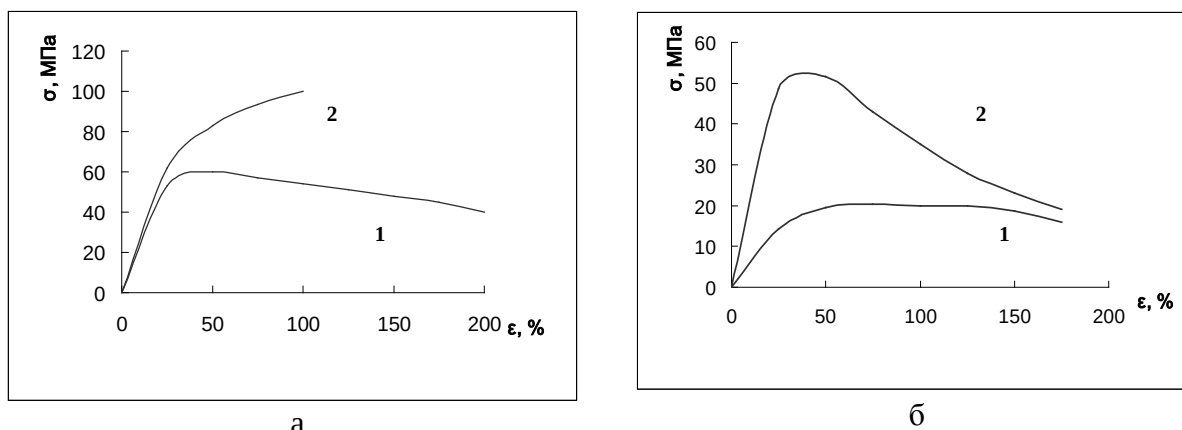


Рис. 3. Кривые «напряжение-деформация» сплавов 23X15КТ (а) и 30X23К (б) с ультрамелкозернистой (1) и пластинчатой (2) структурой при растяжении при 900°C и скорости деформации $\dot{\epsilon} = 1,6 \times 10^{-3} \text{с}^{-1}$.

В сплаве 30X23К с мелкозернистой структурой (рис.3б, кривая 1) стадия установившегося течения наблюдается при степени деформации 50%, и в дальнейшем деформация идет без заметного упрочнения, что свидетельствует о сверхпластическом течении. Для образцов с пластинчатой структурой на кривых напряжение-деформация наблюдается резкое упрочнение до степени деформации 10%, после чего следует плавное снижение напряжения течения до уровня, соответствующего образцам сплава с ультрамелкозернистой структурой (рис. 3б, кривая 2). Коэффициент скоростной чувствительности напряжения течения m повышается с 0,21 до 0,47 при увеличении степени деформации с 10 до 120%. Что свидетельствует о том, что деформация приобретает признаки сверхпластического течения.

Анализ структуры образца сплава 30X23К после деформации показал, что пластинчатая структура полностью трансформировалась ультрамелкозернистую [5]. Ход кривых деформации, подобный демонстрируемому этим сплавом, наблюдали на ряде двухфазных сплавов, имевших близкую исходную пластинчатую структуру и похожие структурные изменения в процессе деформации [6].

Влияние температуры на механические свойства. Данные о влиянии температуры на значения механических свойств сплавов приведены на рис. 4. Видно, что на кривых зависимости относительного удлинения (δ) от температуры испытания сплавов с мелкозернистой структурой имеются максимумы при температуре 900°C для сплава 23X15КТ (рис. 4а) и 950°C для сплава 30X23К (рис. 4б). При этом в сплаве 23X15КТ с пластинчатой структурой относительное удлинение до разрыва плавно возрастает с 45 до 120% при увеличении температуры испытаний от 700 до 1000°C, а в сплаве 30X23К влияние температуры испытаний на относительное удлинение сплава с пластинчатой структурой не столь значительно, и наблюдается лишь слабо выраженный максимум пластичности при 950°C. Напряжения течения (σ) во всех случаях снижаются с ростом температуры. Следует отметить, что в сплаве 23X15КТ с мелким зерном в интервале температур 700-800°C напряжение течения выше, чем у сплава с пластинчатой структурой, а в интервале 800-1000 °C различие уменьшается (рис. 4а).

Испытания на сжатие представляют большой интерес в связи с тем, что эта схема деформации ближе к операциям обработки металлов давлением, которые наиболее эффективно могут быть использованы для изготовления постоянных магнитов из сплавов системы Fe-Cr-Co. Поэтому в работе наряду с испытаниями на растяжение были дополнительно проведены испытания на осадку, несмотря на то, что эти испытания не позволяют однозначно оценить величину пластичности сплава, которая является основной характеристикой при изучении сверхпластичности. Вместе с тем,

переключение скоростей при осадке позволяет определить важнейшую характеристику сверхпластичности - коэффициент скоростной чувствительности напряжения течения m .

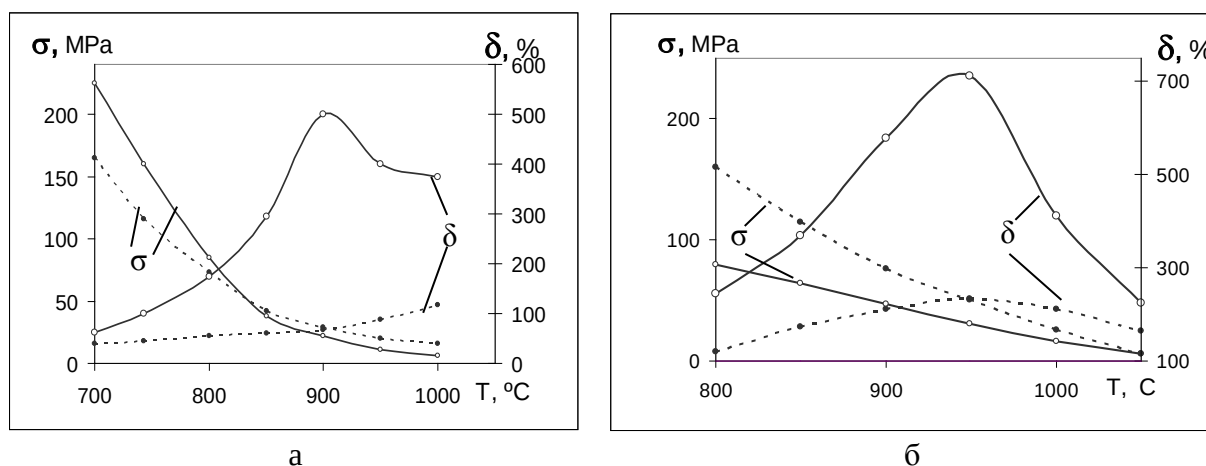


Рис. 4. Влияние температуры на пластичность (δ) и напряжение течения (σ) сплавов 23X15KT (а) и 30X23K (б) при растяжении со скоростью деформации $\dot{\epsilon} = 1,6 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$.

--- пластинчатая структура, ——— ультрамелкозернистая.

Анализ результатов испытаний на осадку сплавов 23X15KT и 30X23K выявил, как и при растяжении, монотонное снижение напряжений течения с увеличением температуры деформации, причем наиболее резкое снижение наблюдается при увеличении температуры с 700 до 900 °C.

Влияние скорости деформации на механические свойства. Другой характерной особенностью сверхпластической деформации является резкая зависимость напряжения течения и удлинения до разрыва от скорости деформации. Существенные различия в свойствах сплавов с мелкозернистой и пластинчатой структурой выявляются и при сравнении скоростной зависимости напряжения течения (рис. 5). В случае ультрамелкозернистой структуры зависимость σ - $\dot{\epsilon}$ имеет характерную сигмоидальную форму с выраженным участком повышенной скоростной чувствительности напряжения течения, соответствующим максимальным значениям относительного удлинения до разрыва δ и коэффициента скоростной чувствительности напряжения течения m как в сплаве 23X15K (рис. 5а), так и в сплаве 30X23K (рис. 5б). Максимальное удлинение в сплаве 23X15KT с ультрамелкозернистой структурой составляет 640% при $T=900^\circ\text{C}$ и $\dot{\epsilon}=1,6 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$. При увеличении и уменьшении скорости деформации до $1,6 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ и $1,6 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ относительное удлинение до разрыва уменьшается до 105 и 440% соответственно.

Аналогичная скоростная зависимость для сплава 30X23K выявила сверхпластическое течение при более высоких температурах и более низких скоростях деформации (рис. 5б). Зависимость относительного удлинения от скорости деформации так же, как и от температуры деформации, носит экстремальный характер лишь для мелкозернистого состояния. Максимальное удлинение, соответствующее температуре 950°C, для состояний с мелкозернистой и пластинчатой структурой при скорости деформации $0,8 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ составляет 810 и 180% соответственно. При этом напряжение течения при степени деформации 20% составляет 16 и 57 МПа соответственно.

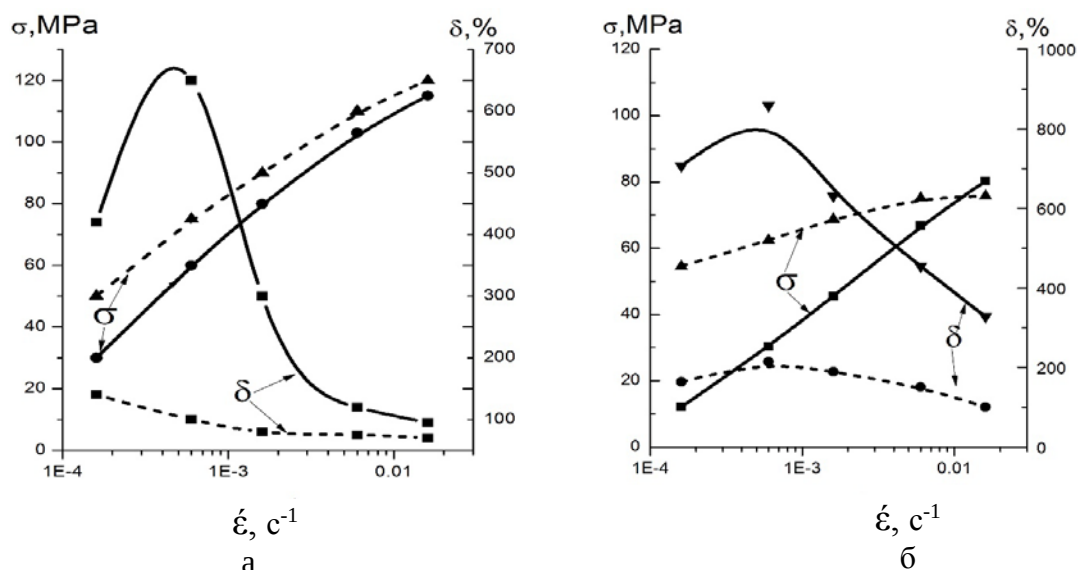


Рис. 5. Влияние скорости деформации ($\dot{\epsilon}$) на пластичность (δ) и напряжение течения (σ) сплавов 23X15КТ при растяжении при 900°C (а) и 30X23К при растяжении при 950°C (б).

- - - пластинчатая структура, ——— ультрамелкозернистая.

Коэффициент скоростной чувствительности напряжения течения. Измерения коэффициента скоростной чувствительности напряжения течения m в сплаве 23X15К при температуре максимальной пластичности 900°C показали, что зависимость m от скорости деформации имеет экстремум для мелкозернистого состояния и меняется линейно в сплаве с пластинчатой структурой при степени деформации 50%. Измерение коэффициента m при деформации 20-100% показали, что он изменяется незначительно и составляет 0,43. Для состояния с пластинчатой структурой коэффициент m при деформации 50% составляет 0,12. Анализ коэффициента скоростной чувствительности напряжения течения m при испытаниях на осадку позволил установить, что оптимальная скорость сверхпластической деформации смещается в область более высоких скоростей деформации по сравнению с растяжением, что подтверждается зависимостью m от скорости деформации при растяжении и осадке.

В более легированном сплаве 30X23К измерения коэффициента скоростной чувствительности напряжения течения m при растяжении при температуре максимальной пластичности 950°C показали, что ее зависимость от скорости деформации имеет экстремальный характер для мелкозернистого состояния. В пределах степени деформации 20-100% коэффициент m меняется незначительно и составляет 0,47, в то время как для пластинчатого состояния значение m возрастает от 0,21 при 20% деформации до 0,42 при 150%. Анализ результатов испытаний на осадку сплава 30X23К с пластинчатой и глобулярной формой зерен позволяет сделать вывод о том, что сверхпластическое течение в обоих случаях протекает одинаково. Об этом свидетельствует и тот факт, что температурная и скоростная зависимости напряжения течения, а также скоростная зависимость коэффициента m отличаются в обоих случаях в пределах 5% абсолютной величины. Максимальное значение $m = 0,47$ наблюдали при осадке со скоростью $0,8 \times 10^{-2}$ с⁻¹, что свидетельствует о том, что оптимальный диапазон скоростей при осадке смещается в сторону более высоких скоростей деформации по сравнению с растяжением.

Структурные изменения при сверхпластической деформации. Основным структурным изменением при сверхпластической деформации сплавов 23X15К и 30X23К с ультрамелким зерном является некоторый рост зерен α -, γ -, σ -фаз, а в сплавах

с исходной пластинчатой структурой – трансформация пластинчатой структуры в глобулярную. Проведенные ранее микроструктурные исследования в сплаве 30X23K с исходной пластинчатой $\gamma+\sigma$ структурой показали, что на ранних стадиях деформации в режиме сверхпластичности в пластинах γ - и σ -фаз формируются поперечные субграницы, в местах выхода которых на межфазную поверхность происходит сфероидизация пластин γ - и σ -фаз [7]. С увеличением степени деформации до 100% процесс дробления пластин заканчивается. В микроструктуре наблюдаются только глобулярные зерна γ - и σ -фаз. В менее легированном сплаве 23X15КТ с пластинчатой структурой в процессе сверхпластической деформации наблюдали аналогичные изменения [4]. Исходная мелкодисперсная пластинчатая структура со средним линейным размером 3,7 и 1,4 мкм трансформировалась после деформации осадкой на 40% при 950°C со скоростью $1,6 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ в глобулярную полиэдрическую со средним размером α - и γ -фаз с размером 2,6 мкм. Увеличение степени деформации до 70% не приводит к росту размера α - и γ -фаз. С увеличением степени деформации до 100% более 40% γ -фазы приобретает глобулярную форму. В целом, все наблюдаемые изменения структуры типичны для сверхпластичных материалов.

4. Выводы

1. Установлено, что сплавы 23X15K и 30X23K с ультрамелким зерном проявляют признаки сверхпластичности при растяжении и осадке в интервале температур 900-950°C и скоростей деформации $10^{-2} - 10^{-4} \text{ с}^{-1}$, причем при смене напряженно-деформированного состояния от линейного растяжения к деформации осадкой оптимальная область сверхпластичности смещается в сторону больших скоростей деформации.

2. Анализ результатов механических испытаний сплавов 23X15K и 30X23K с исходной пластинчатой структурой показал принципиальное различие в механических свойствах сплавов. Так, если в сплаве 23X15K деформация идет с упрочнением, то в сплаве 30X23K после резкого упрочнения до степени деформации 10% напряжение течения плавно снижается до уровня сплава с ультрамелкозернистой структурой, и деформация приобретает признаки сверхпластического течения, выраженные в повышении коэффициента скоростной чувствительности напряжения течения m с 0,21 до 0,47 при увеличении степени деформации с 10 до 120%.

3. Анализ структуры после деформации в температурно-скоростном интервале сверхпластичности показал, что в сплаве 23X15КТ с исходной пластинчатой ($\alpha+\gamma$) структурой происходит частичное дробление и сфероидизация пластин γ -фазы. В то же время в сплаве 30X23K с пластинчатой ($\sigma+\gamma$) структурой происходит ее полная трансформация в зернистую. Основным структурным изменением при сверхпластической деформации сплавов 23X15K и 30X23K с ультрамелким зерном является некоторый рост зерен α -, γ -, σ -фаз.

Исследования проведены на базе центра коллективного пользования ИПСМ РАН «Структурные и физико-механические исследования материалов».

Литература

- [1] М.А. Либман // *Материаловедение* **9** (2010) 58.
- [2] G.F.Korznikova, N.I.Noskova, A.V.Korneva, A.V. Korznikov // *The Physics of Metals and Metallography* **98(1)** (2004) 107.
- [3] Н.Канеко, М. Номма, Н.НакамURA // *IEEE Transactions on Magnetics* **13** (1977) 1325.
- [4] А.В. Корзников, Р.З. Валиев, В.В. Столяров // *Известия ВУЗов Черная металлургия* **11** (1985) 137.

- [5] G.F. Korznikova, Z. Pakiela, A.V. Korznikov, K. J. Kurzydowski // *Solid State Phenomena* **94** (2003) 63.
- [6] О.А. Кайбышев, Р.Я. Лутфуллин, Г.А. Салищев // *Физика металлов и металловедение* **59** (1986) 578.
- [7] A.V. Korznikov, Z. Pakiela, G.F. Korznikova, K. J. Kurzydowski // *Solid State Phenomena* **101-102** (2005) 69.

INFLUENCE OF THE STRUCTURE ON THE DEFORMATION ABILITY OF THE Fe-Cr-Co SYSTEM ALLOYS

A.V. Korznikov, G.F.Korznikova*

Institute for Metals Superplasticity Problems of Russian Academy of Sciences, Ufa

*e-mail: korznikova@anrb.ru

Abstract. The deformation behavior of two hard magnetic alloys 23X15KT (Fe-23% Cr-15% Co) and 30X23K (Fe-30% Cr-23% Co) have been studied in the temperature range 800-1050 °C and strain rates 10^{-1} - 10^{-4} s⁻¹. The influence of two types of structures - ultrafine-grained and lamellar ($\alpha+\gamma$ in the 23X15KT alloy and $\gamma+\sigma$ in the alloy 30X23K) on the superplasticity characteristics of alloys was established. During tensile straining of the 30X23K alloy with a lamellar structure, the flow stress after 10% deformation is gradually decreased, while in the alloy 23X15K, on the contrary, the deformation proceeds with hardening. It is shown that the investigated alloys with an ultrafine-grained structure exhibit superplastic behavior both under tensile straining and upsetting deformation in the temperature range of 900-950°C and deformation rates of 10^{-2} - 10^{-4} s⁻¹.

Keywords: superplasticity, ultrafine-grained structure, hard magnetic alloys.

References

- [1] M.A. Libman // *Materialovedeniye [Materials Science]* **9** (2010) 58. (in Russian).
- [2] G.F. Korznikova, N.I. Noskova, A.V. Korneva, A.V. Korznikov // *The Physics of Metals and Metallography* **98(1)** (2004) 107.
- [3] H. Kaneko, M. Homma, N. Nakamura // *IEEE Transactions on Magnetism* **13** (1977) 1325.
- [4] A.V. Korznikov, R.Z. Valiev, V.V. Stolyarov // *Izvestiya VUZov Chernaya metallurgiya [Universities news. Ferrous Metallurgy]* **11** (1985) 137. (in Russian).
- [5] G.F. Korznikova, Z. Pakiela, A.V. Korznikov, K. J. Kurzydowski // *Solid State Phenomena* **94** (2003) 63.
- [6] О.А. Кайбышев, Р.Я. Лутфуллин, Г.А. Салищев // *Физика металлов и металловедение [The Physics of Metals and Metallography]* **59** (1986) 578. (in Russian).
- [7] A.V. Korznikov, Z. Pakiela, G.F. Korznikova, K.J. Kurzydowski // *Solid State Phenomena* **101-102** (2005) 69.

ЭФФЕКТ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОГО И ПОВТОРНОГО СТАРЕНИЯ НА НАНОСТРУКТУРИРОВАНИЕ И УПРОЧНЕНИЕ ИНТЕНСИВНО ДЕФОРМИРОВАННОГО АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА Д16

М.В. Маркушев*, Е.В. Автократова, Р.Р. Ильясов, С.В. Крымский, О.Ш. Ситдилов

Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, ул. Степана Халтурина 39, г. Уфа, 450001, Россия

*e-mail: mvmark@imsp.ru

Аннотация. Исследовали влияние предварительной и последующей термообработки на структуру и твердость интенсивно деформированного сплава Д16. Закаленный и состаренный при 190°C от 1 до 10 часов сплав подвергли кручению под высоким давлением (КВД) ($N=10$ об., $T_{\text{ком}}$), а затем повторному старению при 100°C до 100 часов. Несмотря на повышение твердости сплава на ~40 HV при старении перед КВД и формирование в состаренном сплаве менее развитой наноструктуры при КВД, чем в предзакаленном, твердость всех состояний после КВД была близка и составила 260 ± 10 HV. Повторное старение оказалось эффективным для всех состояний сплава, кроме состаренного на максимальную твердость, и повысило их твердость на 20-50 HV.

Ключевые слова: алюминиевый сплав, интенсивная пластическая деформация, наноструктура, старение.

1. Введение

Исследования последних десятилетий показали наличие значительного потенциала улучшения служебных свойств традиционных конструкционных металлических материалов за счет разработки и использования новых методов управления их структурно-фазового состояния без изменений химического состава. К наиболее эффективным относят получение наноструктур с размером как минимум одной из основных структурных составляющих или фазовых компонент менее 100 нм [1-3]. Из-за сравнительной простоты и применимости ко всем классам кристаллических материалов, особый интерес вызывает «деформационное» наноструктурирование (НС), основанное на так называемой интенсивной пластической деформации (ИПД).

В настоящее время разработан ряд методов ИПД, получен и изучен широкий спектр НС металлических материалов, проводятся работы по внедрению их в промышленность [1-9]. Однако, несмотря на огромный объем исследований, до сих пор еще во многом не ясны механизмы и факторы, отвечающие за эффективность формирования новых наноразмерных фаз (зерен). К малоизученным вопросам относится также влияние исходного структурно-фазового состояния на структуру и свойства материалов после обработки с ИПД. Применительно к деформируемым алюминиевым сплавам, эти вопросы практически сводятся к выявлению роли вторых фаз. При этом в литературе нет однозначного мнения об их роли. Так, например, в [10,11] утверждается, что введение дисперсных частиц и/или увеличение их объемной доли приводит к получению ИПД структур с меньшим размером и большей долей новых зерен. А в работах [12-14] было показано, что предварительное искусственное старение высокопрочных сплавов с формированием высокой плотности наноразмерных

выделений упрочняющих фаз, напротив, может полностью подавить развитие динамических рекристаллизационных процессов и, соответственно, наноструктурирование их матрицы, что может оказывать существенное влияние на механические свойства.

Для дисперсионно-твердеющих алюминиевых сплавов актуальным вопросом также является эффективность использования в обработке с ИПД повторного старения [15]. Помимо формирования новых границ раздела и изменения плотности дислокаций, вызывающих изменение прочности сплавов в соответствии с соотношениями Холла-Петча [16,17] и Бейли-Хирша [18], их механические свойства после повторного старения могут заметно меняться в результате изменений вкладов твердорастворного упрочнения и дисперсионного твердения по механизмам Лабуша и Флейшера [19,20], а также Мота и Орована [21], соответственно. Хотя сам по себе вклад твердорастворного упрочнения в прочность ИПД наноструктурных материалов обычно небольшой, и по некоторым оценкам не превышает 10-15% [22,23], атомы растворенных легирующих элементов в пересыщенном алюминиевом твердом растворе могут обеспечить заметное последеформационное упрочнение путем образования новых выделений упрочняющих фаз [24-26]. При этом их формирование во время старения после ИПД будет проходить иначе, чем в недеформированной матрице: более гетерогенно, с большей интенсивностью и с измененной стадийностью распада твердого раствора [27-30], обусловленных большой протяженностью новых границ кристаллитов и дефектностью строения их тела и границ, а также одновременным активным прохождением процессов возврата и рекристаллизации [29-35]. Поэтому определение оптимальных режимов повторного старения является комплексной задачей, требующей четкого физического понимания природы процессов преобразования ИПД структуры и их температурно-временных параметров, обеспечивающих упрочнение либо разупрочнение материалов.

Цель работы – исследовать феноменологию и природу влияния предварительного и повторного старения на наноструктурирование и твердость среднепрочного алюминиевого сплава Д16, подвергнутого ИПД.

2. Материал и методы эксперимента

Материалом исследования служил промышленный горячепрессованный прутки сплава Д16 стандартного химического состава (Al-4.4Cu-1.4Mg-0.7Mn, вес.%). Образцы для исследований в форме диска диаметром 20 и толщиной 2 мм, вырезанные из прутка поперек его оси, сначала закаливали в воду с температуры 505°C, затем часть из них искусственно старили от 1 до 10 часов при 190°C. ИПД реализовали кручением под высоким давлением (КВД) на наковальне Бриджмена (10 оборотов под давлением 6 ГПа) при комнатной температуре. Образцы сплава деформировали в закаленном, недостаренном (после 1, 2 и 5 часов старения) и состаренном на максимальную твердость (после 10 часовой выдержки) состояниях. Повторное старение ИПД сплава проводили при температуре 100 °C и выдержке до 100 часов.

Структуру сплава анализировали на просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) JEOL 2000EX. Объекты для ПЭМ исследований получали электролитической полировкой на приборе TenuPol-5 при -28°C в 20% растворе HNO₃ в CH₃OH. Микротвердость определяли на приборе ИТВ-1-М при нагрузке 1 Н. Твердость и структуру сплава исследовали на середине радиуса диска. Погрешность измерения всех параметров структуры и твердости не превышала 5% при доверительной вероятности 0.9.

3. Результаты и обсуждение

Исходный горячепрессованный пруткок сплава Д16 после закалки имел преимущественно грубоволокнистую, частично рекристаллизованную структуру (толщина волокон ~ 100 - 200 мкм, размер зерна ~ 5 мкм, субзерна ~ 2 мкм) (см. более подробно в [29,30]). По границам волокон и зерен располагались грубые частицы избыточных и примесных фаз, а в их теле – вытянутые вдоль направления прессования выделения Т-фазы ($\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$) (Рис. 1а и б). По данным ПЭМ средняя длина и толщина таких частиц была 330 и 70 нм, соответственно, а плотность доходила до 4×10^2 мкм $^{-3}$. При последующем старении, вследствие распада предварительно пересыщенного Cu и Mg алюминиевого твердого раствора, в дополнение к этим фазам сначала выделялись зоны Гинье-Престона-Багаряцкого, которые с увеличением длительности старения трансформировались в метастабильные пластинчатые выделения S'-фазы (Al_2CuMg). При этом длина выделений увеличивалась интенсивнее, чем их толщина, и после 10-ти часовой выдержки средние размеры достигали 205×8 нм при плотности 3 - 4×10^3 мкм $^{-3}$ (Рис. 1г и д).

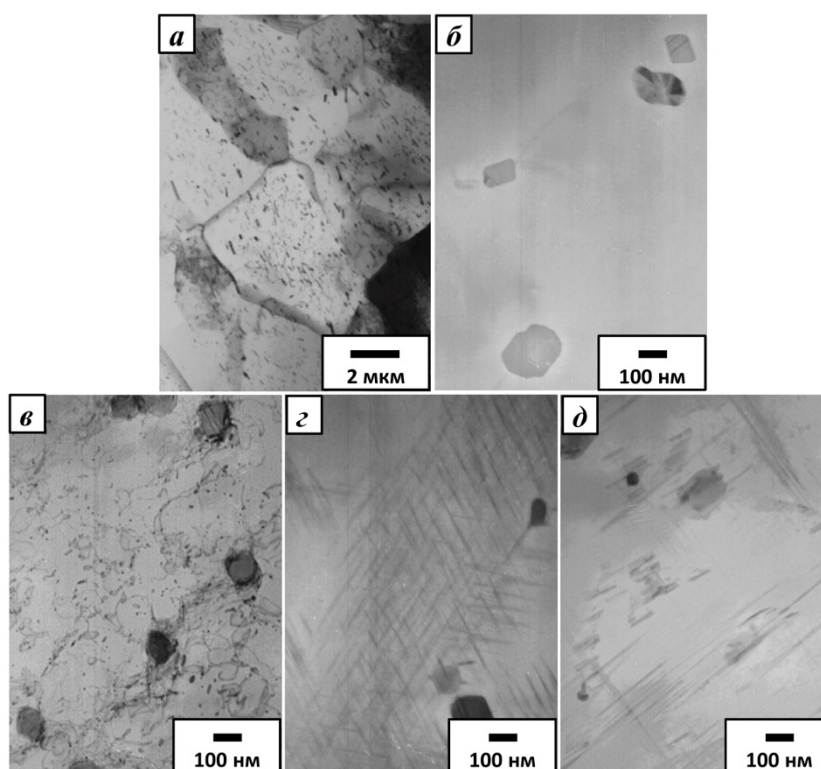


Рис. 1. ПЭМ структура закаленного (а и б) и состаренного при 190°C в течение 1 (в), 5 (г) и 10 (д) часов прутка сплава; а – продольное сечение, б-г - поперечное сечение.

Грубые частицы – выделения Т-фазы, тонкие пластинчатые частицы – S-фазы.

Из вида дифрактограмм и светлопольных ПЭМ изображений следует (рис. 2), что в процессе КВД все исходные состояния сплава приобретали однотипную фрагментированную наноструктуру (под фрагментами понимали области кристалла, отделенные от соседних как малоугловыми, так и большеугловыми границами). При этом, судя по однородности и равномерности ПЭМ контраста, полученного, в том числе и от границ фрагментов, наноструктура была наиболее дисперсная (развитая) в предзакаленном сплаве, в матрице которого присутствовали лишь неперерезаемые дислокациями выделения Т-фазы (Рис. 2а) (размер фрагментов составил ~ 75 нм). Обращает на себя внимание также и то, что вблизи этих фаз наблюдались наноразмерные

фрагменты со специфическим контрастом, часто аттестуемые как, например в [7,9], сильнодеформированные нанозерна с неравновесными большеугловыми границами (БУГ) (Рис. 2д-з). Причем такие кристаллиты не были единичны и формировали области (колонии) в «окружении» частиц Т-фазы. Этот факт свидетельствует о том, что данные частицы активно участвовали в наноструктурировании матрицы при ИПД, как минимум образовывали вблизи них дислокационные скопления и активизировали локальные развороты решетки с последующей трансформацией в новые зерна по механизму прерывистой динамической рекристаллизации. Кроме того, формирование новых зерен, видимо, осуществлялось и по механизму непрерывной рекристаллизации, связанной с образованием разориентированных областей (фрагментов) и трансформацией их границ в БУГ.

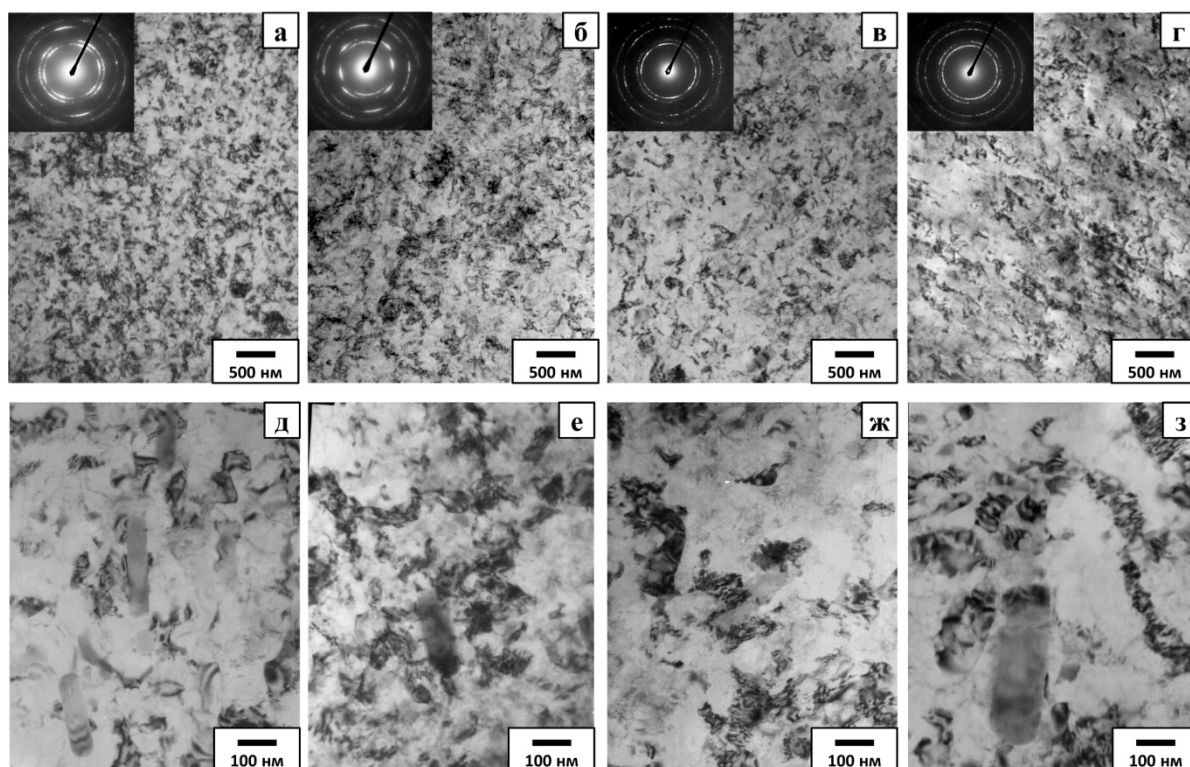


Рис. 2. ПЭМ структура предварительно закаленного (а, д) и состаренного при 190°C в течение 1 (б, е), 5 (в, ж) и 10 (г, з) часов КВД сплава. (плоскость кручения).

С формированием и ростом выделений S-фазы в исходных состаренных заготовках равномерность ПЭМ контраста и дисперсность наноструктуры уменьшались. Это выражалось, прежде всего, в увеличении размеров и доли разориентированных областей с увеличением длительности предварительного старения (Рис. 2 б-г). При этом, вблизи частиц Т-фазы размеры этих областей и составляющих их наноразмерных зерен и субзерен становились меньше, вплоть до формирования лишь отдельных кристаллитов в объеме состаренного в течение 10 часов сплава (Рис. 2г). Таким образом, с увеличением длительности старения доля наноструктуры уменьшалась и вместо фрагментов в развивающейся структуре все больше фиксировались скопления дислокаций высокой плотности. В результате, в состаренных состояниях формировалась менее разориентированная, но более однородная деформационная структура, отличающаяся более равномерным распределением дислокаций, ячеек и дислокационных границ (Рис. 2г). Природа такого поведения сплава также обусловлена взаимодействием решеточных дислокаций с частицами. Только в случае состаренных состояний -

преимущественно с выделениями основной упрочняющей фазы, имеющими характерную пластинчатую форму, наноразмеры, специфическое строение межфазной границы и на порядок большую плотность. Принято считать, что основная роль таких частиц - выступать в качестве стопоров движения дислокаций и способствовать упрочнению сплава [1-4]. В данном же случае, они выполняли еще одну важную роль – гомогенизировали макро- и микропластическую деформацию и, соответственно, способствовали уменьшению локальных концентраций дефектов/напряжений и сохранению сплошности заготовки. Однако повышение плотности выделений при старении и связанное с этим затруднение перераспределения дефектов при ИПД отрицательно сказались на процессах как прерывистой, так и непрерывной динамической рекристаллизации. Прежде всего, был затруднен динамический возврат, контролирующий интенсивность преобразования дислокационной структуры в зеренную. С повышением длительности старения, перестройка дислокационных структур при КВД усложнялась, в том числе и вследствие увеличения количества неперерезаемых частиц за счет роста выделений S-фазы. При этом из-за малых межчастичных расстояний, такие выделения не могли играть роль мест «стимулированного» (гетерогенного) зарождения новых зерен.

Оценка микротвердости показала, что в исходно закаленном состоянии сплав имел твердость около 125 HV, которая в процессе старения возрастала и после 10 часов достигала 165-170 HV (Рис. 3а). Такое поведение обеспечивали два основных процесса. Прежде всего, закалка, приводившая к твердорастворному упрочнению за счет фиксации пересыщенного Mg и Cu алюминиевого твердого раствора. Затем старение, при котором, с одной стороны, сплав разупрочнялся из-за уменьшения легированности матрицы вследствие распада алюминиевого твердого раствора, но с другой, одновременно и упрочнялся за счет дисперсионного твердения, обусловленного образованием и ростом зон и выделений S'-фазы. При выдержках до 5 часов эффект дисперсионного твердения был незначительным и лишь компенсировал потери твердорастворного упрочнения. При старении же на максимальную прочность вклад дисперсионного твердения был заметно больше, что выразилось в приросте твердости сплава на 40-50 единиц.

Судя по данным на рис. 3а, упрочнение сплава при ИПД было неодинаковым по величине и определялось степенью гетерогенности его исходной структуры. В соответствии с данными структурных исследований, наибольшее упрочнение было связано с формированием наиболее дисперсной наноструктуры, что продемонстрировал предзакаленный сплав. С увеличением же длительности старения, прирост твердости при ИПД уменьшался. Вместе с тем, обращает на себя внимание то, что независимо от исходной твердости и разницы в формирующейся структуре, абсолютный уровень твердости всех состояний после ИПД был близок. Природа такого поведения не может быть объяснена особенностями наноструктурного строения матрицы, описанными выше, как и эффектом наноразмерных выделений вторых фаз. Вероятно, его причины объясняются процессами, протекающими на более тонком уровне – на уровне взаимодействия дислокаций с кластерами, содержащими атомы Cu и Mg – фрагментами зон и метастабильных фаз, формирующимися при ИПД. Такая точка зрения была высказана и обоснована в работе [37], а представленные в настоящем исследовании результаты сопоставительного анализа структуры и механических свойств выступают в ее поддержку.

При повторном старении сплав практически во всех ИПД состояниях дополнительно упрочнялся, за исключением состаренного на максимальную твердость, изменение твердости которого находилось в пределах ошибки измерений (рис. 3б). Предзакаленный и недостаренный сплав демонстрировал упрочнение 15-35 HV, которое преимущественно реализовывалось в интервале выдержек до 50 часов. Наибольшая

твердость наблюдалась в исходно закаленном состоянии после 50-ти часового повторного старения и была зафиксирована на уровне чуть меньше ~ 300 HV, являясь рекордной для ИПД обработанных дисперсионно-твердеющих алюминиевых сплавов промышленных композиций.

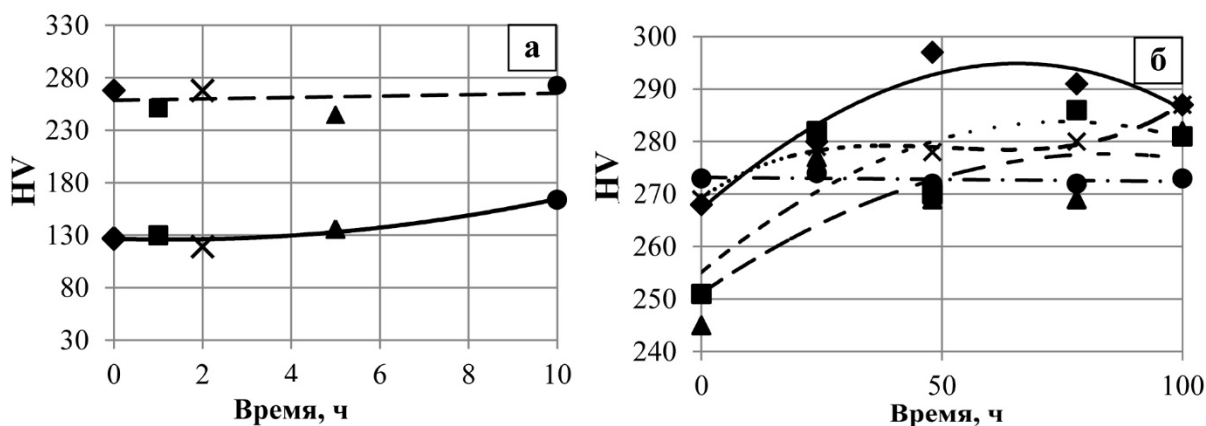


Рис. 3. Зависимости твердости сплава от времени предварительного при 190°C (а) и повторного при 100°C старения (б).

На (а) одинаковыми символами обозначена твердость сплава после закалки (♦) и старения (■, x, ▲ и ●) с соответствующей выдержкой (—), и последующего КВД (---); на (б) символы и твердость при нулевой выдержке соответствуют режимам предварительной термообработки и твердости состояний сплава после КВД на рис. а

Природу упрочнения при старении сплава Д16, подвергнутого ИПД, авторы изучали в предыдущих работах [29,30] после обработки, включавшей предварительную закалку и криогенную прокатку. Было показано, что в сильно деформированном сплаве, даже без формирования нанокристаллической структуры, изменяется стадийность и кинетика распада алюминиевого твердого раствора, а также природа и морфология его продуктов. При этом новые межкристаллитные границы, формирующиеся при прокатке, являлись местами преимущественного зарождения выделений, а увеличение скорости диффузии вдоль границ фрагментов и дислокационных трубок обеспечивало большую скорость коагуляции частиц, приводившей к более крупным и компактным выделениям вторичных упрочняющих фаз. С другой стороны, более быстрое обеднение твердого раствора и укрупнение продуктов распада способствовало ускорению процессов возврата и более быстрому формированию равновесной (суб)зеренной структуры при последеформационном отжиге в результате развития процессов полигонизации и статической рекристаллизации. Последние, в свою очередь, оказывали влияние на размеры, форму и природу продуктов распада. В частности, в областях, где проходила рекристаллизация, вместо ожидаемых пластинчатых выделений S-фазы наблюдали крупные компактные выделения θ -фазы.

Все вышесказанное может быть отнесено и к наблюдаемому в настоящей работе поведению сплава при использовании метода КВД для его наноструктурирования. Так из данных на рис. 2 и 3 следует, что дислокационная структура, формирующаяся в недостаренных состояниях, обеспечивает несколько меньшую скорость упрочнения при повторном старении, чем наноструктура, формирующаяся в предварительно закаленном сплаве.

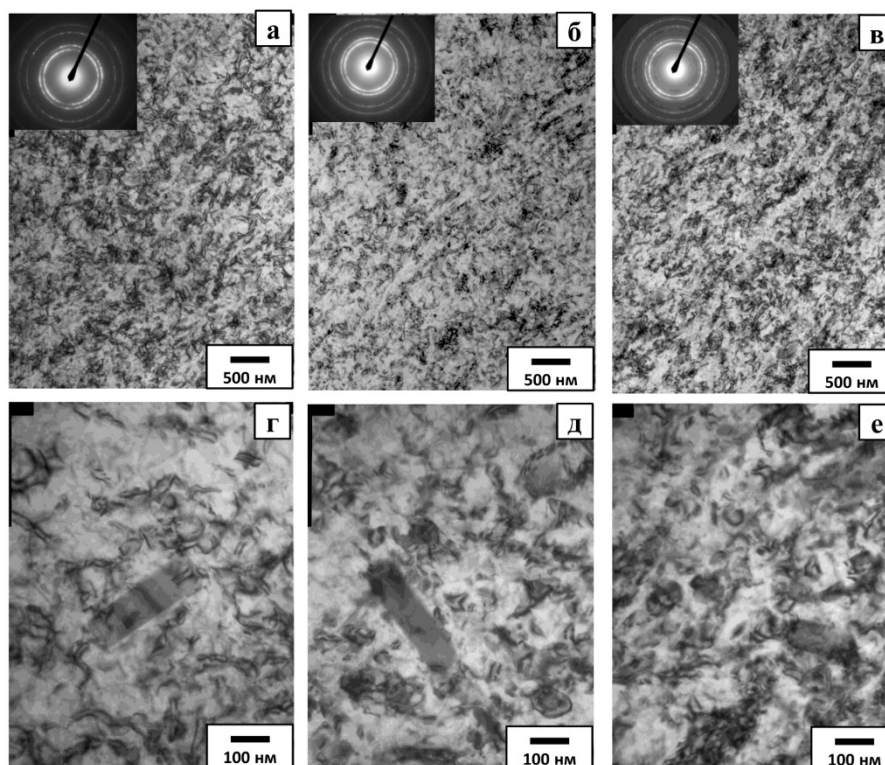


Рис. 4. ПЭМ структура сплава после КВД и повторного старения при 100°C длительностью 100 часов: предварительно закаленный (а,г), состаренный при температуре 190°C в течении 1 часа (б,д) и 10 часов (в,е) (плоскость кручения).

Одна из причин, видимо, заключается в том, что более разориентированная и равновесная ИПД структура обеспечивала более быстрый и однородный распад твердого раствора и более интенсивное формирование выделений упрочняющих фаз. Хотя при этом, основным фактором все же следует считать различную пересыщенность алюминия легирующими элементами к моменту завершения КВД. Судя по полученным данным, эта пересыщенность соответствовала достигнутой на стадии предварительной термообработки и при КВД не претерпевала значительных изменений. Из этого следует вывод о том, что при КВД не имели место значимые процессы динамического старения или растворения выделений упрочняющих фаз.

Последующее разупрочнение сплава при повторном старении более 50 часов было вызвано развитием процессов возврата и рекристаллизации. Об этом же свидетельствовал ПЭМ анализ структуры исходно закаленного и состаренного 1 и 10 часов сплава после КВД и 100 часового отжига при 100°C (Рис. 4). Во всех указанных состояниях при повторном старении деформационная структура трансформировалась в более однородную и равновесную наноструктуру с формированием по всему объему новых равноосных нанокристаллитов с более четким экстинционным ПЭМ контрастом. Наиболее активно данный процесс протекал в состаренном на максимальную твердость сплаве с наиболее крупными выделениями перед КВД (рис. 4е). Одновременно качественно изменялись и дифрактограммы: азимутальное размытие рефлексов, характерное для ИПД состояний (рис. 2 а-г), заменялось кольцевым (рис. 4 а-в), также свидетельствуя об активном развитии при повторном старении статического возврата и рекристаллизации.

5. Выводы

1. Установлено, что при КВД предварительно закаленного сплава Д16 формировалась сравнительно однородная нанокристаллическая структура матрицы со средним размером кристаллитов (зерен и фрагментов) ~ 75 нм и высокой плотностью решеточных дислокаций. Предварительная упрочняющая термообработка (закалка и старение при 190°C) сплава приводила к формированию менее дисперсной и однородной наноструктуры, в которой с увеличением длительности старения до 10 часов увеличивалась доля нерекристаллизованных областей, состоящих из сильно наклепанных фрагментов исходных зерен (волокон).

2. Выделение в процессе предварительного старения метастабильной S'-фазы в исходной структуре сплава Д16 затрудняет протекание динамической рекристаллизации и формирование нанокристаллической структуры матрицы даже при больших степенях ИПД. Причина - увеличение плотности пространственного распределения частиц и соответствующее уменьшение межчастичного расстояния, ведущего к повышению однородности дислокационного скольжения и подавлению динамического возврата.

3. Несмотря на более высокую твердость сплава в предварительно состаренных состояниях, наибольшую твердость – около 270 HV демонстрировал предварительно закаленный КВД сплав вследствие формирования в нем наиболее однородной и дисперсной наноструктуры матрицы. При этом твердость всех состаренных состояний после КВД была меньше, достигая минимума около 240 HV после 5-ти часового старения.

4. Повторное старение при 100°C приводило к дополнительному (до 50 HV) упрочнению всех ИПД состояний сплава, за исключением предварительно состаренного на максимальную твердость. Наибольший прирост и абсолютные значения твердости (чуть меньше 300 HV) были зафиксированы в исходно закаленном сплаве после ИПД и 50-ти часового старения. При более длительных выдержках (до 100 часов) во всех исследованных состояниях фиксировался приблизительно одинаковый уровень твердости – около 275 ± 10 HV.

5. Развитие процессов статического возврата и рекристаллизации при повторном старении приводило к формированию новых наноразмерных кристаллитов во всех структурных состояниях сплава. При этом наиболее активно эти процессы протекали в состоянии, предварительно состаренном на максимальную твердость, что и явилось одной из причин его незначительного разупрочнения при длительном старении.

6. Большая пересыщенность твердого раствора и однородность деформационной наноструктуры в предварительно закаленном сплаве обеспечивают в совокупности большую скорость его упрочнения при повторном старении, чем недостаренных состояний сплава. Одна из причин заключается в том, что такая матрица обеспечивает более быстрый и однородный распад твердого раствора и более интенсивное формирование выделений упрочняющих фаз.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (проект №16-19-10152). Исследования проведены на базе центра коллективного пользования ИПСМ РАН «Структурные и физико-механические исследования материалов».

Литература

- [1] Н.П. Лякишев // *Технология легких сплавов* **3** (2006) 40.
- [2] Р.А. Андриевский, А.М. Глезер // *Успехи физических наук* **179** (2009) 337.
- [3] В.И. Елагин // *Технология легких сплавов* **2** (2008) 6.
- [4] В.В. Рыбин, *Большие пластические деформации и разрушение материалов* (Металлургия, М., 1986).

- [5] В.М. Сегал, В.И. Резников, В.И. Копылов и др., *Процессы пластического структурообразования металлов* (Навука и техника, Минск, 1994).
- [6] T. Lowe, Y.T. Zhu // *Advanced Engineering Materials* **5** (2003) 373.
- [7] Р.З. Валиев, И.В. Александров, *Объемные наноструктурные металлические материалы: получение, структура и свойства* (Академкнига, М., 2007).
- [8] Р.Р. Мулюков, Р.М. Имаев, А.А. Назаров и др., *Сверхпластичность ультрамелкозернистых сплавов: эксперимент, теория, технологии* (Наука, М., 2014).
- [9] R.Z. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita, T.G. Langdon, M.J. Zehetbauer, Y. Zhu // *The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society (TMS)* **68** (2016) 1216.
- [10] M.Kh. Rabinovich, M.V. Markushev, M.Yu. Murashkin // *Materials Science Forum* **243** (1997) 591.
- [11] C.Y. Barlow, N. Hansen, Y.L. Liu // *Acta Materialia* **50** (2002) 171.
- [12] М.В. Маркушев, С.В. Крымский, М.Ю. Мурашкин // *Вестник Тамбовского Университета. Серия: Естественные Технические Науки* **18** (2013) 1974.
- [13] S.V. Krymskiy, O.Sh. Sitdikov, M.V. Markushev // *AIP Conference Proceedings* **1785** (2016) 040030.
- [14] M.V. Markushev, Yu.L. Burdastykh, S.V. Krymskiy, O.Sh. Sitdikov // *Letters on Materials* **7** (2017) 101.
- [15] I.F. Mohamed, Y. Yonenaga, S. Lee, K. Edalati, Z. Horita // *Materials Science and Engineering: A* **627** (2015) 111.
- [16] E.O. Hall // *Proceedings of the Physical Society B* **64** (1951) 747.
- [17] N.J. Petch // *Journal of the Iron and Steel Institute* **174** (1953) 25.
- [18] J.E. Bailey, P.B. Hirsch // *Philosophical Magazine* **5** (1960) 485.
- [19] R.L. Fleischer // *Acta Metallurgica* **11** (1963) 203.
- [20] R. Labusch // *Physica Status Solidi* **41** (1970) 659.
- [21] М. И. Гольдштейн, В. С. Литвинов, Б. М. Бронфин, *Металлофизика высокопрочных сплавов* (Металлургия, М., 1986).
- [22] K. Edalati, D. Akama, A. Nishio, S. Lee, Y. Yonenaga, J.M. Cubero-sesin, Z. Horita // *Acta Materialia* **69** (2014) 68.
- [23] A. Deschamps, F. De Geuser, Z. Horita, S. Lee, G. Renou // *Acta Materialia* **66** (2014) 105.
- [24] Y.H. Zhao, X.Z. Liao, Z. Jin, R.Z. Valiev, Y.T. Zhu // *Acta Materialia* **52** (2004) 4589.
- [25] K. Ohashi, T. Fujita, K. Kaneko, Z. Horita, T.G. Langdon // *Materials Science and Engineering: A* **437** (2006) 240.
- [26] K. Ma, H. Wen, T. Hu, T.D. Topping, D. Isheim, D.N. Seidman, E.J. Lavernia, J.M. Schoenung // *Acta Materialia* **62** (2014) 141.
- [27] J. Kaneko // *Journal of Japan Institute of Light Metals* **27** (1977) 384.
- [28] A. Cerri, P. Leo // *Materials Science and Engineering: A* **226** (2005) 410.
- [29] S.V. Krymskiy, O.Sh. Sitdikov, E.V. Avtokratova, M.Yu. Murashkin, M.V. Markushev // *Reviews on Advanced Materials Science* **31** (2012) 145.
- [30] S.V. Krymskiy, E.V. Avtokratova, O.Sh. Sitdikov, M.V. Markushev // *Letters on Materials* **1** (2012) 45.
- [31] F.J. Humphreys, M. Hatherly, *Recrystallization and related annealing phenomena* (Elsevier, Oxford, 2004).
- [32] G. Sha, Y.B. Wang, X.Z. Liao, Z.C. Duan, S.P. Ringer, T.G. Langdon // *Acta Materialia* **57** (2009) 3123.
- [33] M.V. Markushev // *Physics of Metals and Metallography* **108** (2009) 43.
- [34] M.V. Markushev // *Physics of Metals and Metallography* **108** (2009) 161.
- [35] K. Edalati, D. Akama, A. Nishio, S. Lee, Y. Yonenaga, J.M. Cubero-sesin, Z. Horita // *Acta Materialia* **69** (2014) 68.

- [36] R. Pippan, S. Scheriau, A. Taylor, M. Hafok, A. Hohenwarter, A. Bachmaier // *Annual Review of Materials Research* **40** (2010) 319.
- [37] Y. Chen, N. Gao, G. Sha, S.P. Ringer, M.J. Starink // *Materials Science and Engineering: A* **627** (2015) 10.

EFFECT OF AGING AND RE-AGING ON NANOSTRUCTURING AND STRENGTHENING OF SEVERELY DEFORMED ALUMINUM ALLOY

M.V. Markushev*, E.V. Avtokratova, R.R. Ilyasov, S.V. Krymskiy, O.Sh. Sitdikov

Institute for Metals Superplasticity Problems of RAS, 39 St. Khalturin, Ufa, 450001, Russia

*e-mail: mvmark@imsp.ru

Abstract. The effect of preliminary and post-deformation heat treatment on structure and hardness of severely deformed aluminum alloy D16 was investigated. Pre-quenched and aged at 190 °C from 1 to 10 hrs alloy was subjected to high pressure torsion (HPT) (N=10 turns, P=6 GPA, T=20 °C), and then to re-aging at 100 °C up to 100 hrs. Despite of ~40 HV increase in the alloy hardness at aging before HPT and also reduction in development of the nanostructure under HPT, hardness of all deformed conditions was close and reached 260±10 HV. It was found that re-aging was quite effective for all the alloy states, except peak-aged one, to increasing their hardness on 20-50HV with maximum after 50 hrs in pre-quenched alloy. The nature of the alloy structural and mechanical behavior was discussed in detail.

Keywords: aluminum alloy, severe plastic deformation, nanostructure, aging.

References

- [1] N.P. Lyakishev // *Technology of light alloys* **3** (2006) 40. (in Russian).
- [2] R.A. Andrievskiy, A.M. Glezer // *Advances in physical Sciences* **179** (2009) 337. (in Russian).
- [3] V.I. Elagin // *Technology of light alloys* **2** (2008) 6. (in Russian).
- [4] V.V. Rybin, *Severe plastic deformation and fracture of materials* (Metallurgy, Moscow, 1986). (in Russian).
- [5] V.M. Segal, V.I. Reznikov, V.I. Kopylov et al., *Processes of plastic structure formation of metals* (Science and Technology, Minsk, 1994). (in Russian).
- [6] T. Lowe, Y.T. Zhu // *Advanced Engineering Materials* **5** (2003) 373.
- [7] R.Z. Valiev, I.V. Alexandrov, *Bulk nanostructured metallic materials: preparation, structure and properties* (Academic Books, Moscow, 2007). (in Russian).
- [8] R.R. Mulyukov, R.M. Imaev, A.A. Nazarov et al., *Superplasticity of ultrafine grained alloys: experiment, theory, technologies* (Science, Moscow, 2014). (in Russian).
- [9] R.Z. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita, T.G. Langdon, M.J. Zehetbauer, Y. Zhu // *The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society (TMS)* **68** (2016) 1216.
- [10] M.Kh. Rabinovich, M.V. Markushev, M.Yu. Murashkin // *Materials Science Forum* **243** (1997) 591.
- [11] C.Y. Barlow, N. Hansen, Y.L. Liu // *Acta Materialia* **50** (2002) 171.

- [12] M.V. Markushev, S.V. Krymskiy, M.Yu. Murashkin // *Herald Tambov University. Series: Natural And Technical Science* **18** (2013) 1974. (in Russian).
- [13] S.V. Krymskiy, O.Sh. Sitdikov, M.V. Markushev // *AIP Conference Proceedings* **1785** (2016) 040030.
- [14] M.V. Markushev, Yu.L. Burdastykh, S.V. Krymskiy, O.Sh. Sitdikov // *Letters on Materials* **7** (2017) 101.
- [15] I.F. Mohamed, Y. Yonenaga, S. Lee, K. Edalati, Z. Horita // *Materials Science and Engineering: A* **627** (2015) 111.
- [16] E.O. Hall // *Proceedings of the Physical Society B* **64** (1951) 747.
- [17] N.J. Petch // *Journal of the Iron and Steel Institute* **174** (1953) 25.
- [18] J.E. Bailey, P.B. Hirsch // *Philosophical Magazine* **5** (1960) 485.
- [19] R.L. Fleischer // *Acta Metallurgica* **11** (1963) 203.
- [20] R. Labusch // *Physica Status Solidi* **41** (1970) 659.
- [21] M.I. Goldstein, V.S. Litvinov, B.M. Bronfin, *Metallophysics of high-strength alloys* (Metallurgy, Moscow, 1986). (in Russian).
- [22] K. Edalati, D. Akama, A. Nishio, S. Lee, Y. Yonenaga, J.M. Cubero-Sesin, Z. Horita // *Acta Materialia* **69** (2014) 68.
- [23] A. Deschamps, F. De Geuser, Z. Horita, S. Lee, G. Renou // *Acta Materialia* **66** (2014) 105.
- [24] Y.H. Zhao, X.Z. Liao, Z. Jin, R.Z. Valiev, Y.T. Zhu // *Acta Materialia* **52** (2004) 4589.
- [25] K. Ohashi, T. Fujita, K. Kaneko, Z. Horita, T.G. Langdon // *Materials Science and Engineering: A* **437** (2006) 240.
- [26] K. Ma, H. Wen, T. Hu, T.D. Topping, D. Isheim, D.N. Seidman, E.J. Lavernia, J.M. Schoenung // *Acta Materialia* **62** (2014) 141.
- [27] J. Kaneko // *Journal of Japan Institute of Light Metals* **27** (1977) 384.
- [28] A. Cerri, P. Leo // *Materials Science and Engineering: A* **226** (2005) 410.
- [29] S.V. Krymskiy, O.Sh. Sitdikov, E.V. Avtokratova, M.Yu. Murashkin, M.V. Markushev // *Reviews on Advanced Materials Science* **31** (2012) 145.
- [30] S.V. Krymskiy, E.V. Avtokratova, O.Sh. Sitdikov, M.V. Markushev // *Letters on Materials* **1** (2012) 45.
- [31] F.J. Humphreys, M. Hatherly, *Recrystallization and related annealing phenomena* (Elsevier, Oxford, 2004).
- [32] G. Sha, Y.B. Wang, X.Z. Liao, Z.C. Duan, S.P. Ringer, T.G. Langdon // *Acta Materialia* **57** (2009) 3123.
- [33] M.V. Markushev // *Physics of Metals and Metallography* **108** (2009) 43.
- [34] M.V. Markushev // *Physics of Metals and Metallography* **108** (2009) 161.
- [35] K. Edalati, D. Akama, A. Nishio, S. Lee, Y. Yonenaga, J.M. Cubero-Sesin, Z. Horita // *Acta Materialia* **69** (2014) 68.
- [36] R. Pippan, S. Scheriau, A. Taylor, M. Hafok, A. Hohenwarter, A. Bachmaier // *Annual Review of Materials Research* **40** (2010) 319.
- [37] Y. Chen, N. Gao, G. Sha, S.P. Ringer, M.J. Starink // *Materials Science and Engineering: A* **627** (2015) 10.

ПЛАСТИЧЕСКАЯ ДЕФОРМАЦИЯ СПЛАВА СИСТЕМЫ Ni-Mn-Ga МЕТОДОМ ВСЕСТОРОННЕЙ ИЗОТЕРМИЧЕСКОЙ КОВКИ

И.И. Мусабилов^{1*}, И.М. Сафаров¹, Р.М. Галеев¹, Д.Д. Афоничев¹, В.В. Коледов²,
А.И. Рудской⁴, Р.Р. Мулюков^{1,3}

¹ Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, Степана Халтурина 39, Уфа, 450001, Россия

² Институт радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН, Моховая 11 к.7, Москва, 125009, Россия

³ Башкирский государственный университет, Заки Валиди 32, Уфа, 450076, Россия

⁴ Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, Политехническая 29, Санкт-Петербург, 195251, Россия

*e-mail: irekmusabirov@mail.ru

Аннотация. В работе представлены результаты исследования влияния пластической деформации методом всесторонней изотермическойковки на микроструктуру и мартенситное превращение в поликристаллическом сплаве $\text{Ni}_{54.1}\text{Mn}_{19.6}\text{Ga}_{24.6}\text{Si}_{1.7}$. Построение кривых температурной зависимости термического расширения в области мартенситного превращения в сплавах Гейслера позволило определить критические температуры фазового превращения в исходном и деформированном состояниях. В результате пластической деформации сплава всесторонней изотермическойковкой при температуре 680°C в структуре формируется бимодальная зеренная структура типа «ожерелье».

Ключевые слова: пластическая деформация, сплавы Гейслера, всесторонняя изотермическаяковка, сплавы Ni_2MnGa , микроструктура сплавов.

1. Введение

Сплавы Гейслера системы Ni-Mn-X (X=Ga, In, Sn) отличаются уникальными свойствами в области мартенситного превращения, такими как ферромагнитный эффект памяти формы (ФЭПФ) [1-7] и магнитокалорический эффект (МКЭ) [8-11]. Сплавы с такими необычными эффектами весьма перспективны в качестве функциональных материалов и находят применение в микроэлектронике, в различного рода микроактюаторах, холодильных устройствах. Разработка новых сплавов, проявляющих ФЭПФ и МКЭ, ведется в основном за счет экспериментальной вариации составов сплавов [12-14] и теоретического анализа свойств сплавов различных составов или легированных другими элементами [15,16]. Исследование влияния различных параметров на протекание мартенситного превращения и понимание физических процессов на атомарном уровне позволяет глубже понять природу явлений и повысить величину ФЭПФ и МКЭ [17-19].

Практическое применение сплавов Гейслера затруднено наличием существенного недостатка, проявляющегося в том, что в литых образцах из-за внутренних напряжений в кристаллах, возникающих в процессе мартенситного превращения, возможно зарождение микротрещин на границах крупных зерен. При многократном повторении циклов нагрева и охлаждения происходит рост микротрещин, приводящий к

разрушению образца. Для того чтобы снизить трещинообразование в сплавах Гейслера, необходимо перевести структуру в мелкозернистое состояние, облегчающее релаксацию внутренних напряжений. Из множества известных методов получения мелкозернистой структуры металлов и сплавов наиболее приемлемой является деформационно-термическая обработка. Как показано в работах [20-25], такая обработка позволяет не только измельчить структуру, но и существенно повысить механические свойства материала. В отношении сплавов Гейслера возможно проведение деформационно-термической обработки с помощью таких методов как кручение под высоким гидростатическим давлением [26-30], прокатка [31-35] или деформация сжатием [36,37]. В большинстве случаев данные методы деформации позволяют получить требуемую структуру, но в образцах ограниченного размера, представляющих собой пластины толщиной менее 1 мм. Единственным методом пластической деформации, позволяющим получать объёмные образцы с необходимой мелкозернистой структурой, является всесторонняя изотермическая ковка (ВИК) [38]. Несмотря на то, что как метод получения массивных заготовок ВИК изучается уже достаточно долгое время и, как показали исследования, позволяет существенно повысить функциональные свойства многих металлов и сплавов [39-41], данных о работах по деформационно-термической обработке сплавов Гейслера методом ВИК на данный момент нет. Несомненно, что применение данного метода пластической деформации к исследуемым сплавам весьма актуально с точки зрения возможности получения объёмных заготовок с устойчивой к растрескиванию структурой.

Для успешной реализации метода ВИК необходимо было определиться с температурно-скоростными режимами пластической деформации сплавов Гейслера. Требуемые предварительные данные были получены в работах [42-44], в которых показано, что начальной оптимальной температурой пластической деформации сплавов является интервал фазового превращения упорядоченной фазы $L2_1$ в разупорядоченную $B2$. В настоящей работе представлены результаты по пластической деформации методом ВИК применительно к поликристаллическому сплаву $Ni_{54.1}Mn_{19.6}Ga_{24.6}Si_{1.7}$.

2. Материал и методы исследования

Сплав для исследований был получен аргоно-дуговой плавкой из Ni, Mn и Ga высокой чистоты. При выплавке методом аргоно-дуговой плавки слиток сплава находится в водоохлаждаемом тигле, что обуславливает кристаллизацию из расплава крупных зерен столбчатой формы. Крупный размер и столбчатая форма зерен способствует зарождению микротрещин по границам под действием внутренних напряжений при протекании мартенситного превращения. В приповерхностном слое слитка, как правило, присутствуют микропоры. Слиток после аргоно-дуговой плавки имеет форму плоских круглых таблеток, что сильно затрудняет проведение деформационной обработки сплава методом ВИК. Поэтому сразу после выплавки сплав переливали в цилиндрический кварцевый стакан. Полученные цилиндрические слитки подвергали последующему вакуумному переплаву при давлении 10^{-3} Па и температуре до $1300^{\circ}C$ с целью получения более однородной структуры и снижения количества пор за счет дегазации сплава. В результате был получен слиток сплава Гейслера цилиндрической формы размерами $\varnothing 16.3 \times 13.3$ мм, с минимальным содержанием микропор и практически без микротрещин.

Анализ элементного состава сплава, проведенный с помощью энергодисперсионного спектрометра X-Act (Oxford Instruments), показал, что полученный сплав содержит Ni - 54.1 ат.%, Mn - 19.6 ат.%, Ga - 24.6 ат.%, Si - 1.7 ат.%. В пределах точности рентгеноспектрального метода исследований ликвации химического состава не обнаружено. Присутствие небольшого количества кремния, равномерно

распределенного по объему сплава, обусловлено, по-видимому, диффузией атомов Si из кварцевого стакана в процессе вакуумной переплавки.

Температуры мартенситного превращения определены по кривой температурной зависимости термического расширения сплава, полученной с помощью дилатометра с датчиком перемещения на основе дифференциального трансформатора. Данная установка позволяет проводить измерения в интервале температур от -150°C до $+300^{\circ}\text{C}$ со скоростью около $(5-10)^{\circ}\text{C}$ в мин. Образец для исследований размерами $1\text{ мм} \times 1\text{ мм} \times 7\text{ мм}$ был вырезан из полученного слитка электроискровым способом. Измерение термического расширения проводилось в направлении длинной стороны образца.

Измерение температур фазовых превращений проведено методом дифференциально-сканирующей калориметрии на установке NETZSCH STA 449 F1 Jupiter в аргоновой среде. Образец в форме «таблетки» диаметром 4 мм и высотой 2 мм после полировки контактной поверхности на алмазной пасте для наилучшего теплового контакта помещался в корундовый тигель. Перед испытанием осуществлялась трехкратная продувка измеряемой системы аргоном.

Деформация сплава методом ВИК проведена на испытательной машине Schenck Trebel RMC 100. Последовательность этапов ВИК приведена на Рис. 1а.

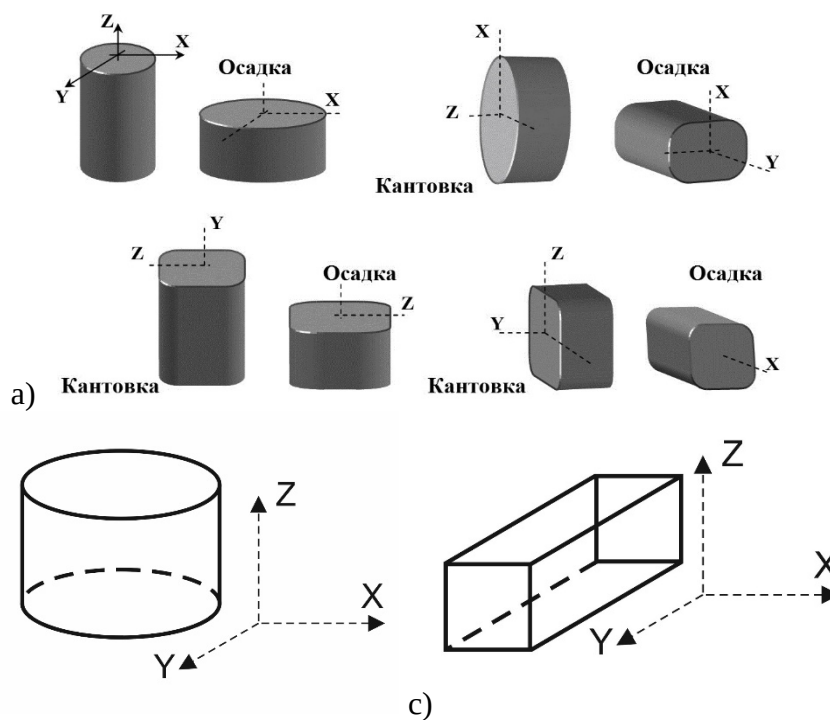


Рис. 1. Схема пластической деформации методом ВИК: (а) схематическое изображение и выбранные направления заготовки поликристаллического сплава $\text{Ni}_{54.1}\text{Mn}_{19.6}\text{Ga}_{24.6}\text{Si}_{1.7}$ (б) в исходном литом состоянии и (с) послековки.

Метод ВИК заключается в последовательном проведении этапов деформации сжатием на 15-35% с кантовкой образца на 90° на каждом переходе. На последнем этапе ВИК выполняли операцию вытяжки образца, в процессе которой деформацию образца проводили только в двух направлениях с целью формирования в материале кристаллографической текстуры. Деформация образцов проводилась в интервале температур $660-680^{\circ}\text{C}$ и скоростей деформации $10^{-4}-5 \times 10^{-4}\text{ с}^{-1}$.

Как указано выше, образец до деформационной обработки был цилиндрической формы диаметром 16,3 мм и высотой 13,3 мм (Рис. 1б). После 6-ти переходовковки и

заключительной вытяжки образец приобрел форму параллелепипеда размерами 11 мм × 11 мм × 24 мм (Рис. 1с).

Исследование микроструктуры сплава проведено на микроскопе высокого разрешения Tescan Mira 3 LMN в режиме регистрации обратно-отраженных электронов. Образцы для исследований вырезаны из слитка сплава электроискровым способом. После шлифовки на абразивной бумаге проводилась электрополировка в электролите 90% C₄H₁₀O + 10% HCl.

3. Мартенситное превращение в сплаве в литом состоянии

Анализ температур и характера мартенситного превращения в сплаве в исходном состоянии проводили по кривой температурной зависимости термического расширения. Результаты анализа представлены на Рис. 2. Образец для измерений вырезали в плоскости XOY перпендикулярно радиусу заготовки.

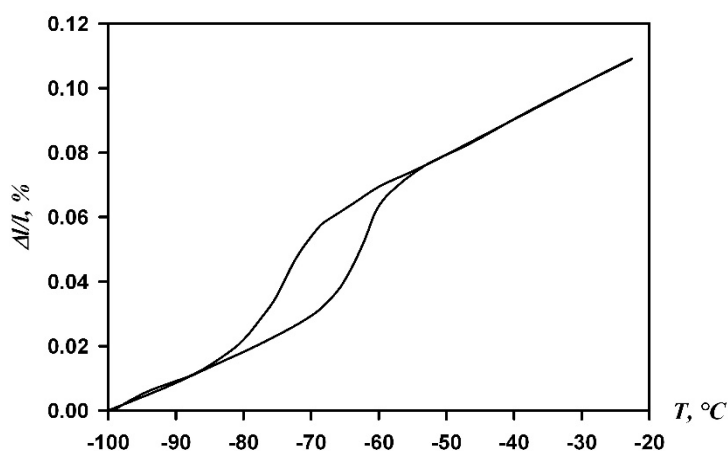


Рис. 2. Кривая температурной зависимости термического расширения поликристаллического сплава Ni_{54.1}Mn_{19.6}Ga_{24.6}Si_{1.7} в исходном литом состоянии.

Температурную зависимость термического расширения сплава записывали при охлаждении и нагреве в интервале температур от –100 °С до –20 °С. При охлаждении практически во всем интервале происходило линейное сокращение образца по ангармоническому закону. Однако в интервале температур –70 °С - –79 °С на кривой наблюдали скачок сокращения на 0.04%. Это указывает на протекание при этих температурах прямого мартенситного превращения. В процессе нагрева наблюдали отклонение от ангармонического изменения длины образца в интервале температур от –66 °С до –59 °С, при этом образец скачкообразно удлинялся на ту же величину 0.04%. Таким образом, мартенситное превращение в сплаве протекает с гистерезисом около 12 °С. Скачкообразное изменение геометрических размеров образца сплава Гейслера в процессе мартенситного превращения является известным явлением и обусловлено металлографической текстурой мартенситной структуры в образце [45].

4. Дифференциально-сканирующая калориметрия

Предыдущие исследования температурно-скоростных условий пластической деформации сплавов Гейслера сжатием показали, что оптимальной является деформация в интервале или несколько ниже температуры фазового превращения упорядоченной фазы L2₁ в разупорядоченную фазу B2. Температуру указанного фазового превращения определяли методом дифференциально-сканирующей калориметрии (ДСК). На Рис. 3 приведены результаты, полученные при нагреве исходного литого образца от 200 °С до 1200 °С.

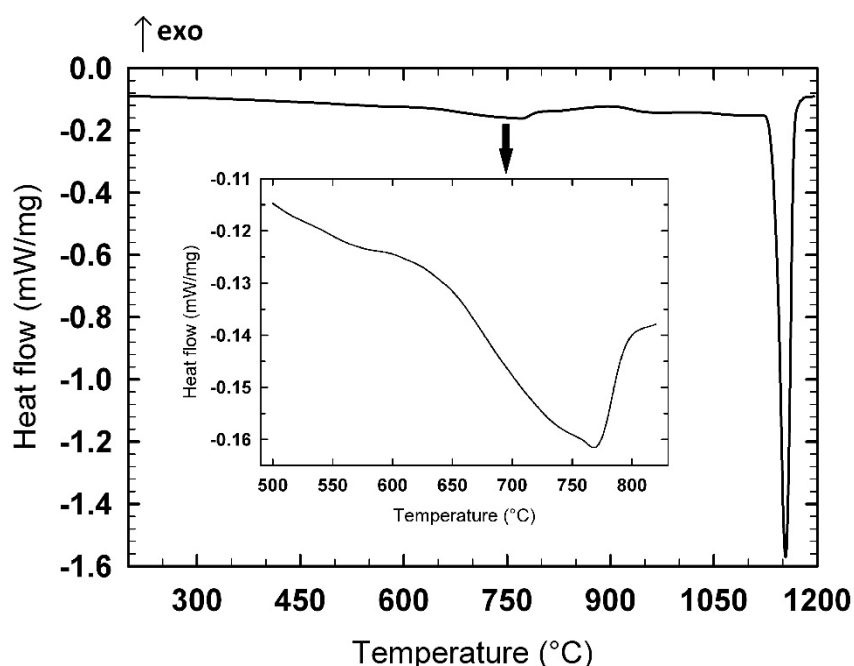


Рис. 3. Кривые дифференциально-сканирующей калориметрии поликристаллического сплава $\text{Ni}_{54.1}\text{Mn}_{19.6}\text{Ga}_{24.6}\text{Si}_{1.7}$ в исходном литом состоянии.

На полученных кривых в области температур 650°C - 800°C наблюдается небольшой эндотермический минимум, который обусловлен процессами упорядочения и разупорядочения сплава, что согласуется с данными других исследователей [46-49]. Минимум при температуре 1150°C соответствует переходу сплава в расплавленное состояние.

5. Микроструктура сплава в исходном литом состоянии и после пластической деформации ковкой

На Рис. 4а представлена микроструктура сплава (в плоскости XOY) в исходном литом состоянии. Структура образована равноосными зернами размером 100-400 мкм. Трещин и пор в структуре не наблюдалось, что хорошо для последующей деформационной обработки, так как наличие макротрещин может приводить к разрушению при деформировании.

Для исследований микроструктуры сплава в деформированном состоянии из заготовки был вырезан образец в плоскости XOZ. Структура деформированного сплава приведена на Рис. 4б. Расположение оси OZ соответствует горизонтали рисунка. Наблюдаются крупные зерна размером около 100-200 мкм, которые окружены более мелкими зернами со средним размером около 1-5 мкм, то есть после деформации сформировалась бимодальная структура типа "ожерелье".

Фотография мелкозернистой структурой при большем увеличении представлена на Рис. 4с. Границы зерен тонкие, с четким контрастом, что свидетельствует о наличии большеугловых роториентировок зерен.

Некоторые границы крупных зерен имеют извилистую форму, характерную для формирования зеренной структуры в процессе прерывистой динамической рекристаллизации и обусловленную локализацией деформации в зернах, наиболее благоприятно ориентированных для скольжения дислокаций. В результате более интенсивного повышения плотности дислокаций в таких зернах развивается локальная миграция участков границ и формирование зародышей рекристаллизации. В результате,

вдоль границ крупных зерен возникают цепочки новых более мелких зерен, формируя структуру типа «ожерелье».

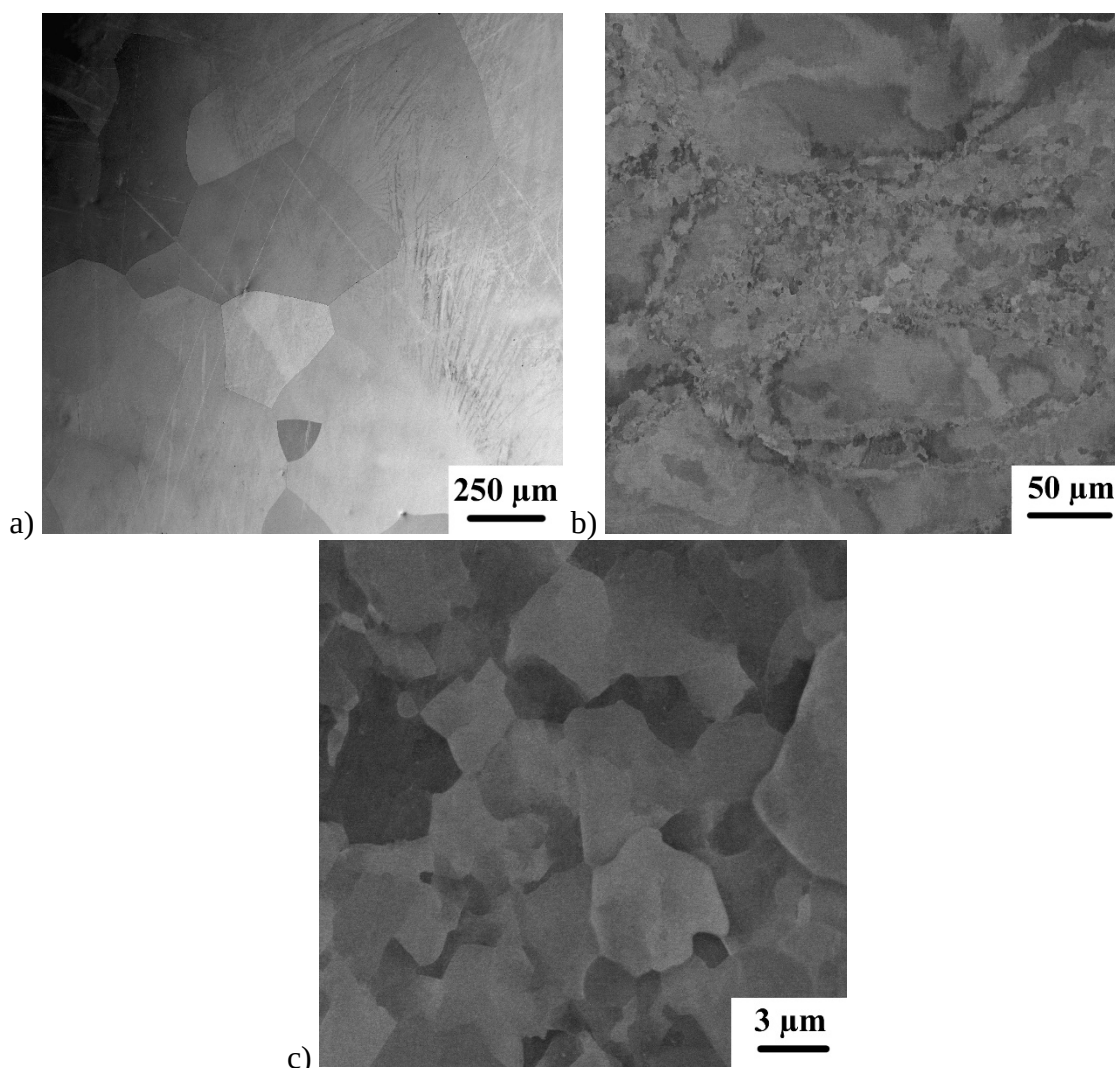


Рис. 4. Микроструктура поликристаллического сплава $\text{Ni}_{54.1}\text{Mn}_{19.6}\text{Ga}_{24.6}\text{Si}_{1.7}$: (a) в исходном литом состоянии; (b), (c) - после пластической деформации методом ВИК.

6. Мартенситное превращение в сплаве после пластической деформации методом всесторонней изотермическойковки

Кривые температурной зависимости термического расширения также, как и для исходного состояния, подтверждают наличие процессов мартенситного превращения в деформированной структуре. Исследования проводили на образце, вырезанном в направлении ОХ. На Рис. 5 приведена кривая $dl/l(T)$, записанная в ходе нагрева и охлаждения образца в интервале температур от -100°C до -20°C . В целом, характер полученной кривой деформированного образца аналогичен кривой нагрева и охлаждения образца сплава в исходном литом состоянии, за исключением небольшого отличия в интервалах температур превращений: прямого от -78°C до -89°C , и обратного от -77°C до -65°C . То есть гистерезис превращения для деформированного состояния составляет чуть более 10°C . При этом скачкообразное изменение геометрических размеров образца в процессе превращения составляет 0.13% , то есть на порядок выше, чем в литом состоянии.

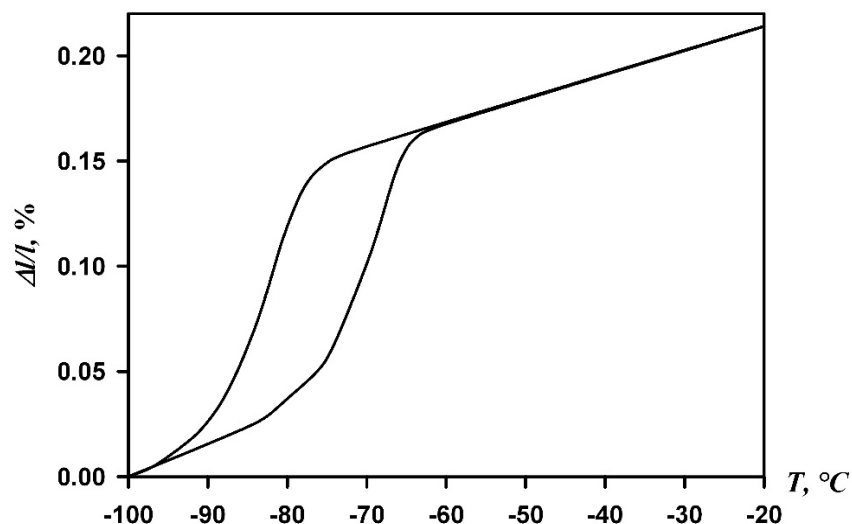


Рис. 5. Кривая температурной зависимости термического расширения поликристаллического сплава $\text{Ni}_{54.1}\text{Mn}_{19.6}\text{Ga}_{24.6}\text{Si}_{1.7}$ после пластической деформации ковкой.

7. Обсуждение

Полученные кривые температурной зависимости термического расширения позволили оценить потенциально возможную величину ферромагнитного эффекта памяти формы, поскольку изменение геометрических размеров образца в процессе мартенситного превращения говорит о наличии в материале текстуры (металлографической и кристаллографической), вносящей основной вклад в величину эффекта. В исследуемом сплаве наблюдаемый скачок геометрических размеров говорит об анизотропии микроструктуры, которая обусловлена преимущественным направлением роста кристаллов в процессе кристаллизации расплава. Как описано выше, сплав переплавляли в кварцевом стакане, при этом кристаллизация шла от стенок стакана к центру. В данном случае для анализа термического расширения в области мартенситного превращения образец вырезан поперек направления роста кристаллов. В предыдущих исследованиях показано, что в случае направленного роста кристаллов в таком образце в процессе мартенситного превращения формируется преимущественная ориентация мартенситных пластин и как следствие, образец испытывает скачкообразное изменение геометрических размеров [1,45].

Наличие относительно небольшого гистерезиса в 10°C в процессе превращения говорит о достаточно однородной структуре сплава и отсутствии химической ликвации после выплавки, поэтому необходимость в проведении стандартной для данных сплавов процедуры гомогенизационного отжига отпадает.

По данным анализа температурно-скоростных условий пластической деформации сплавов данной системы [42-44] для проведения деформационной обработки выбрали температуру 680°C , при которой активно развиваются процессы динамической рекристаллизации, позволяющие трансформировать исходную крупнозернистую структуру в более мелкозернистую. Деформация сплава проводили без защитной оболочки, учитывая то, что процессы окисления, в сплавах с памятью формы при температурах $600\text{--}700^\circ\text{C}$ окисления не столь интенсивны и не приводят в существенному изменению микроструктуры образца [50, 51].

После проведенной всесторонней изотермическойковки в сплаве была получена структура типа «ожерелье». Такой тип структуры, несомненно, должен способствовать повышению стабильности функциональных свойств поликристаллических сплавов Гейслера, поскольку при многократных циклах мартенситного превращения

избыточные внутренние напряжения будут активнее релаксировать в мелкозернистой структуре, играющей роль своеобразного демпфера.

В результате пластической деформации сплава методом всесторонней изотермическойковки наблюдается смещение характерных температур мартенситного превращения в область низких температур на 6-11°C. Такое поведение характерно для сплавов Гейслера, поскольку оно обусловлено затруднением движения в деформированной структуре дислокаций превращения, которые представляют собой мартенситные ступени атомных размеров на межфазных границах [52].

8. Выводы

1. Вакуумная переплавка сплава системы Ni-Mn-Ga позволяет избавиться от дефектов слитка, таких как трещины и поры, и подготовить структуру образцов для обработки всесторонней изотермическойковки.

2. После пластической деформации изменяются критические температуры мартенситного превращения в сторону повышения на 8-10°C, что обусловлено затруднением перемещения в деформированной структуре дислокаций превращения.

3. Впервые показана возможность пластической деформации сплавов Гейслера методом всесторонней изотермическойковки. После всесторонней изотермическойковки в образце сформировалась структура типа «ожерелье», в которой крупные зерна размером 100-200 мкм окружены мелкими зернами с размером зерен 1-10 мкм.

4. Развитая поверхность границ зерен в мелкозернистой структуре «ожерелья» должна способствовать более эффективной релаксации внутренних напряжений, возникающих при многократном прохождении мартенситного превращения, и позволит выдержать большее количество циклов нагрева и охлаждения при термоциклировании образца.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (для И.И.М.) в рамках научного проекта № 16-32-60159 мол_а_дк. Микроструктурные исследования и деформационная обработка сплава проводились на базе ЦКП ИПСМ РАН "Структурные и физико-механические исследования материалов".

Литература

- [1] Х.Я. Мулюков, И.И. Мусабилов // *Журнал технической физики* **78(6)** (2008) 129.
- [2] V.D. Buchelnikov, V.V. Khovailo, T. Takagi // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **300(1)** (2006) e459.
- [3] W.H. Wang, F.X. Hu, J.L. Chen, Y.X. Li, Z. Wang, Z.Y. Gao, Y.F. Zheng, L.C. Zhao, G.H. Wu, W.S. Zan // *IEEE Transactions on Magnetics* **37(4)** (2001) 2715.
- [4] E. Pagounis, R. Chulist, M. J. Szczerba, M. Laufenberg // *Applied Physics Letters* **105(5)** (2014) 052405.
- [5] V. Buchelnikov, I. Dikshtein, R. Grechishkin, T. Khudoverdyan, V. Koledov, Y. Kuzavko, I. Nazarkin, V. Shavrov, T. Takagi // *Journal Magnetism and Magnetic Materials* **272-276(3)** (2004) 2025.
- [6] E. Barmina, A. Kosogor, V. Khovaylo, M. Gorshenkov, M. Lyange, D. Kuchin, E. Dilmieva, V. Koledov, V. Shavrov, S. Taskaev, R. Chatterjee, L.K. Varga // *Journal of Alloys and Compounds* **696** (2017) 310.
- [7] Х.Я. Мулюков, И.И. Мусабилов, А.В. Маширов // *Письма о материалах* **2(4)** (2012) 194.
- [8] V.D. Buchelnikov, V.V. Sokolovskiy // *Physics of Metals and Metallography* **112(7)** (2011) 633.

- [9] A.P. Kamantsev, V.V. Koledov, A.V. Mashirov, E.T. Dilmieva, V.G. Shavrov, J. Cwik, A.S. Los, V.I. Nizhankovskii, K. Rogacki, I.S. Tereshina, Yu.S. Koshkid'ko, M.V. Lyange, V.V. Khovaylo, P. Ari-Gur // *Journal of Applied Physics* **117(16)** (2015) 163903.
- [10] A. Zhukov, V. Rodionova, M. Ilyn, A.M. Aliev, R. Varga, S. Michalik, A. Aronin, G. Abrosimova, A. Kiselev, M. Ipatov, V. Zhukova // *Journal of Alloys and Compounds* **575** (2013) 73.
- [11] М.О. Дробосюк, Р.Р. Файзуллин, В.Д. Бучельников, С.В. Таскаев, А.Г. Фазлитдинова // *Челябинский физико-математический журнал* **22(377)** (2015) 42.
- [12] V.D. Buchelnikov, M.O. Drobosyuk, E.A. Smyshlyaev, O.O. Pavlukhina, A.V. Andreevskikh, S.V. Taskaev, A.A. Fediy, V.V. Koledov, V.G. Shavrov, V.V. Khovaylo, V.V. Sokolovskiy // *Solid State Phenomena* **168-169** (2011) 165.
- [13] R.R. Fayzullin, A.V. Mashirov, V.D. Buchelnikov, V.V. Koledov, V.G. Shavrov, S.V. Taskaev, M.V. Zhukov // *Journal of Communications Technology and Electronics* **61(10)** (2016) 1129.
- [14] V.D. Buchelnikov, V.V. Sokolovskiy, M.A. Zagrebin // *Челябинский физико-математический журнал* **1(2)** (2016) 117.
- [15] M. Zagrebin, V. Sokolovskiy, M. Klyuchnikova, V. Buchelnikov // *MATEC Web of Conferences* **33** (2015) 05002.
- [16] V.V. Sokolovskiy, V.D. Buchelnikov, M.A. Zagrebin, P. Entel, S. Sahoo, M. Ogura // *Physical Review B: Condensed Matter and Materials Physics* **86(13)** (2012) 134418.
- [17] M.A. Zagrebin, V.V. Sokolovskiy, V.D. Buchelnikov // *Materials Science Forum* **738-739** (2013) 473.
- [18] J.A. Baimova, A.V. Lukyanov, V.G. Pushin, R.I. Babicheva, D.V. Gunderov, S.V. Dmitriev // *Reviews on Advanced Materials Science* **47(1-2)** (2016) 86.
- [19] И.М. Сафаров, А.В. Корзников, Р.М. Галеев, С.Н. Сергеев, С.В. Гладковский, Д.А. Двойников, И.Ю. Литовченко // *Письма о материалах* **6(2)** (2016) 126.
- [20] О.Э. Мухаметдинова, Р.Н. Гарипова, Е.В. Автократова, О.Ш. Ситдинов // *Фундаментальные проблемы современного материаловедения* **13(2)** (2016) 249.
- [21] E. Galieva, V. Valitov, R. Lutfullin, S.V. Dmitriev, A. Akhunova, M. Mukhametrakhimov // *Materials Science Forum* **838-839** (2016) 350.
- [22] Р.И. Бабичева, С.В. Дмитриев, Ю.А. Баймова, В.Г. Пушин // *Письма о материалах* **5(4)** (2015) 359.
- [23] Л.Х. Рысаева, Ю.А. Баймова // *Фундаментальные проблемы современного материаловедения* **12(1)** (2015) 68.
- [24] E.V. Valitova, R.Ya. Lutfullin, M.Kh. Mukhametrakhimov, V.A. Valitov, A.Kh. Akhunova, S.V. Dmitriev // *Letters on Materials* **4(4)** (2014) 291.
- [25] Н.И. Коуров, А.В. Королёв, В.Г. Пушин, Е.В. Марченкова // *Физика твердого тела* **54(10)** (2012) 1999.
- [26] R. Chulist, W. Skrotzki, C.-G. Oertel, A. Böhm, T. Lippmann, E. Rybacki // *Scripta Materialia* **62(9)** (2010) 650.
- [28] R. Chulist, A. Bohm, E. Rybacki, T. Lippmann, C.-G. Oertel, W. Skrotzki // *Materials Science Forum* **702-703** (2012) 169.
- [28] И.И. Мусабилов, И.З. Шарипов, Р.Р. Мулюков // *Известия ВУЗов. Физика* **58(6)** (2015) 5.
- [29] И.И. Мусабилов, И.М. Сафаров, И.З. Шарипов, Р.Р. Мулюков, А.В. Маширов, В.В. Коледов // *Журнал радиоэлектроники* **1** (2015) 11.
- [30] B. Lu, H.B. Wang, Y. Liu, J.X. Liu, H.L. Wang // *Transactions of Nonferrous Metals Society of China* **16** (2006) 843.

- [31] S. Besseghini, E. Villa, F. Passaretti, M. Pini, F. Bonfanti // *Materials Science and Engineering A* **378(1–2)** (2004) 415.
- [32] R. Chulist, M. Potschke, A. Boehm, H.-G. Brokmeier, U. Garbe, T. Lippmann, C.-G. Oertel, W. Skrotzki // *MRS Proceedings* **1050** (2007) BB09-03.
- [33] A. Böhm, S. Roth, G. Naumann, W.G. Drossel, R. Neugebauer // *Materials Science and Engineering A* **481-482** (2008) 266.
- [34] H. Morawiec, T. Goryczka, A. Drdzen, J. Lelatko, K. Prusik // *Solid State Phenomena* **154** (2009) 133.
- [35] D.Y. Cong, Y.D. Wang, R.L. Peng, P. Zetterström, X. Zhao, P.K. Liaw, L. Zuo // *Metallurgical and Materials Transactions A* **37(5)** (2006) 1397.
- [36] D.Y. Cong, Y.D. Wang, P. Zetterström, R.L. Peng, R. Delaplane, X. Zhao, L. Zuo // *Materials Science and Technology* **21** (2005) 1412.
- [37] Р.Р. Мулюков // *Российские нанотехнологии* **2(7-8)** (2007) 38.
- [38] Д.Р. Нугманов, О.Ш. Ситдинов, М.В. Маркушев // *Физика металлов и металловедение* **116(10)** (2015) 1047.
- [39] V.M. Imayev, R.A. Gaisin, E.R. Gaisina, R.M. Imayev, H.-J. Fecht, F. Pyczak // *Materials Science and Engineering A* **609** (2014) 34.
- [40] Ш.Х. Мухтаров, М.И. Нагимов, А.Г. Ермаченко // *Письма о материалах* **2(4)** (2012) 257.
- [41] И.И. Мусабилов, И.М. Сафаров, М.И. Нагимов, И.З. Шарипов, В.В. Коледов, А.В. Маширов, А.И. Рудской, Р.Р. Мулюков // *Физика твердого тела* **58(8)** (2016) 1552.
- [42] И.И. Мусабилов, И.М. Сафаров, И.З. Шарипов, М.И. Нагимов, В.В. Коледов, В.В. Ховайло, Р.Р. Мулюков // *Физика твердого тела* **59(8)** (2017) 1547.
- [43] I. Musabirov, I. Safarov, M. Nagimov, I. Sharipov, V. Koledov, V. Khovailo, R. Mulyukov // *Materials Today: Proceedings* **4** (2017) 4851.
- [44] I.I. Musabirov, R.R. Mulyukov, V.V. Koledov // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* **82(1)** (2015) 012064.
- [45] A. Biswas, G. Singh, S.K. Sarkar, M. Krishnan, U. Ramamurty // *Intermetallics* **54** (2014) 69.
- [46] T. Miyamoto, W. Ito, R.Y. Umetsu, R. Kainuma, T. Kanomata, K. Ishida // *Scripta Materialia* **62(3)** (2010) 151.
- [47] T. Miyamoto, M. Nagasako, R. Kainuma // *Journal of Alloys and Compounds* **549** (2013) 57.
- [48] V.V. Khovailo, T. Takagi, A.N. Vasilev, H. Miki, M. Matsumoto, R. Kainuma // *Physica Status Solidi A* **183(2)** (2001) R1.
- [49] M. Kök, G. Pirge, Y. Aydogdu // *Applied Surface Science* **268** (2013) 136.
- [50] M. Kök, K. Yildiz // *Applied Physics A* **116(4)** (2014) 2045.
- [51] I.I. Musabirov, I.M. Safarov, R.R. Mulyukov, I.Z. Sharipov, V.V. Koledov // *Letters on Materials* **4(4)** (2014) 265.

PLASTIC DEFORMATION OF THE Ni-Mn-Ga ALLOY BY MULTIPLE ISOTHERMAL FORGING

I.I. Musabirov^{1*}, I.M. Safarov¹, R.M. Galeev¹, D.D. Afonichev¹, V.V. Koledov²,
A.I. Rudskoi⁴, R.R. Mulyukov^{1,3}

¹ Institute for Metals Superplasticity Problems of Russian Academy of Sciences, Khalturina 39, Ufa, 450001, Russia

² Kotel'nikov Institute of Radio Engineering and Electronics of Russian Academy of Sciences, Mokhovaya 11, Moscow, 125009, Russia

³ Bashkir State University, Validy 32, Ufa, 450076, Russia

⁴ Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University, Politekhnikeskaya 29, St. Petersburg, 195251, Russia

*e-mail: irekmusabirov@mail.ru

Abstract. The paper presents the results of plastic deformation by the multiple isothermal forging on microstructure and martensitic transformation in polycrystalline Ni_{54.1}Mn_{19.6}Ga_{24.6}Si_{1.7} alloy. The method of plastic deformation was applied to Heusler alloys for the first time. By recording the temperature dependence of thermal expansion in the field of the existence of the martensitic transformation for Heusler alloys, the characteristic temperatures for given phase transformation in the alloy in as-cast state and after deformation processing are determined. After plastic deformation by forging at 680°C the bimodal grain structure of "necklace" type is formed.

Keywords: plastic deformation, Heusler alloys, multiple isothermal forging, Ni₂MnGa alloys, microstructure.

References

- [1] Kh.Ya. Mulyukov, I.I. Musabirov // *Technical Physics* **53(6)** (2008) 802.
- [2] V.D. Buchelnikov, V.V. Khovailo, T. Takagi // *Journal Magnetism and Magnetic Materials* **300(1)** (2006) e459.
- [3] W.H. Wang, F.X. Hu, J.L. Chen, Y.X. Li, Z. Wang, Z.Y. Gao, Y.F. Zheng, L.C. Zhao, G.H. Wu, W.S. Zan // *IEEE Transactions on Magnetics* **37(4)** (2001) 2715.
- [4] E. Pagounis, R. Chulist, M. J. Szczerba, M. Laufenberg // *Applied Physics Letters* **105(5)** (2014) 052405.
- [5] V. Buchelnikov, I. Dikshtein, R. Grechishkin, T. Khudoverdyan, V. Koledov, Y. Kuzavko, I. Nazarkin, V. Shavrov, T. Takagi // *Journal Magnetism and Magnetic Materials* **272–276(3)** (2004) 2025.
- [6] E. Barmina, A. Kosogor, V. Khovaylo, M. Gorshenkov, M. Lyange, D. Kuchin, E. Dilmieva, V. Koledov, V. Shavrov, S. Taskaev, R. Chatterjee, L.K. Varga // *Journal of Alloys and Compounds* **696** (2017) 310.
- [7] K.Y. Mulyukov, I.I. Musabirov, A.V. Mashirov // *Letters on Materials* **2(4)** (2012) 194.
- [8] V.D. Buchelnikov, V.V. Sokolovskiy // *Physics of Metals and Metallography* **112(7)** (2011) 633.
- [9] A.P. Kamantsev, V.V. Koledov, A.V. Mashirov, E.T. Dilmieva, V.G. Shavrov, J. Cwik, A.S. Los, V.I. Nizhankovskii, K. Rogacki, I.S. Tereshina, Yu.S. Koshkid'ko, M.V. Lyange, V.V. Khovaylo, P. Ari-Gur // *Journal of Applied Physics* **117(16)** (2015) 163903.

- [10] A. Zhukov, V. Rodionova, M. Ilyn, A.M. Aliev, R. Varga, S. Michalik, A. Aronin, G. Abrosimova, A. Kiselev, M. Ipatov, V. Zhukova // *Journal of Alloys and Compounds* **575** (2013) 73.
- [11] M.O. Drobosyuk, R.R. Fayzullin, V.D. Buchelnikov, S.V. Taskaev, A.G. Fazlitdinova // *Chelyabinskiy Fiziko-Matematicheskii Zhurnal* **22(377)** (2015) 42.
- [12] V.D. Buchelnikov, M.O. Drobosyuk, E.A. Smyshlyaev, O.O. Pavlukhina, A.V. Andreevskikh, S.V. Taskaev, A.A. Fediy, V.V. Koledov, V.G. Shavrov, V.V. Khovaylo, V.V. Sokolovskiy // *Solid State Phenomena* **168-169** (2011) 165.
- [13] R. R. Fayzullin, A.V. Mashirov, V.D. Buchelnikov, V.V. Koledov, V.G. Shavrov, S.V. Taskaev, M.V. Zhukov // *Journal of Communications Technology and Electronics* **61(10)** (2016) 1129.
- [14] V.D. Buchelnikov, V.V. Sokolovskiy, M.A. Zagrebin // *Chelyabinskiy Fiziko-Matematicheskii Zhurnal* **1(2)** (2016) 117.
- [15] M. Zagrebin, V. Sokolovskiy, M. Klyuchnikova, V. Buchelnikov // *MATEC Web of Conferences* **33** (2015) 05002.
- [16] V.V. Sokolovskiy, V.D. Buchelnikov, M.A. Zagrebin, P. Entel, S. Sahoo, M. Ogura // *Physical Review B: Condensed Matter and Materials Physics* **86(13)** (2012) 134418.
- [17] M.A. Zagrebin, V.V. Sokolovskiy, V.D. Buchelnikov // *Materials Science Forum* **738-739** (2013) 473.
- [18] J.A. Baimova, A.V. Lukyanov, V.G. Pushin, R.I. Babicheva, D.V. Gunderov, S.V. Dmitriev // *Reviews on Advanced Materials Science* **47(1-2)** (2016) 86.
- [19] I.M. Safarov, A.V. Korznikov, R.M. Galeev, S.N. Sergeev, S.V. Gladkovsky, D.A. Dvoynikov, I.Y. Litovchenko // *Letters on Materials* **6(2)** (2016) 126.
- [20] O.E. Mukhametdinova, R.N. Garipova, E.V. Avtokratova, O.S. Sitdikov // *Basic Problems of Material Science* **13(2)** (2016) 249.
- [21] E. Galieva, V. Valitov, R. Lutfullin, S.V. Dmitriev, A. Akhunova, M. Mukhametrakhimov // *Materials Science Forum* **838-839** (2016) 350.
- [22] R. Babicheva, J. Baimova, S. Dmitriev, V. Pushin // *Letters on Materials* **5(4)** (2015) 359.
- [23] L.Kh. Rysaeva, J.A. Baimova // *Basic Problems of Material Science* **12(1)** (2015) 68.
- [24] E.V. Valitova, R.Ya. Lutfullin, M.Kh. Mukhametrakhimov, V.A. Valitov, A.Kh. Akhunova, S.V. Dmitriev // *Letters on Materials* **4(4)** (2014) 291.
- [25] N.I. Kourov, A.V. Korolev, V.G. Pushin, E.V. Marchenkova // *Physics of the Solid State* **54(10)** (2012) 2128.
- [26] R. Chulist, W. Skrotzki, C.-G. Oertel, A. Böhm, T. Lippmann, E. Rybacki // *Scripta Materialia* **62(9)** (2010) 650.
- [27] R. Chulist, A. Bohm, E. Rybacki, T. Lippmann, C.-G. Oertel, W. Skrotzki // *Materials Science Forum* **702-703** (2012) 169.
- [28] I.I. Musabirov, I.Z. Sharipov, R.R. Mulyukov // *Russian Physics Journal* **58(6)** (2015) 745.
- [29] I.I. Musabirov, I.M. Safarov, I.Z. Sharipov, R.R. Mulyukov, A.V. Mashirov, V.V. Koledov // *Zhurnal Radioelektroniki* **1** (2015) 11.
- [30] B. Lu, H.B. Wang, Y. Liu, J.X. Liu, H.L. Wang // *Transactions of Nonferrous Metals Society of China* **16** (2006) 843.
- [31] S. Besseghini, E. Villa, F. Passaretti, M. Pini, F. Bonfanti // *Materials Science and Engineering A* **378(1-2)** (2004) 415.
- [32] R. Chulist, M. Potschke, A. Boehm, H.-G. Brokmeier, U. Garbe, T. Lippmann, C.-G. Oertel, W. Skrotzki // *MRS Proceedings* **1050** (2007) BB09-03.
- [33] A. Böhm, S. Roth, G. Naumann, W.G. Drossel, R. Neugebauer // *Materials Science and Engineering A* **481-482** (2008) 266.
- [34] H. Morawiec, T. Goryczka, A. Drdzen, J. Lelatko, K. Prusik // *Solid State Phenomena* **154** (2009) 133.

- [35] D.Y. Cong, Y.D. Wang, R.L. Peng, P. Zetterström, X. Zhao, P.K. Liaw, L. Zuo // *Metallurgical and Materials Transactions A* **37(5)** (2006) 1397.
- [36] D.Y. Cong, Y.D. Wang, P. Zetterström, R.L. Peng, R. Delaplane, X. Zhao, L. Zuo // *Materials Science and Technology* **21** (2005) 1412.
- [37] R.R. Mulyukov // *Nanotechnologies in Russia* **2(7-8)** (2007) 38.
- [38] D.R. Nugmanov, O.S. Sitdikov, M.V. Markushev // *The Physics of Metals and Metallography* **116(10)** (2015) 993.
- [39] V.M. Imayev, R.A. Gaisin, E.R. Gaisina, R.M. Imayev, H.-J. Fecht, F. Pyczak // *Materials Science and Engineering A* **609** (2014) 34.
- [40] S.K. Mukhtarov, M.I. Nagimov, A.G. Ermachenko // *Letters on Materials* **2(4)** (2012) 257.
- [41] I.I. Musabirov, I.M. Safarov, M.I. Nagimov, I.Z. Sharipov, R.R. Mulyukov, V.V. Koledov, A.V. Mashirov, A.I. Rudskoi // *Physics of the Solid State* **58(8)** (2016) 1605.
- [42] I.I. Musabirov, I.M. Safarov, I.Z. Sharipov, M.I. Nagimov, V.V. Koledov, V.V. Khovailo, R.R. Mulyukov // *Physics of the Solid State* **59(8)** (2017) 1570.
- [43] I. Musabirov, I. Safarov, M. Nagimov, I. Sharipov, V. Koledov, V. Khovailo, R. Mulyukov // *Materials Today: Proceedings* **4** (2017) 4851.
- [44] I.I. Musabirov, R.R. Mulyukov, V.V. Koledov // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* **82(1)** (2015) 012064.
- [45] A. Biswas, G. Singh, S.K. Sarkar, M. Krishnan, U. Ramamurty // *Intermetallics* **54** (2014) 69.
- [46] T. Miyamoto, W. Ito, R.Y. Umetsu, R. Kainuma, T. Kanomata, K. Ishida // *Scripta Materialia* **62(3)** (2010) 151.
- [47] T. Miyamoto, M. Nagasako, R. Kainuma // *Journal of Alloys and Compounds* **549** (2013) 57.
- [48] V.V. Khovailo, T. Takagi, A.N. Vasilev, H. Miki, M. Matsumoto, R. Kainuma // *Physica Status Solidi A* **183(2)** (2001) R1.
- [49] M. Kök, G. Pirge, Y. Aydogdu // *Applied Surface Science* **268** (2013) 136.
- [50] M. Kök, K. Yildiz // *Applied Physics A* **116(4)** (2014) 2045.
- [51] I.I. Musabirov, I.M. Safarov, R.R. Mulyukov, I.Z. Sharipov, V.V. Koledov // *Letters on Materials* **4(4)** (2014) 265.

МИКРОСТРУКТУРА, МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И ТЕРМИЧЕСКАЯ СТАБИЛЬНОСТЬ УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОГО Al-Mg-Sc-Zr СПЛАВА, ПОЛУЧЕННОГО ВСЕСТОРОННЕЙ ИЗОТЕРМИЧЕСКОЙ КОВКОЙ

О.Ш. Ситдилов*, Е.В. Автократова, О.Э. Мухаметдинова, Р.Н. Гарипова,
Р.Р. Ильясов, М.В. Маркушев

Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, ул. Степана Халтурина 39, г. Уфа, 450001, Россия

*e-mail: sitdikov@nm.ru

Аннотация. Исследованы изменения структуры и механических свойств литого термонеупрочняемого сложнолегированного сплава 1570С (Al-5Mg-0.18Mn-0.2Sc-0.08Zr, вес.%) в процессе всесторонней изотермическойковки с понижением температуры в интервале 325-175°C до суммарной степени $\epsilon \approx 24$ и последующего отжига в интервале температур 325-450°C. Показано, что всесторонняя ковка с понижением температуры является эффективным методом обработки сплавов типа 1570С, позволяющим получать объемные заготовки с однородной ультрамелкозернистой структурой с размером зерен до 1-2 мкм и благоприятным сочетанием параметров статической прочности и пластичности.

Ключевые слова: алюминиевый сплав, всесторонняя ковка, эволюция микроструктуры, ультрамелкозернистая структура, механические свойства, термическая стабильность.

1. Введение

Повышение эффективности термомеханической обработки, основанной на методах так называемой интенсивной пластической деформации, с целью измельчения зерен металлов и сплавов, является актуальной и важной технической задачей, решение которой может иметь большой коммерческий потенциал вследствие повышенных технологических и служебных свойств получаемых изделий и полуфабрикатов [1,2]. Результаты многих исследований (например, [1-9]) подтвердили возможность получения ультрамелкозернистой (УМЗ) (с размером зерен около 1 мкм и менее) и даже нанокристаллической (с размером зерен менее 0,1 мкм) структуры в объемных и листовых заготовках из алюминия и его сплавов с помощью интенсивной пластической деформации. Однако, в подавляющем большинстве этих работ использовали довольно затратные и требующие специальной оснастки и оборудования методы, такие как равноканальное угловое прессование (РКУП), либо размеры обрабатываемых образцов были незначительны и не имели коммерческой ценности, как в случае метода кручения под высоким давлением. Одним из наиболее подходящих для промышленного применения является метод всесторонней изотермическойковки (ВИК) [10,11]. Он предполагает использование универсального прессового оборудования и инструмента, имеет практически неограниченный потенциал масштабирования и, соответственно, может быть с минимальными затратами реализован в промышленных условиях.

Известно [12-16], что ВИК предоставляет широкие возможности для варьирования режимов (однократной и общей степени деформации, температурно-скоростных условий и др.) и легкой перестройки цикла обработки для оптимизации процессов измельчения зерен и получения качественных заготовок с регламентированным уровнем свойств. При этом, что немаловажно, с ее помощью можно обрабатывать труднодеформируемые материалы [10,11,13-19]. Последние характеризуются, как правило, низкой технологической пластичностью и высокой прочностью при низкотемпературной обработке; а их высокотемпературная обработка приводит лишь к формированию достаточно неоднородной структуры со сравнительно крупными зернами [10,15,16]. Поэтому, оптимальный подход к термомеханической обработке с использованием ВИК базируется на инициации динамической рекристаллизации при высокотемпературной ковке с последующим понижением температуры и/или повышением степени деформации, для уменьшения размера рекристаллизованных зерен. В результате применения такого подхода в алюминиды титана, например, был достигнут размер зерен 0,1–0,4 мкм [15]. Это позволило повысить прочность (твердость) материала при комнатной температуре и в какой-то мере повысить вязкость его разрушения. При ВИК обработке магниевых сплавов AZ31 после деформации при 350°C средний размер зерен составил около 7 мкм, тогда как при понижении температуры от 350 до 150°C при той же степени деформации он был уменьшен до 0,35 мкм [16]. Формирование такой УМЗ структуры позволило улучшить механические свойства сплава при комнатной температуре и повысить характеристики сверхпластичности [16-18]. К сожалению, несмотря на явные преимущества метода, в литературе практически отсутствуют данные по обработке сложнолегированных алюминиевых сплавов, таких как термонеупрочняемые Al-Mg сплавы с высоким содержанием Mg (> 3-4 вес.%) и переходных металлов, которые также часто относят к труднодеформируемым материалам из-за их относительно высокой прочности и низкой пластичности при комнатной температуре [20].

Цель работы - исследовать эффективность метода ВИК с понижением температуры для получения массивных заготовок с УМЗ структурой из термонеупрочняемого сложнолегированного сплава 1570С, а также оценить его механические свойства и термическую стабильность структуры.

2. Материал и методы исследований

Выбор материала исследования обусловлен тем, что сплав 1570С обладает высокой прочностью, коррозионной стойкостью и хорошей свариваемостью, и рассматривается в качестве одного из основных перспективных материалов летательных аппаратов и спецтехники [21,22]. При этом он легко деформируется до больших степеней ($\epsilon \sim 10$) при высоких температурах (325-450°C) даже в литом крупнозернистом состоянии [23], но разрушается уже при $\epsilon < 2$ при 100-150°C [20].

Заготовки размером $\varnothing 80 \times 150$ мм, вырезанные из гомогенизированного при 360°C в течение 6 часов слитка сплава 1570С стандартного состава (Al-5Mg-0.18Mn-0.2Sc-0.08Zr, вес.%), сначала деформировали до суммарной степени около 12 за 12 переходов на гидравлическом прессе в изотермических условиях при температуре 325°C. Заготовку последовательно осаживали вдоль трех перпендикулярных осей с последующей протяжкой по схеме, представленной на рис. 1. Форма и размеры заготовки при этом сохранялись приблизительно постоянными после каждого перехода [1,15]. Для фиксации структурных изменений, вызванных деформацией, заготовку после ВИК охлаждали в воде.

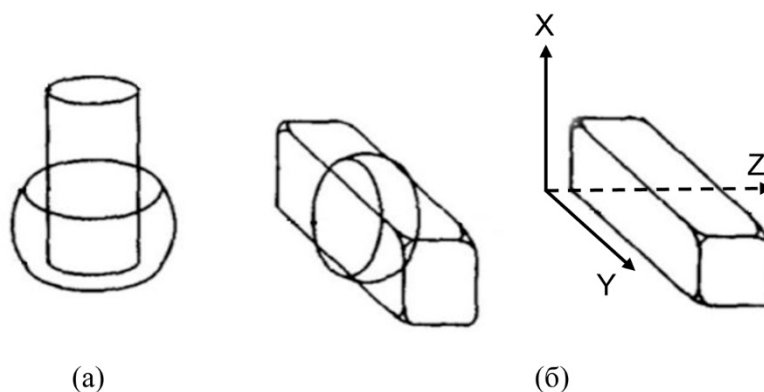


Рис. 1. Схематичное представление процесса ВИК: осадка заготовки вдоль оси X (а); протяжка заготовки вдоль оси Y (б).



Рис. 2. Внешний вид исходной заготовки после первого этапа ВИК (а) и заготовок после ее резки и последующих этапов ВИК при соответствующих температурах (б).

На рис. 2а показан ее внешний вид после завершения первого этапаковки при 325°C. Далее часть заготовки (приблизительно 1/3) отрезали послековки, а оставшуюся часть подвергали второму этапу ВИК при температуре 250°C по той же схеме до суммарной деформации около 6 (за 6 переходов).

Аналогичным образом был проведен третий этап ВИК при температуре 175°C (также до суммарной деформации около 6). В результате, размеры заготовок для проведения исследований структуры и механических свойств после каждого этапаковки были приблизительно 60х60х65 мм (рис. 2б), а максимальная накопленная деформация заготовки за три этапа ВИК, завершившейся при 175°C, составила около 24.

Структуру сплава исследовали в центральной части заготовок (в поперечном сечении параллельном последней оси сжатия), применяя стандартные методы оптической металлографии (ОМ) (с использованием микроскопа «Nikon L-150»), а также

сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии (СЭМ и ПЭМ) (с использованием микроскопов «TESCAN MIRA 3 LMN SEM» с приставкой HKL Channel 5 и «JEOL-2000EX», соответственно). Макроструктуру сплава выявляли травлением в 40% растворе гидроксида натрия в дистиллированной воде, микроструктуру - в реактиве Келлера. Объекты для СЭМ и ПЭМ готовили струйной электрополировкой на приборе «Тенупол-5» в растворе 20% азотной кислоты и 80% метанола при температуре -28°C и напряжении 20В. Угловые и размерные параметры структуры, в том числе, средний угол разориентировки межкристаллитных границ, $\Theta_{\text{ср}}$, долю большеугловых границ (БУГ), $f_{\text{БУГ}}$, и средний размер зерен и субзерен определяли из анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов (СЭМ-EBSD). При этом границы с углом разориентировки менее 2° в расчет не принимали. На картах EBSD малоугловые границы ($2^{\circ} < \Theta < 15^{\circ}$) и БУГ ($\Theta \geq 15^{\circ}$) обозначали белыми и черными линиями, соответственно. Размер (суб)зерен определяли методом эквивалентного диаметра, как величину диаметра круга, равновеликого эллипсу, вписанному в каждый кристаллит [24]. Под зернами понимали кристаллиты со всех сторон окруженные БУГ, в иных случаях их относили к субзернам.

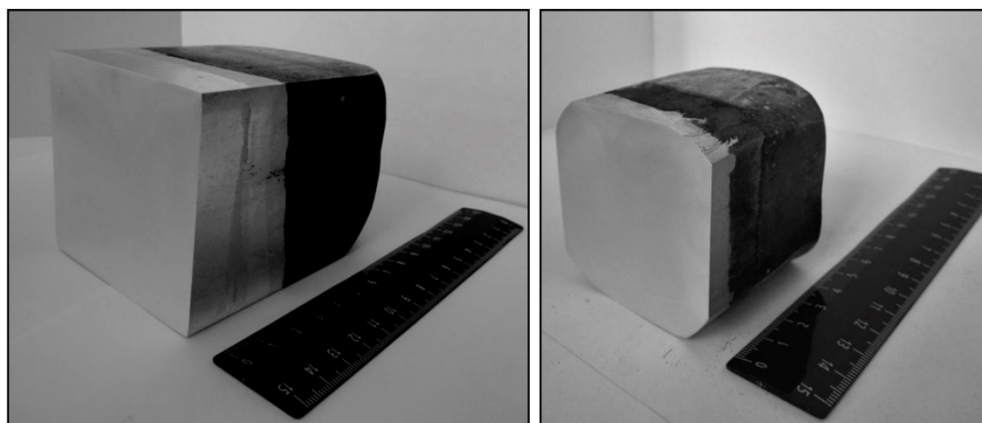
Размер выделений $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ перед ВИК определяли по темнопольным ПЭМ изображениям. При этом анализировали не менее 300 частиц. Микротвердость измеряли по методу Виккерса при комнатной температуре при нагрузке 0.5 Н. Испытания на растяжение плоских образцов с размером рабочей части $1,5 \times 3 \times 6 \text{ мм}^1$ проводили при комнатной температуре на универсальном динамометре «Instron 1185». Термическую стабильность структуры в интервале температур $325\text{--}450^{\circ}\text{C}$ оценивали после одночасового отжига.

3. Результаты и обсуждение

Макроструктура заготовок после первого (при 325°C) и третьего (при 175°C) этапов ВИК представлена на рис. 3. Видно, что при опробованной схеме и режимах ВИК технологическая пластичность сплава оказалась достаточной для успешного деформирования заготовок до суммарной степени $\epsilon \approx 24$, завершаемого при 175°C . При этом на всех этапах ВИК в заготовках не отмечали формирования каких-либо несплошностей в виде трещин, заковок и расслоений. Кроме того, вид макрошлифов свидетельствовал о гомогенности формирующейся структуры по сечению заготовок на всех этапахковки. Отсутствие макроскопических дефектов и наблюдаемая макроскопическая однородность структуры, по всей видимости, были обусловлены разнонаправленной схемой деформирования, приводившей к равномерной проработке (трансформации) структуры материала во всех сечениях заготовки при последовательном изменении оси приложения к ней нагрузки.

Микроструктура сплава в исходном гомогенизированном слитке состояла из равноосных зерен со средним размером 25 мкм (рис. 4а), характеризовалась преимущественно большеугловой разориентировкой межкристаллитных границ (рис. 4б) и содержала относительно равномерно распределенные когерентные матрице дисперсные выделения $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ диаметром 5-10 нм (рис. 4в).

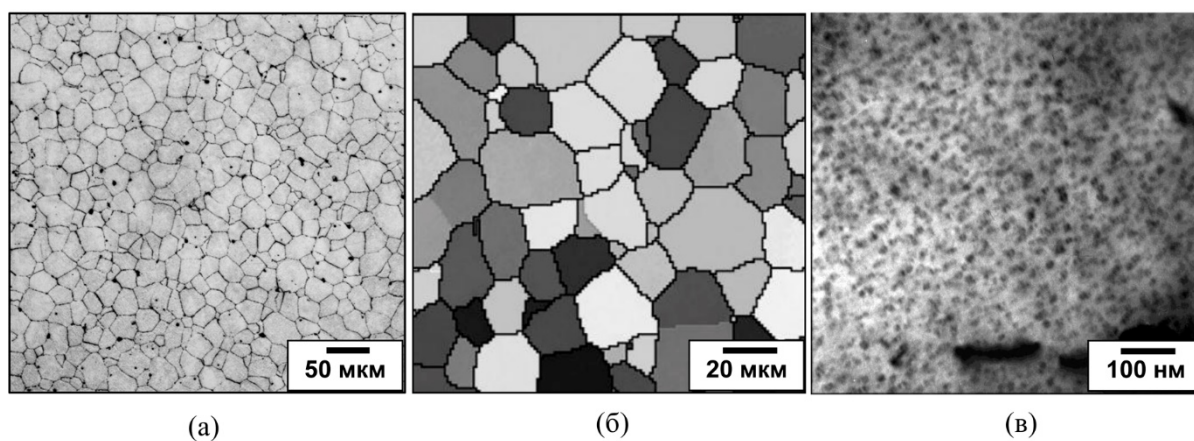
¹ Размер образцов в настоящей работе был выбран для корректного сравнения механических свойств с данными, полученными после РКУП в работе [25]. В связи с малыми размерами рабочей части образцов удлинение до разрушения может быть завышено по сравнению со стандартными испытаниями.



(a)

(б)

Рис. 3. Макроструктура заготовок: после первого (а) и третьего этапов ВИК (б).

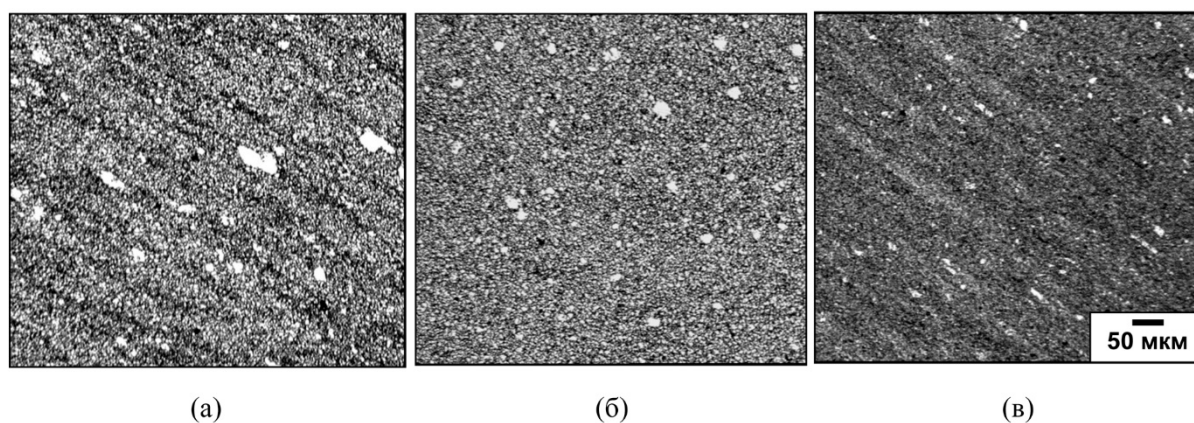


(a)

(б)

(в)

Рис. 4. Исходная структура сплава 1570С: (а) ОМ; (б) СЭМ-EBSD и (в) ПЭМ.



(a)

(б)

(в)

Рис. 5. Микроструктура сплава 1570С после первого (а); второго (б); и третьего этапов ВИК (ОМ).

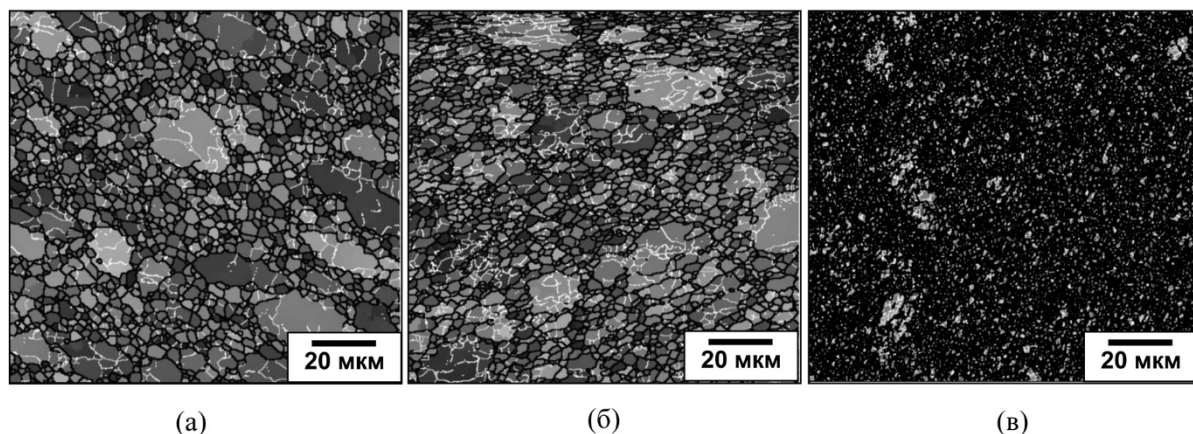


Рис. 6. Карты восстановленных структур сплава 1570С после первого (а); второго (б); и третьего (в) этапов ВИК (СЭМ-EBSD).

ВИК привела к значительному измельчению зерен уже на первом этапе (рис. 5а, 6а): крупнозернистая структура на 85-90% замещалась новой мелкозернистой структурой, в которой доля БУГ достигала 0,78 (рис. 7а). При этом размер субзерен и зерен был почти одинаков и составлял 1,9 и 2,2 мкм, соответственно (рис. 7б). Это свидетельствовало, что сетки малоугловых границ формировались в литой структуре (рис. 4) в процессе высокотемпературнойковки, а затем практически полностью трансформировались в БУГ. При этом ПЭМ изображения новой структуры характеризовались границами (суб)зерен с четким экстинкционным контрастом и углами в тройных стыках, близкими к 120° , а также достаточно однородным распределением и низкой плотностью решеточных дислокаций внутри (суб)зерен (рис. 8а). Принимая во внимание все описанные выше особенности и параметры сформировавшейся структуры, основной механизм измельчения зерен можно идентифицировать как непрерывную динамическую рекристаллизацию [26].

Следует отметить, что измельчение зеренной структуры на первом этапе ВИК практически полностью завершалось при небольшом количестве (около 10-15%) оставшихся крупных фрагментов исходных зерен, содержащих сетки малоугловых границ. Как обсуждалось в предыдущих работах [4,12-14,23], наличие нерекристаллизованных фрагментов исходных зерен после первого этапа ВИК было обусловлено тем, что трансформация структуры в процессе непрерывной динамической рекристаллизации при постоянной температуре высокотемпературнойковки достигала своего насыщения на определенной стадии измельчения зерен. При дальнейшей деформации практически вся вновь вносимая в материал энергия релаксировала в мелкозернистых областях за счет развития в них зернограницного проскальзывания и динамического возврата [4,13,14]. Внутри крупных кристаллитов также устанавливалось динамическое равновесие, при котором скорость образования субграниц была приблизительно равна скорости их аннигиляции в процессе динамического возврата [26,27]. Соответственно, увеличение степени деформации не обеспечивало заметных изменений структуры и не приводило к дальнейшему уменьшению размеров ни мелких зерен, ни присутствующих в структуре относительно крупных фрагментов исходных зерен.

Понижение температуры на последующих этапах ВИК обуславливало изменение характера внутризеренного дислокационного скольжения, а также уменьшение вклада зернограницного проскальзывания в общую деформацию и снижение скорости динамического возврата [26,27], что нарушало установившееся при более высокой температуре динамическое равновесие структуры и приводило к образованию новых

субзеренных и зеренных границ (рис. 5б, в и 6б, в). При этом формирование новых межкристаллитных границ обеспечивало уменьшение среднего размера субзерен и зерен до 1,6 и 1,9 мкм при 250°C и 0,85 и 1,0 мкм при 175°C, соответственно (рис. 7б). Одновременно отмечалось повышение однородности микроструктуры на мезоуровне за счет уменьшения удельной доли и размера нерекристаллизованных участков исходных зерен.

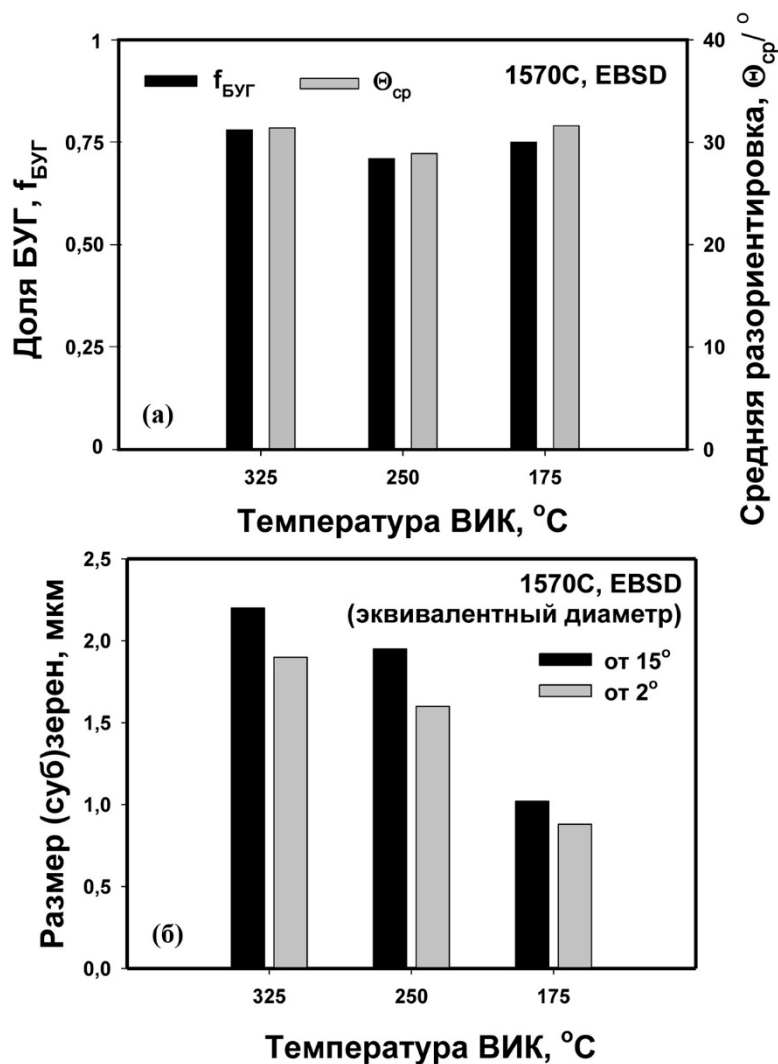


Рис. 7. Параметры структуры, формирующейся в сплаве 1570С на разных этапах ВИК. На (а) - доля БУГ и средняя разориентировка (суб)зеренных границ; на (б) - средний размер (суб)зерен.

Однако последние полностью не рекристаллизовались в процессековки и отдельные крупные кристаллиты по-прежнему присутствовали в материале даже после завершения обработки при 175°C (рис. 5в и 6в). Интересно при этом отметить, что, несмотря на измельчение зерен при понижении температуры ВИК, доля БУГ и средний угол разориентировки межкристаллитных границ в новых зеренных структурах, формирующихся на каждом этапе, практически не изменялись, оставаясь на уровне 75-78% и 30-31°, соответственно (рис. 7а). Это свидетельствовало о достижении на каждом этапе ВИК равновесия, при котором после больших степеней деформации устанавливалось приблизительно постоянное соотношение между фракциями мало- и большеугловых границ. Последнее можно отнести к особенностям микроструктуры, формирующейся при непрерывной динамической рекристаллизации [4,9,12-14,16-18].

ПЭМ структура сплава, напротив, становилась более неоднородной при понижении температуры ВИК (рис. 8б, в). При этом большинство кристаллитов приобретали вытянутую, близкую к четырехугольной форму и были окружены границами, демонстрирующими неравномерный экстинкционный контраст. Следует также отметить, что наряду с относительно крупными (50–250 нм) выделениями β -фазы

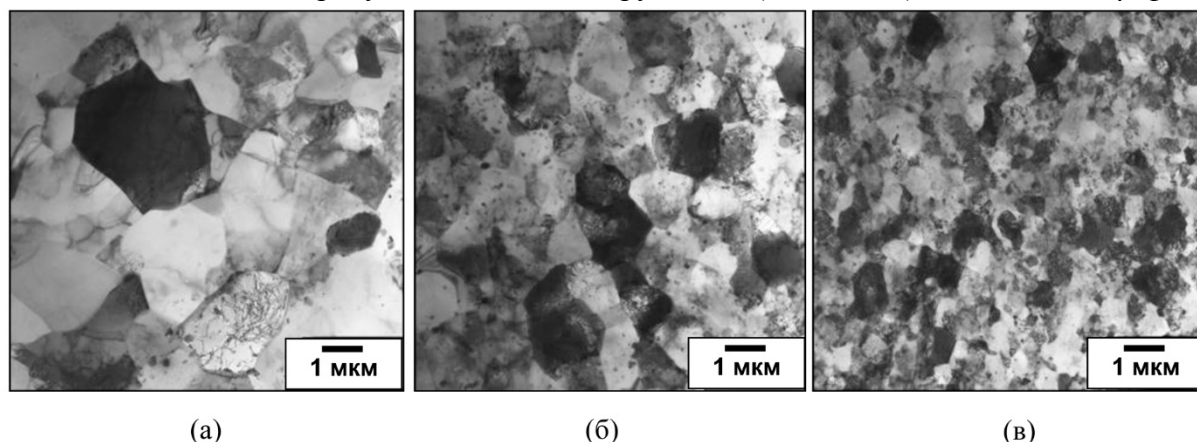


Рис. 8. Тонкая структура сплава 1570С, подвергнутого ВИК с понижением температуры: (а) после первого этапа при 325°C; (б) после второго этапа при 250°C; (в); после третьего этапа при 175°C (ПЭМ).

(Al-Mg), формирующимися при выдержке и деформации при температурах ниже сольвуса (около 280°C) [28,29], внутри таких кристаллитов становилось более гетерогенным распределение решеточных дислокаций. Кроме того, формирующиеся структуры характеризовались большей плотностью дислокаций, что было обусловлено меньшей скоростью динамического возврата при понижении температуры ВИК.

Таким образом, три последовательных этапа ВИК массивных заготовок из сплава 1570С, проводимые при понижении температуры, позволили получить состояние с практически однородной УМЗ структурой с размером зерен около 1 мкм. Отметим, что микроструктура с близкими параметрами была ранее получена в данном сплаве методом РКУП при 325°C [9,25,30]. Также сравнительный анализ данных, полученных при РКУП и ВИК, показывает, что при одной и той же температуре обработки (325°C) при РКУП формируется структура с почти вдвое меньшим размером зерен, чем при ВИК. Очевидно, что эта разница обусловлена как схемой напряженно-деформированного состояния, так и различной скоростью деформации [31]. Так, по оценке [31,32], скорость деформации при ВИК ($\sim 10^{-2} \text{ с}^{-1}$) была приблизительно на два порядка ниже по сравнению с РКУП. Размер зерен, формирующихся при высокотемпературной ИПД в алюминиевых сплавах, определяется уникальной зависимостью от температурно-скомпенсированной скорости деформации (параметра Зинера-Холломона) [31,32]. Соответственно, по характеру воздействия на размер зерен эффект от более высокой скорости деформации, достигаемой при РКУП, может быть аналогичным понижению температуры в процессековки [31]. Между тем, как было отмечено выше, применение схемы ВИК с понижением температуры вместо высокотемпературного РКУП представляется более предпочтительным (выгодным) при прочих равных условиях, поскольку РКУП является значительно более дорогостоящей процедурой [3].

Механические свойства при растяжении сплава до и после ВИК при комнатной температуре представлены в таблице 1. Для сравнения там же приведены соответствующие данные после 8 проходов РКУП по схеме Вcz при 325°C [25]. Из представленных результатов следует, что прочностные характеристики сплава после первого этапа ВИК практически не изменялись, сохраняясь на уровне исходного

состояния, тогда как после РКУП, проведенного при той же температуре, прочность сплава была заметно выше. С проведением ВИК при пониженных температурах, пределы текучести и прочности возрастали и после третьего этапа превышали значения

Таблица 1. Механические свойства на растяжение при комнатной температуре сплава 1570С после обработки методом ВИК и РКУП.

Состояние	Hv	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа	δ , %
Исходное	105±10	240±3	355±6	28±1
+ ВИК при 325°C	105±10	235±5	360±5	38±3
+ ВИК при 250°C	115±10	260±6	370±4	33±2
+ ВИК при 175°C	120±10	320±6	390±5	32±2
РКУП Вcz 325°C [25]	-	300±4	380±6	31±2

после РКУП. По сравнению с исходным крупнозернистым состоянием, прирост Hv за счет ВИК составил около 15%, $\sigma_{0,2}$ – 30%, σ_b – 11%.

Согласно закона Холла-Петча [16,26,30], предел текучести сплава с ультрамелким размером зерен должен был быть выше, чем в крупнозернистом состоянии. Поэтому, измельчение зерен при всех температурах ВИК должно было приводить к упрочнению материала. Отсутствие значимого упрочнения после ВИК при 325°C связано с тем, что упрочняющий эффект от имевшего место измельчения зерен компенсировался разупрочнением, вызванным изменением морфологии упрочняющих дисперсных выделений $Al_3(Sc,Zr)$. А именно, внутри кристаллитов, формирующихся при ВИК (рис. 9а), как и в исходной структуре (рис. 4в), наблюдалась высокая плотность дисперсоидов $Al_3(Sc,Zr)$, которые сохраняли свои размеры и, судя по дельта - нулевому контрасту, когерентность с алюминиевой матрицей. В то же время, дисперсоиды вблизи БУГ становились заметно крупнее, и значительная их часть теряла когерентность. Причины такого поведения частиц обсуждались в ряде работ, например [23,30]. Одна из главных причин заключается в том, что потеря когерентности происходит при взаимодействии выделений с мигрирующими границами зерен из-за перестройки (переориентации) их решетки вокруг выделений. Другая обусловлена более высокими скоростями диффузии атомов Sc и Zr вдоль БУГ, по сравнению с объемной диффузией в теле зерен. Таким образом, развитие динамической рекристаллизации и повышение доли БУГ в процессе ВИК способствовало уменьшению количества когерентных частиц и их дисперсности и, соответственно, снижению их вклада в упрочнение материала. При понижении же температуры ВИК скорость диффузии уменьшалась, рост алюминидов переходных металлов замедлялся (рис. 9б и в) и дальнейшее измельчение зерен, как и рост плотности дислокаций при ВИК (рис. 8), закономерно приводили к упрочнению сплава.

Как следует из таблицы 1, упрочнение сплава при ВИК сопровождалось достижением/сохранением высокой пластичности вследствие измельчения зерен, что также хорошо согласуется с данными, полученными для РКУП [25]. В целом, представленные результаты указывают на то, что ВИК с понижением температуры можно рассматривать как эффективный метод, позволяющий получать в сплаве 1570С благоприятное сочетание прочностных и пластических свойств.

Оценка *термической стабильности сформированной при ВИК структуры* показала, что в целом при пост-деформационном часовом отжиге она была стабильна во всех состояниях вплоть до температуры 400°C (рис. 10). При этом более равновесная и

крупнозернистая структура, полученная после первого этапа ВИК, оставалась довольно стабильной и при нагреве до 425°C, а наиболее нагартованная и дисперсная структура, сформировавшаяся после третьего этапа, напротив, была наименее стабильна и практически полностью подвержена аномальному росту зерен (рис. 11). В результате последняя трансформировалась в процессе отжига в бимодальную структуру, содержащую области как крупных, так и ультрамелких зерен (рис. 11в). Как отмечено в [30], движущей силой интенсивной миграции границ отдельных зерен служила повышенная плотность дислокаций, а также повышенная протяженность деформационно-индуцированных межкристаллитных границ, часто формирующих тройные стыки с углами, далекими от 120°. Все это, по-видимому, и способствовало более быстрому росту зерен после низкотемпературной обработки.

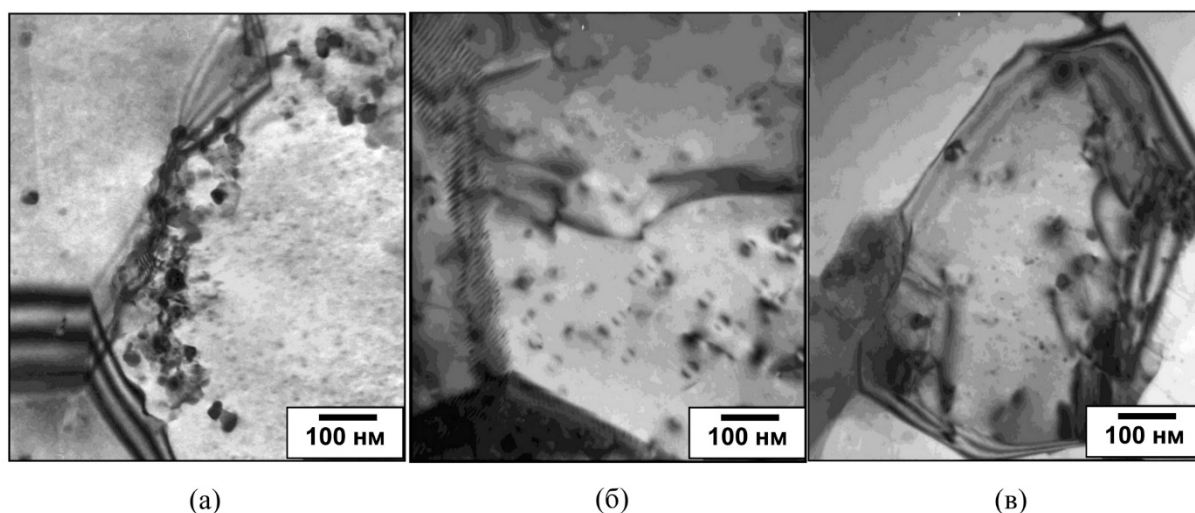


Рис. 9. Распределение выделений в структуре сплава 1570С после первого (а), второго (б) и третьего (в) этапа ВИК (ПЭМ).

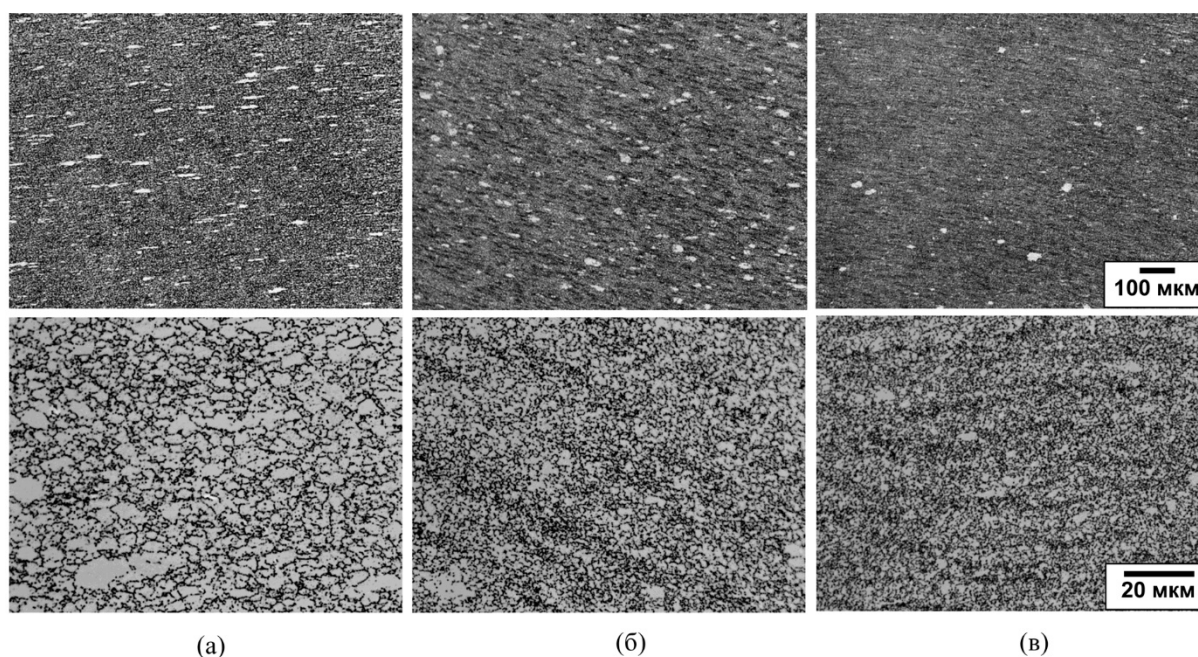


Рис. 10. Микроструктура сплава 1570С после ВИК и последующего часового отжига при 400°C: после первого (а); второго (б); и третьего (в) этапа ВИК (ОМ).

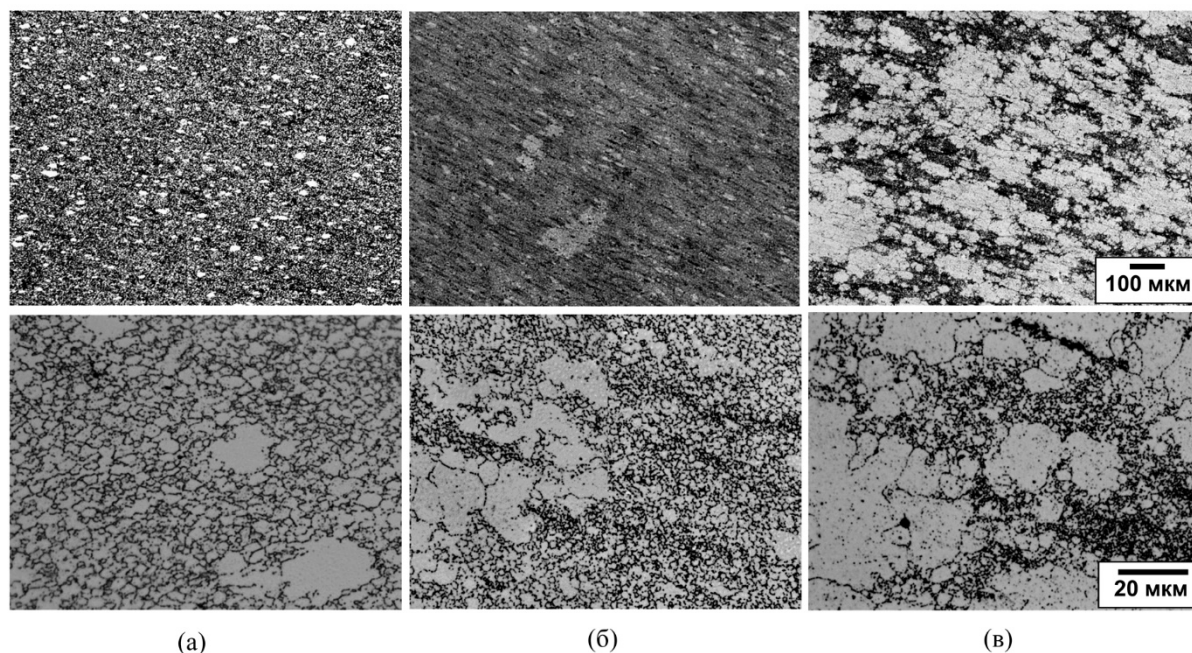


Рис. 11. Микроструктура сплава 1570С после ВИК и последующего часового отжига при 425°С: после первого (а); второго (б); и третьего (в) этапа ВИК (ОМ).

Полученные результаты показывают, что достичь какого-либо экстраординарного повышения сверхпластических характеристик сплава после ВИК можно только в условиях реализации низкотемпературной сверхпластичности (т.е. при температурах, не превышающих 425°С, при которых сплав сохраняет термическую стабильность при нагревах «под деформацию»). Известно, что сплавы данной системы Al-Mg-Sc(Zr) в УМЗ состоянии демонстрируют достаточно высокие показатели низкотемпературной сверхпластичности [9], что возможно позволит решить проблему их низкой технологической пластичности даже при относительно низких температурах. Также, следует отметить, что для дальнейшего повышения уровня механических свойств при разработке технологий получения УМЗ заготовок методом ВИК с понижением температуры требуются постановка дополнительных работ, направленных на оптимизацию режимов ВИК. В частности, коррекция режимов обработки сплавов данного типа может заключаться в ограничении степени деформации массивных заготовок на высокотемпературной стадии ВИК для ограничения роста и обеспечения более однородного распределения когерентных частиц [33]. Это может дополнительно увеличить прочность материала и повысить его термическую стабильность, что и предстоит проанализировать при проведении дальнейших исследований.

4. Выводы

Исследовали изменения структуры и механических свойств массивных заготовок из термонеупрочняемого сплава 1570С (Al-5Mg-0,18Mn-0,2Sc-0,08Zr, вес.%) в процессе трехэтапной всесторонней изотермическойковки с понижением температуры в интервале 325-175°С до суммарной степени деформации около 24.

1. На всех этапахковки были получены массивные заготовки с однородной ультрамелкозернистой структурой, отличающейся размером зерен. Гомогенность структуры была обусловлена многоэтапной разнонаправленной деформацией, обеспечившей равномерное измельчение зерен по объему заготовок.

2. После всесторонней изотермическойковки при 325°С средний размер зерен сплава достигал 2,2 мкм при 325°С, 1,9 мкм при 250°С и 1,0 мкм при 175°С. При этом доля

большеуголовых границ и средний угол разориентировки межкристаллитных границ после всесторонней изотермическойковки при 325°C составили 0,78 и 31,4° и при последующейковке при 250 и 175°C практически не изменялись и оставались на уровне 0,75-0,80 и 30°, соответственно. Это свидетельствовало о достижении на каждом этапе всесторонней изотермическойковки равновесных состояний, в которых после больших деформации устанавливалось приблизительно постоянное соотношение между фракциями мало- и большеуголовых интеркристаллитных границ.

3. Оценка механических свойств сплава при растяжении при комнатной температуре показала, что после первого этапа всесторонней изотермическойковки, его прочностные характеристики сохраняются на уровне литого и гомогенизированного состояния. После трех этаповковки прирост Н_v составил около 15%, $\sigma_{0,2}$ - 30%, σ_b - 11%. Улучшение статической прочности сопровождалось сохранением достаточно высоких показателей пластичности. В целом, всестороннюю изотермическуюковку с понижением температуры можно рассматривать как эффективный метод, позволяющий получать в сплаве 1570С благоприятное сочетание прочностных и пластических свойств.

4. Микроструктура сплава во всех полученных структурных состояниях была стабильна после часовых отжигов вплоть до 400°C. Отжиг при температуре 425°C приводил к аномальному росту зерен в заготовках после второго и третьего этапов всесторонней изотермическойковки. Повышение степени деформации при всесторонней изотермическойковке и понижение ее температуры приводят к постепенной потере когерентности упрочняющих фаз, повышению плотности дислокаций и увеличению протяженности межкристаллитных границ, снижая термическую стабильность формирующейся структуры.

5. Для разработки технологии получения ультрамелкозернистых заготовок требуется дальнейшая оптимизация ее режимов, которая заключается, прежде всего, в снижении степени деформации массивных заготовок на высокотемпературной стадии всестороннейковки. Это может ограничить рост и обеспечить более однородное распределение упрочняющих сплав когерентных частиц Al₃(Sc,Zr) и, соответственно, увеличить прочность материала и повысить его термическую стабильность.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант №16-08-01189 А). Исследования проводили на базе центра коллективного пользования ИПСМ РАН «Структурные и физико-механические исследования материалов». Авторы выражают благодарность Р.С. Саитову и Р.М. Галикееву за проведение всестороннейковки.

Литература

- [1] Р.З. Валиев, И.В. Александров, *Объемные наноструктурные металлические материалы: получение, структура и свойства* (ИКЦ «Академкнига», М., 2007).
- [2] П.В. Бриджмен, *Исследование больших пластических деформаций и разрыва. Влияние высокого гидростатического давления на механические свойства материалов.* (Иностранная литература, М., 1955).
- [3] В.М. Сегал, В.И. Резников, Ф.Е. Дробышевский, В.И. Копылов // *Известия АН СССР. Металлы* **1** (1981) 115.
- [4] O. Sitdikov, T. Sakai, A. Goloborodko, H. Miura // *Scripta Materialia* **51** (2004) 175.
- [5] H. Akamatsu, T. Fujinami, Z. Horita, T.G. Langdon // *Scripta Materialia* **44** (2001) 759.
- [6] S. Lee, A. Utsunomiya, H. Akamatsu, K. Neishi, M. Furukawa, Z. Horita, T.G. Langdon // *Acta Materialia* **50** (2002) 553.
- [7] F. Musin, R. Kaibyshev, Y. Motohashi, G. Itoh // *Metallurgical and Materials Transactions A* **35** (2004) 2383.
- [8] K. Park, H. Lee, C. Lee, W. Nam, D. Shin // *Scripta Materialia* **51** (2004) 479.

- [9] E. Avtokratova, O. Sitdikov, M. Markushev, R. Mulyukov // *Materials Science and Engineering: A* **538** (2012) 386.
- [10] G. Salishev, R. Zaripova, R. Galeev, O. Valiakhmetov // *Nanostructured Materials* **6** (1995) 913.
- [11] Р.Р. Мулюков, А.А. Назаров, Р.М. Имаев // *Известия высших учебных заведений. Физика* **51** (2008) 47.
- [12] O. Sitdikov, T. Sakai, A. Goloborodko, R. Kaibyshev // *Materials Transactions* **45** (2004):2232.
- [13] O. Sitdikov, T. Sakai, H. Miura, C. Hama // *Materials Science and Engineering: A* **516** (2009) 180.
- [14] T. Sakai, H. Miura, A. Goloborodko, O. Sitdikov // *Acta Materialia* **57** (2009) 153.
- [15] R. Imayev, G. Salishchev, O. Senkov, V. Imayev, M. Shagiev, N. Gabdullin, A. Kuznetsov, F. Froes // *Materials Science and Engineering: A* **300** (2001) 263.
- [16] J. Xing, H. Soda, X. Yang, H. Miura, T. Sakai // *Materials Transactions* **46** (2005) 1646.
- [17] J. Xing, X. Yang, H. Miura, T. Sakai // *Materials Transactions* **49** (2008) 69.
- [18] J. Xing, X. Yang, H. Miura, T. Sakai // *Materials Transactions* **48** (2007) 1406.
- [19] C. Watanabe, R. Monzen, R. Ueji, H. Miura // *Metallurgical and Materials Transactions A*. doi: 10.1007/s11661-017-4303-7.
- [20] О.Ш. Ситдилов, Р.Н. Гарипова, Е.В. Автократова, О.Э. Мухаметдинова, М.А. Мурзинова, М.В. Маркушев // *Письма о материалах* **7** (2017) 239.
- [21] Y. Filatov, V. Elagin, V. Zakharov // *Materials Science and Engineering: A* **280** (2000) 97.
- [22] J. Royset, N. Ryum // *International Materials Reviews* **50** (2005) 19.
- [23] О. Ситдилов, Р. Гарипова, Е. Автократова, О. Мухаметдинова, М. Маркушев // *Письма о материалах* **6** (2016) 200.
- [24] *Channel 5: User Manual* (Oxford Instruments HKL, 2007). https://caf.ua.edu/wp-content/uploads/docs/JEOL-7000F-Oxford_Channel_5_User_Manual.pdf.
- [25] R. Kaibyshev, E. Avtokratova, O. Sitdikov // *Materials Science Forum* **638-642** (2010) 1952.
- [26] F. J. Humphreys, M. Hatherly, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena* (Amsterdam, Elsevier, 2004).
- [27] J. Čadež, *Creep in Metallic Materials* (Elsevier, 1988).
- [28] О.Ш. Ситдилов, Е.В. Автократова, Р.И. Бабишева // *Физика металлов и металловедение* **110** (2010) 161.
- [29] O. Sitdikov, E. Avtokratova, T. Sakai, K. Tsuzaki // *Metallurgical and Materials Transactions A* **44** (2013) 1087.
- [30] E. Avtokratova, O. Sitdikov, O. Mukhametdinova, M. Markushev, S.V.S.N. Murty, M.J.N.V. Prasad, B.P. Kashyap // *Journal of Alloys and Compounds* **673** (2016) 182.
- [31] O. Sitdikov // *Inorganic Materials: Applied Research* **7** (2016) 149.
- [32] O. Sitdikov, T. Sakai, E. Avtokratova, R. Kaibyshev, Y. Kimura, K. Tsuzaki // *Materials Science and Engineering: A* **444** (2007) 18.
- [33] М.В. Маркушев, О.Ш. Ситдилов, Е.В. Автократова // *Патент РФ № 2575264*

MICROSTRUCTURE, MECHANICAL PROPERTIES AND THERMAL STABILITY OF THE ULTRAFINE GRAINED Al-Mg-Sc-Zr ALLOY PROCESSED BY MULTI-DIRECTIONAL ISOTHERMAL FORGING

O.Sh. Sitdikov*, E.V. Avtokratova, O.E. Mukhametdinova, R.N. Garipova,
R.R. Ilyasov, M.V. Markushev

Institute for Metals Superplasticity Problems, 450001, Ufa, Bashkortostan, Khalturin str., 39, Russia

*e-mail: sitdikov@nm.ru

Abstract. Changes in the structure and mechanical properties of the billets from the cast non-age-hardenable complex-alloyed 1570C alloy (Al-5Mg-0.18Mn-0.2Sc-0.08Zr, weight%) were studied during multi-directional isothermal forging with decreasing temperature from 325 to 175°C up to cumulative strain $\epsilon \approx 24$ and subsequent annealing in the temperature interval from 325 to 450°C. It is shown that the multi-directional forging with decreasing temperature can be an effective method providing processing of billets with ultrafine grain structure with the grain size up to 1-2 μm and a favorable combination of strength and ductility in the aluminum alloy 1570C.

Keywords: aluminum alloy, multidirectional forging, microstructural evolution, ultrafine grained structure, mechanical properties, thermal stability.

References

- [1] R. Z. Valiev, I. V. Alexandrov, *Bulk nanostructured metallic materials: preparation, structure and properties* (IKTS "Akademkniga", Moscow, 2007). (in Russian).
- [2] P. W. Bridgman, *Investigation of large plastic deformations and rupture. The effect of high hydrostatic pressure on the mechanical properties of materials*. (Foreign literature, Moscow, 1955). (in Russian).
- [3] V. M. Segal, V. I. Reznikov, F. E. Drobyshevskiy, V. I. Kopylov // *News of Academy of Sciences of the USSR. Metals* **1** (1981) 115. (in Russian).
- [4] O. Sitdikov, T. Sakai, A. Goloborodko, H. Miura // *Scripta Materialia* **51** (2004) 175.
- [5] H. Akamatsu, T. Fujinami, Z. Horita, T.G. Langdon // *Scripta Materialia* **44** (2001) 759.
- [6] S. Lee, A. Utsunomiya, H. Akamatsu, K. Neishi, M. Furukawa, Z. Horita, T.G. Langdon // *Acta Materialia* **50** (2002) 553.
- [7] F. Musin, R. Kaibyshev, Y. Motohashi, G. Itoh // *Metallurgical and Materials Transactions A* **35** (2004) 2383.
- [8] K. Park, H. Lee, C. Lee, W. Nam, D. Shin // *Scripta Materialia* **51** (2004) 479.
- [9] E. Avtokratova, O. Sitdikov, M. Markushev, R. Mulyukov // *Materials Science and Engineering: A* **538** (2012) 386.
- [10] G.S. Salischev, R. Zaripova, R. Galeev, O. Valiakhmetov // *Nanostructured Materials* **6** (1995) 913.
- [11] R.R. Mulyukov, A.A. Nazarov, R.M. Imayev // *Russian Physics Journal* **51** (2008) 492.
- [12] O. Sitdikov, T. Sakai, A. Goloborodko, R. Kaibyshev // *Materials Transactions* **45** (2004) 2232.
- [13] O. Sitdikov, T. Sakai, H. Miura, C. Hama // *Materials Science and Engineering: A* **516** (2009) 180.
- [14] T. Sakai, H. Miura, A. Goloborodko, O. Sitdikov // *Acta Materialia* **57** (2009) 153.

- [15] R. Imayev, G. Salishchev, O. Senkov, V. Imayev, M. Shagiev, N. Gabdullin, A. Kuznetsov, F. Froes // *Materials Science and Engineering: A* **300** (2001) 263.
- [16] J. Xing, H. Soda, X. Yang, H. Miura, T. Sakai // *Materials Transactions* **46** (2005) 1646.
- [17] J. Xing, X. Yang, H. Miura, T. Sakai // *Materials Transactions* **49** (2008) 69.
- [18] J. Xing, X. Yang, H. Miura, T. Sakai // *Materials Transactions* **48** (2007) 1406.
- [19] C. Watanabe, R. Monzen, R. Ueji, H. Miura // *Metallurgical and Materials Transactions A*. Doi: 10.1007/s11661-017-4303-7.
- [20] O. Sitdikov, R. Garipova, E. Avtokratova, O. Mukhametdinova, M. Murzinova, M. Markushev // *Letters on Materials* **7** (2017) 239. (in Russian) .
- [21] Y. Filatov, V. Elagin, V. Zakharov // *Materials Science and Engineering: A* **280** (2000) 97.
- [22] J. Royset, N. Ryum // *Inter. Mater. Reviews* **50** (2005) 19.
- [23] O. Sitdikov, R. Garipova, E. Avtokratova, O. Mukhametdinova, M. Markushev // *Letters on Materials* **6** (2016) 200.
- [24] *Channel 5: User Manual* (Oxford Instruments HKL, 2007). https://caf.ua.edu/wp-content/uploads/docs/JEOL-7000F-Oxford_Channel_5_User_Manual.pdf.
- [25] R. Kaibyshev, E. Avtokratova, O. Sitdikov // *Materials Science Forum* **638-642** (2010) 1952.
- [26] F. J. Humphreys, M. Hatherly, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena* (Amsterdam, Elsevier, 2004).
- [27] J. Čadež, *Creep in Metallic Materials* (Elsevier, 1988).
- [28] O. Sitdikov, E. Avtokratova, R. Babicheva // *The Physics of Metals and Metallography* **110** (2010) 153.
- [29] O. Sitdikov, E. Avtokratova, T. Sakai, K. Tsuzaki // *Metallurgical and Materials Transactions A* **44** (2013) 1087.
- [30] E. Avtokratova, O. Sitdikov, O. Mukhametdinova, M. Markushev, S.V.S.N. Murty, M.J.N.V. Prasad, B.P. Kashyap // *Journal of Alloys and Compounds* **673** (2016) 182.
- [31] O. Sitdikov // *Inorganic Materials: Applied Research* **7** (2016) 149.
- [32] O. Sitdikov, T. Sakai, E. Avtokratova, R. Kaibyshev, Y. Kimura, K. Tsuzaki // *Materials Science and Engineering: A* **444** (2007) 18.
- [33] M.V. Markushev, O.Sh. Sitdikov, E.V. Avtokratova // *RU Patent* 2575264

ВЛИЯНИЕ СЛОЖНОГО НАГРУЖЕНИЯ ПРИ ИЗОТЕРМИЧЕСКОЙ РАСКАТКЕ НА ФОРМООБРАЗОВАНИЕ ПОЛЫХ ВАЛОВ ИЗ ТРУДНОДЕФОРМИРУЕМЫХ СПЛАВОВ

Ф.З. Утяшев*, М.И. Нагимов, Ш.Х. Мухтаров

Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, ул. Степана Халтурина 39, Уфа, 450001, Россия

*e-mail: ufz1947@mail.ru

Аннотация. Изготовление полых валов для газотурбинных двигателей традиционными методами штамповки или прессования отличается высокой трудоемкостью и низким коэффициентом использования металла. Низкая технологичность этих методов обусловлена малой пластичностью и труднодеформируемостью жаропрочных сплавов, из которых изготавливаются эти детали, а также сложной формы последних. В настоящей работе показана возможность применения изотермической раскатки для повышения эффективности процесса изготовления таких деталей. Проведено компьютерное и физическое моделирование процесса раскатки вала. Продемонстрировано влияние сложного нагружения заготовки и её конфигурации на локализацию деформации и формообразование детали при раскатке. Определена рациональная форма заготовки и разработан метод её раскатки, обеспечивающие формирование заданной детали. Результаты исследования использованы в пробной квазиизотермической раскатке натурального вала из высокохромистой стали ЭИ962-Ш с заданными формой, структурой и механическими свойствами.

Ключевые слова: моделирование; раскатка; изотермическая деформация; хромистая сталь; полый вал.

1. Введение

Конструкции полых валов для газотурбинных двигателей (ГТД) обычно сочетают комбинации цилиндрических и конических участков, отличающихся большой протяженностью внутренних полостей, тонкими стенками и малым углом наклона образующей конической поверхности к оси детали. Изготовление таких валов из малопластичных материалов такими методами, как прессование и штамповка, сопряжено с высокой трудоемкостью и низким коэффициентом использования металла (КИМ). Эти недостатки можно устранить, если воспользоваться возможностями процесса локального формоизменения - раскатки заготовки в изотермических или сверхпластических условиях. В работе [1] приведен пример изотермической раскатки вала из стали ЭП517-Ш с высоким значением КИМ. Однако вал в указанной работе имел сравнительно простую – цилиндрическую конструкцию и его раскатка осуществлялась на вращающейся оправке посредством двух приводных роликов, расположенных с противоположных сторон заготовки. Значительные трудности вызывает моделирование раскатки на оправке вала со сложной комбинированной формой одним¹ «свободно» вращающимся роликом. В этом случае заготовка одновременно подвергается

¹ На однороликовых станках упрощается задача обеспечения изотермических условий деформирования.

пластическому кручению, растяжению в направлении оси, уменьшению в радиальном направлении диаметра и по толщине стенки. Деформация при сложном нагружении становится немонотонной и нестационарной: оси тензора деформации поворачиваются во времени и пространстве. Эта особенность существенно усложняет возможность использования пакета прикладных программ «Deform 3D» для количественных расчетов напряженно-деформированного состояния материала при раскатке вала. Тем не менее, используя особенности процесса раскатки полого вала одним роликом в условиях сверхпластичности, изученные в [2], компьютерное моделирование в данной работе использовали для качественного анализа процесса формоизменения заготовки, заменив общую 3D задачу на осесимметричную 2D задачу. Дополнительно для подтверждения результатов компьютерного моделирования осуществили физическое моделирование. В результате исследований разработаны рациональная конструкция заготовки и метод её раскатки, которые были использованы при квазиизотермической раскатке натурального вала ГТД.

2. Методика и материал исследования

Для компьютерного моделирования использовали пакет прикладных программ (ППП) «Deform-3D». Задачу решали в осесимметричной постановке. Температура деформации составляла 900°C, скорость вращения заготовки изменялась пределах 20-50 об/мин, скорость подачи ролика в осевом и радиальном направлениях изменялась в интервале 1-2 мм/мин. Механические свойства деформируемого материала подбирали из перечня материалов, заложенных в ППП «Deform 3D» и наиболее близких по механическим свойствам к стали 11X11H2B2MФ-Ш (ЭИ962-Ш), из которой изготавливают реальный вал.

Методика построения математических моделей с высокой степенью локализации пластической деформации при раскатке осесимметричных деталей представлена в работе [3]. В соответствии с этой методикой, математическая модель раскатки валов из труднодеформируемых сплавов в условиях изотермической, в том числе сверхпластической [4] деформации на основе метода конечных элементов в программной среде DEFORM включала следующие этапы:

- построение конечно-элементной модели заготовки;
- определение граничных условий конечно-элементной модели заготовки, в частности, характера ее взаимодействия с инструментом, с помощью гибридной модели трения, сочетающей в себе закон трения Амантона-Кулона и закон трения Зибеля;
- определение закона движения инструмента в модели - угловой скорости вращения заготовки вместе с оправкой и линейной скорости движения ролика;
- построение реологической модели материала заготовки при температуре деформации.

В силу того, что изотермическая раскатка валов является медленно протекающим процессом, массовыми и инерционными силами, действующими на заготовку, пренебрегли и при определении напряженно-деформированного состояния и характера течения металла в процессе раскатки использовали следующие уравнения и соотношения, имеющиеся в программном комплексе DEFORM:

- дифференциальные уравнения равновесия, связывающие компоненты тензора напряжений, определяющего напряженное состояние тела;
- кинематические уравнения, связывающие компоненты тензора скоростей деформаций и скоростей материальных точек тела;
- уравнения пластического течения Леви-Мизеса, связывающие напряженное и деформированное состояние тела;
- условия несжимаемости и пластичности Мизеса.

Решение системы уравнений осуществляли посредством функционала Маркова, представляющего собой разность мощности пластической деформации и мощности внешних сил, приложенных к объекту, принимающего минимальное значение на истинном поле скоростей.

Физическое моделирование процесса раскатки вала осуществляли на токарном станке в масштабе 1:2. На резцедержателе станка установили свободно вращающийся ролик, в шпинделе - оправку, а на пиноли задней бабки - прижим. Заготовки изготавливали из сплава Вуда. Сначала отливали слитки, затем их осаживали на гидравлическом прессе со степенью деформации 70-75% при комнатной температуре. Для сплава Вуда комнатная температура является температурой горячей деформации, в ходе которой проходит динамическая рекристаллизация и формируется однородная структура. После осадки заготовки механически обрабатывали до необходимых размеров.

Раскатку натурального вала, эскиз которого показан на Рис. 1, осуществляли в условиях квазиизотермической деформации на оправке, установленной в шпинделе давилочного станка PNC 600, посредством одного ролика. Инструмент и заготовку нагревали с помощью газовых горелок. Контроль температуры осуществляли высокоточным цифровым пирометром. В качестве исходной заготовки использовали диск диаметром 250 мм и толщиной 20 мм, который вырезали из листового проката хромистой стали.

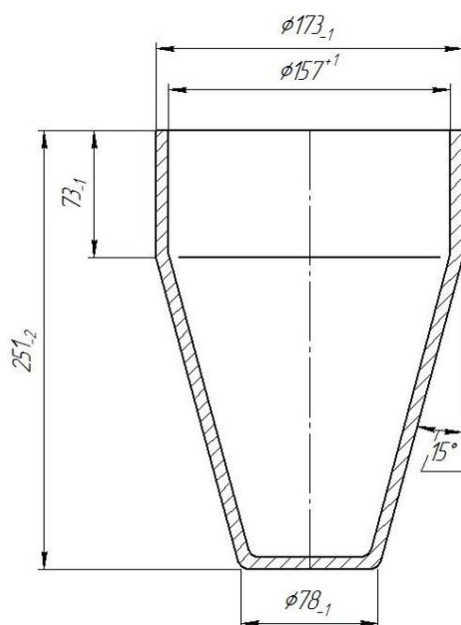


Рис. 1. Эскиз детали, используемой для изготовления полого вала ГТД.

3. Результаты моделирования

Компьютерный расчет. На Рис. 2 приведены результаты компьютерного моделирования различных вариантов процесса формообразования детали, отличающихся формой заготовки, исходным расположением ролика и траекторией его перемещения.

Видно, что в первом варианте произошла локализация деформации в зоне перехода от торцевой поверхности заготовки к конической поверхности.

Во втором варианте предполагалось осуществить раскатку за два прохода: сначала получить деталь с углом конуса, равным 45° , а затем, на втором проходе - деталь с необходимыми размерами и углом конусности, близким к 30° . Однако уже на первом проходе в переходной зоне возникло утонение заготовки.

В третьем варианте при раскатке осуществляли принудительное охлаждение места зажима заготовки. Давильный станок PNC 600 позволяет реализовать такое охлаждение на 100-150°C с помощью воздуха, проходящего через каналы, выполненные в полости прижима. Это позволяет повысить сопротивление деформации материала в этой части и, соответственно, устойчивость к потере формы. Однако, как показал расчет, и в этом случае происходит локализация деформации и недопустимое утонение стенки заготовки.

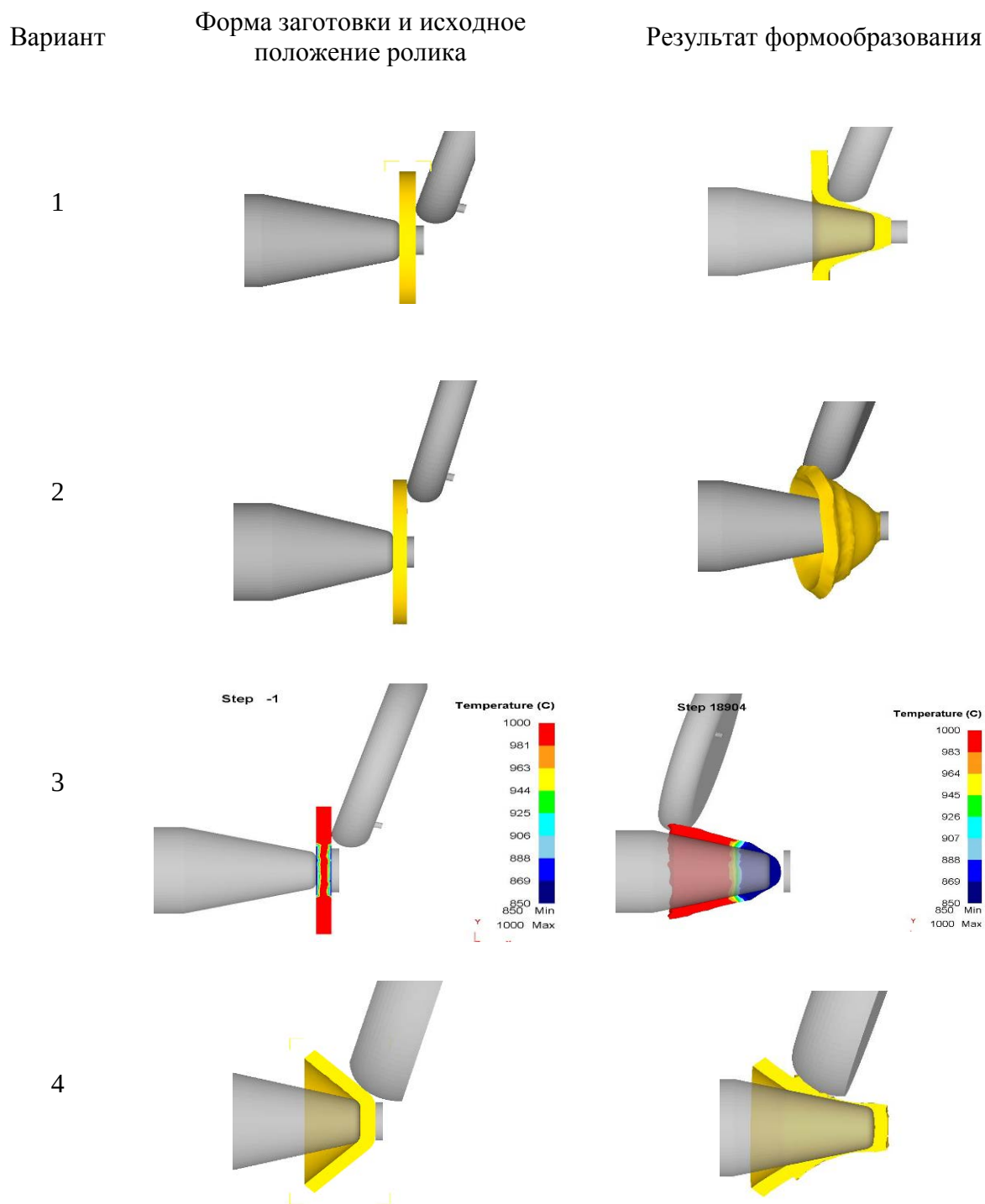


Рис. 2. Результаты компьютерного моделирования: 1 и 3 варианты отличаются утонением заготовки в переходной зоне, в варианте 2 произошло гофрообразование, в варианте 4 - утонение заготовки наблюдается в зоне конического участка.

В четвертом варианте в качестве исходной заготовки была взята коническая чашка с углом, равным 45° . В этом случае попытка раскатать вал за один проход также привела к недопустимому утонению стенки заготовки. В тех же условиях раскатка заготовки за несколько проходов с последовательным уменьшением угла конусности привела к положительному результату. Зона локализации переместилась с критического переходного участка на конический участок, при этом уменьшилась степень утонения стенки. Таким образом, моделирование показало, что необходимо изменить форму, геометрические размеры заготовки и увеличить число проходов. Уточнить такие изменения целесообразно, используя не качественное компьютерное моделирование, а экспериментальное исследование, то есть физическое моделирование.

Физический эксперимент. Для изготовления заготовки в виде чашки (Рис. 3) использовали универсальный динамометр INSTRON 5982, штамповую оснастку и исходную предзаготовку в виде диска. Ручей матрицы штампа (Рис. 3 б) имел две конические поверхности с углами конуса 45° и 15° . В качестве пуансона при штамповке заготовки использовали оправку для раскатки. В результате штамповки была изготовлена заготовка, показанная на Рис. 3 в. Часть с малым конусом обеспечивала при раскатке плотный контакт с оправкой. Часть с большим конусом раскатывали до получения вала с заданными размерами.



Рис. 3. Изготовление модельной заготовки из сплава Вуда: штамповка заготовки (а); оснастка для штамповки (б); осевой разрез заготовки (в).

На Рис. 4 показаны фрагменты физического эксперимента – раскатки детали на токарном станке, а также внешний вид детали и её разрез в осевой плоскости.

Раскатку выполнили за 3 прохода, в ходе которой последовательно уменьшали угол конусности. Завершающий проход произвели с обеспечением контакта заготовки с оправкой в зоне воздействия ролика. В результате раскатки получили деталь с необходимыми размерами, имеющую одинаковую толщину по всему сечению.

Результаты моделирования послужили основой для разработки технологического процесса раскатки натурального вала из сплава ЭИ962-Ш в условиях, близких к изотермическим. Внешний вид натурального вала показан на Рис. 5.

После стандартной термообработки были проведены структурные исследования и механические испытания образцов, вырезанных из натурального вала. Результаты исследований [5-9] соответствовали требованиям технических условий на это изделие.

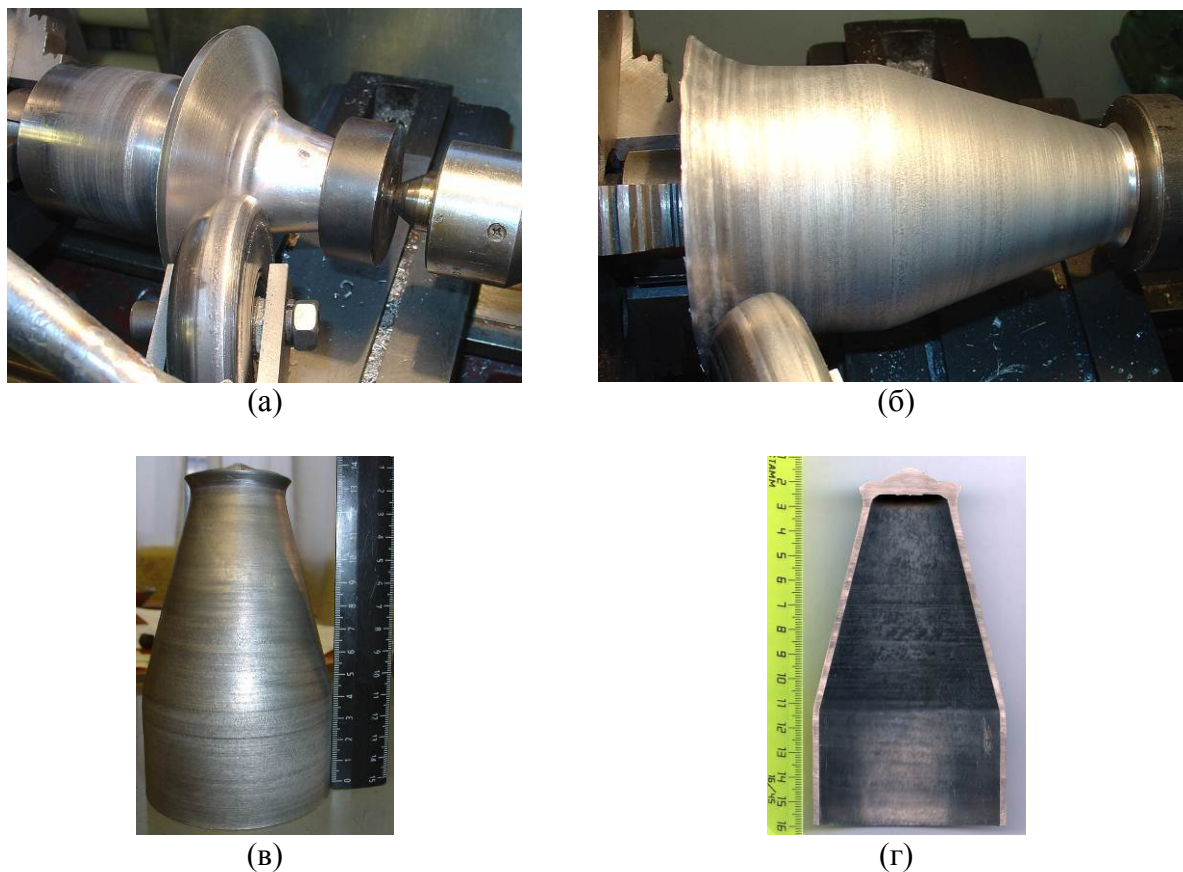


Рис. 4. Раскатка комбинированной детали на токарном станке (а, б), внешний вид детали (в) и её разреза в осевом сечении (г).



Рис. 5. Внешний вид раскатанного натурального вала из хромистой стали ЭИ962-Ш.

5. Обсуждение результатов

Периодическое сложное нагружение заготовки, создаваемое при раскатке переменными деформирующими силами и моментами кручения, приводит к немономонному процессу деформирования [1]. В этом случае деформированное состояние материальной точки определяется суммой симметричного тензора деформации и кососимметричного тензора поворота - двух составляющих тензора дисторсии. Оба тензора влияют на формоизменение заготовки: первый тензор непосредственно, а второй - косвенно, неравномерно поворачивая главные оси тензоров деформации в разных точках очага

деформации. К неоднородному напряженно-деформированному состоянию (НДС) материала приводит также периодическое локальное воздействие ролика на одни и те же участки заготовки. По этим причинам расчет НДС посредством программы «Deform 3D», основанной на гипотезе пропорциональности и соосности тензоров напряжений и деформации, не применимой по отношению к тензорам дисторсии и напряжений, не способен корректно в трехмерной постановке определить распределение напряжений и деформаций в её очаге. В то же время, если воспользоваться теоремой о циркуляции касательных напряжений при кручении [10], то, как показано в работе [2], процесс раскатки можно свести к постановке двумерной задачи раскатки и получить качественный результат, описывающий формоизменение заготовки.

Выполненное в такой постановке моделирование позволило в настоящей работе определить принципиальную форму заготовки для раскатки и разработать «безоправочный» метод её формоизменения на предварительных проходах. Физическое моделирование подтвердило результаты компьютерного моделирования, позволило уточнить форму и размеры заготовки, а также число необходимых проходов.

Благоприятное влияние чашечной формы заготовки и безоправочных проходов ролика на формообразование вала обусловлено уменьшением сил и моментов деформации, приводящих к потере устойчивости заготовки. Пластическое кручение заготовки в очаге деформации снижает значение силы, необходимой для осевой вытяжки материала вдоль оправки материала. Причина этого связана с тем, что кручение переводит материал в пластическое состояние, активизируя работу источников дислокаций, и для их скольжения в необходимом направлении требуется меньшие напряжения, чем в случае, когда вытяжку осуществляют без кручения [1].

Силу деформации, возникающую вследствие давления ролика на заготовку, можно представить векторной суммой трех ортогональных составляющих: тангенциальной (окружной) силы F_t , приводящей к пластическому кручению заготовки, силы, параллельной оси заготовки F_o , обеспечивающей соответствующее смещение материала заготовки, и радиальной силы F_r , нормальной к оси заготовки и приводящей к уменьшению диаметра заготовки. В случае выполнения прохода ролика с использованием поверхности оправки, сила F_r и её реакция со стороны оправки, а также осевая сила приводят к утонению стенки раскатываемого вала, а трение на поверхности оправки приводит к увеличению сил, приводящих к потере устойчивости. При безоправочных проходах ролика трение отсутствует, и вследствие этого уменьшаются силы и моменты деформации, а также исчезает сила реакции оправки, участвующая в нежелательном утонении стенки заготовки, что приводит к повышению устойчивости заготовки. При завершающем проходе ролика с участием оправки, хотя и трение на её поверхности приводит к повышению сил, моментов и напряжений в материале, в целом величина этих нагрузок снижается, поскольку к этому моменту значительно уменьшается радиус заготовки и величина смещаемого роликом объема заготовки.

Таким образом, результаты проведенных исследований показывают целесообразность использования на предварительных этапах изотермической раскатки полых валов безоправочной многопроходной раскатки заготовки, не приводящей к потере устойчивости формы в нераскатанной части заготовки и утонению её стенки в раскатанной части.

6. Выводы

Показана возможность совместного использования компьютерного и физического моделирования для разработки технологического процесса изготовления

комбинированной сложнопрофильной детали, используемой для изготовления полового вала газотурбинного двигателя. С учетом сложности формы и низкой технологичности материала детали, а также необходимости экономии дорогостоящего материала, то есть требования снижения отходов и трудоемкости, продемонстрирована важность выбора рациональной формы исходной заготовки и многопроходного изотермического режима раскатки. Существенное значение при раскатке тонкостенных деталей из толстостенной листовой заготовки имеют предварительные безоправочные проходы, обеспечивающие необходимое уменьшение угла конусности детали и предотвращающие утонение её стенки.

Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки России в рамках реализации федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014 - 2020 годы» (соглашение №14.604.21.0091 от 08.07.2014, уникальный идентификатор проекта прикладных научных исследований - RFMEFI60414X0091).

Литература

- [1] O.A. Kaibyshev, F.Z. Utyashev, *Superplasticity: Microstructural Refinement and Superplastic Roll Forming*. ISTC Science and Technology series (Futurepast, Arlington, Virginia USA, 2005), Vol. 3.
- [2] F.Z. Utyashev, R.Yu. Sukhorukov, G.V. Samarukov, M.I. Nagimov // *Journal of Machinery Manufacture and Reliability* **45**(1) (2016) 65.
- [3] Р.Ю. Сухоруков, А.А. Сидоров, Ф.З. Утяшев, А.Р. Ибрагимов // *Проблемы машиностроения и автоматизации* **1** (2015) 116.
- [4] В.А. Валитов, Р.Р. Мулюков, А.А. Назаров, Р.Ю. Сухоруков, Ф.З. Утяшев // *Проблемы машиностроения и автоматизации* **3** (2013) 51.
- [5] М.И. Нагимов, Ш.Х. Мухтаров, Г.И. Рааб, Р.Ю. Сухоруков, Ф.З. Утяшев // *Проблемы машиностроения и надежности машин* **46**(6) (2017) 91.
- [6] Ш.Х. Мухтаров, М.И. Нагимов, А.А. Закирова, П.А. Классман, Ф.З. Утяшев // *Перспективные материалы* **15** (2013) 92.
- [7] Sh. Mukhtarov, A. Ganeev, M. Nagimov, R. Shakhov, V. Valitov, F. Utyashev // *Key Engineering Materials* **746** (2017) 69. doi:10.4028/www.scientific.net/KEM.746.69.
- [8] R.Yu. Sukhorukov, A.A. Sidorov, A.I. Alimov, M.I. Nagimov, F.Z. Utyashev // *Advanced Materials & Technologies* **1** (2016) 9.
- [9] R.Yu. Sukhorukov, A.A. Sidorov, A.I. Alimov, M.I. Nagimov, Sh.Kh. Mukhtarov, F.Z. Utyashev // *Journal of Machinery Manufacture and Reliability* **45**(6) (2016) 538.
- [10] Л.М. Качанов, *Основы теории пластичности* (Наука, М., 1969).

EFFECT OF COMPLEX LOADING DURING ISOTHERMAL ROLL-FORMING ON FORMING OF HOLLOW SHAFTS OUT OF HARD-TO-DEFORM ALLOYS

F.Z. Utyashev*, M.I. Nagimov, Sh.Kh. Mukhtarov

Institute for metals superplasticity problems of RAS, 39 St. Khalturin, Ufa, 450001, Russia

*e-mail: ufz1947@mail.ru

Abstract. Fabrication of hollow shafts for gas turbine engines by traditional methods such as forging or pressing is characterized by high labor intensity and a low metal utilization ratio. Low technological effectiveness of these methods is caused by the low plasticity and workability of high-temperature alloys, of which the shafts are fabricated and their complex shapes as well. In the present work, the possibility of using isothermal roll-forming to enhance the efficiency of the manufacturing process of such parts is demonstrated. Computer and physics modeling of the shaft roll-forming process is carried out. The effect of complex loading of a billet and its configuration on strain localization and forming of an article during roll-forming are demonstrated. The rational form of a billet is determined and method of its roll-forming is developed that allows for forming a given article. The results of the study are used for quasiisothermal roll-forming of a real hollow shaft out of chromium steel EI962-Sh with given shape, a homogeneous structure and high level of mechanical properties.

Keywords: simulations; roll-forming; isothermal deformation; chromium steel; hollow shaft.

References

- [1] O.A. Kaibyshev, F.Z. Utyashev, *Superplasticity: Microstructural Refinement and Superplastic Roll Forming. ISTC Science and Technology series* (Futurepast, Arlington, Virginia USA, 2005), Vol. 3.
- [2] F.Z. Utyashev, R.Yu. Sukhorukov, G.V. Samarukov, M.I. Nagimov // *Journal of Machinery Manufacture and Reliability* **45(1)** (2016) 65.
- [3] R.Yu. Sukhorukov, A.A. Sidorov, F.Z. Utyashev, A.R. Ibragimov // *Problems of mechanical engineering and automation* **1** (2015) 116. (in Russian).
- [4] V.A. Valitov, R.R. Mulyukov, A.A. Nazarov, R.Yu. Sukhorukov, F.Z. Utyashev // *Journal of Machinery Manufacture and Reliability* **3** (2013) 51. (in Russian).
- [5] M.I. Nagimov, Sh.Kh. Mukhtarov, G.I. Raab, R.Yu. Sukhorukov, F.Z. Utyashev // *Journal of Machinery Manufacture and Reliability* **6** (2017) 91. (in Russian).
- [6] Sh.Kh. Mukhtarov, M.I. Nagimov, A.A. Zakirova, P.A. Klassman, F.Z. Utyashev // *Advanced materials* **15** (2013) 92. (in Russian).
- [7] Sh. Mukhtarov, A. Ganeev, M. Nagimov, R. Shakhov, V. Valitov, F. Utyashev // *Key Engineering Materials* **746** (2017) 69. doi:10.4028/www.scientific.net/KEM.746.69.
- [8] R.Yu. Sukhorukov, A.A. Sidorov, A.I. Alimov, M.I. Nagimov, F.Z. Utyashev // *Advanced Materials & Technologies* **1** (2016) 9.
- [9] R.Yu. Sukhorukov, A.A. Sidorov, A.I. Alimov, M.I. Nagimov, Sh.Kh. Mukhtarov, F.Z. Utyashev // *Journal of Machinery Manufacture and Reliability* **45(6)** (2016) 538.
- [10] L.M. Kachanov, *Fundamentals of the plasticity theory* (Science, Moscow, 1969). (in Russian).

ВЛИЯНИЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАНИЯ КАТОДА ИЗ АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА Al-6%Mg НА ТОК ТЛЕЮЩЕГО ГАЗОВОГО РАЗРЯДА

Р.Х. Хисамов^{1*}, К.С. Назаров¹, И.М. Сафаров¹, И.И. Мусабилов¹,

Ю.М. Юмагузин^{1,2}, Р.Р. Мулюков^{1,2}

¹ Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, ул. Степана Халтурина 39, Уфа, 450001, Россия

² Башкирский государственный университет, ул. Заки Валиди 32, Уфа, 450076, Россия

*e-mail: r.khisamov@mail.ru

Аннотация. В работе представлены результаты исследования влияния деформационного наноструктурирования катода из алюминиевого сплава Al-6%Mg на ток тлеющего газового разряда в газоразрядном приборе. Исследована микроструктура, измерена работа выхода электрона наноструктурного сплава. Показано, что снижение работы выхода электрона в результате наноструктурирования сплава приводит к повышению коэффициента потенциальной ионно-электронной эмиссии и тока тлеющего газового разряда.

Ключевые слова: наноструктура, холодный катод, тлеющий газовый разряд, ионно-электронная эмиссия, работа выхода электрона.

1. Введение

Наноструктурные металлы и сплавы – поликристаллические материалы с малым, около 100 нм, средним размером зерен. Известно, что наноструктурирование материалов приводит к изменению магнитных, тепловых, механических, электрических свойств по сравнению с обычными крупнозернистыми материалами того же химического состава [1-4].

Работа выхода электрона является определяющей характеристикой эмиссионных катодов. От ее величины зависят термо-, авто-, фото- и ионно-электронная эмиссия. Снижение работы выхода электрона в катоде облегчает эмиссию электронов с него. Ранее было обнаружено, что деформационное наноструктурирование металлов приводит к снижению их работы выхода электрона [5-11]. Это позволило предположить перспективность использования наноструктурных металлов в качестве материала для катодов в электронных и ионных приборах.

Одним из потенциальных применений наноструктурных металлов может являться использование их в качестве материалов для холодных катодов газоразрядных приборов с тлеющим разрядом. Холодный катод, работающий по принципу ионно-электронной эмиссии, используется в таких устройствах и приборах, как ионные источники, газовые лазеры и т.п. Известно, что снижение работы выхода электрона катода в газоразрядном приборе снижает напряжение зажигания и горения газового разряда при фиксированном токе разряда или, соответственно, повышает ток разряда при фиксированном напряжении разряда. Следовательно, снижение работы выхода электрона в наноструктурном металле позволяет ожидать повышения тока тлеющего газового

разряда в газоразрядном приборе при использовании его в качестве материала холодного катода.

В связи с этим, целью данной работы являлось исследование влияния наноструктурирования катода из алюминиевого сплава Al-6%Mg на ток тлеющего газового разряда.

2. Материал и методы исследования

Материалом для исследований выбран широко используемый в качестве материала холодного катода алюминиево-магнийевый сплав Al-6%Mg с химическим составом Al-91,9%, Mg-6,3%, Mn-0,6% (примеси Cu<0,1%, Zn<0,2%, Fe<0,4, Si<0,4%).

Формирование наноструктуры в образцах сплава осуществляли методом деформационного наноструктурирования кручением под высоким давлением. Кручение образцов проводили под давлением 6 ГПа на 5 оборотов наковален при комнатной температуре. Для сравнительных измерений были получены образцы сплава с большим размером зерен. Как показали последующие измерения, использование катодов с размером зерен 2 мкм и более приводит к характеристикам газового разряда, типичным для обычного крупнозернистого катода. Поэтому образцы с размером зерен 2 мкм обозначили как крупнозернистые образцы. Для снижения систематической погрешности измерений крупнозернистые образцы получили отжигом наноструктурных образцов при температуре 300°C в течение получаса. Образцы для исследований были в виде дисков диаметром 10 мм и толщиной 0,2-0,3 мм. Эмитирующую поверхность образцов предварительно полировали. Аттестацию микроструктуры образцов проводили с помощью просвечивающего электронного микроскопа Jeol JEM-2000EX.

Для измерения вольтамперных характеристик тлеющего разряда изготовили газоразрядную установку (Рис.1).

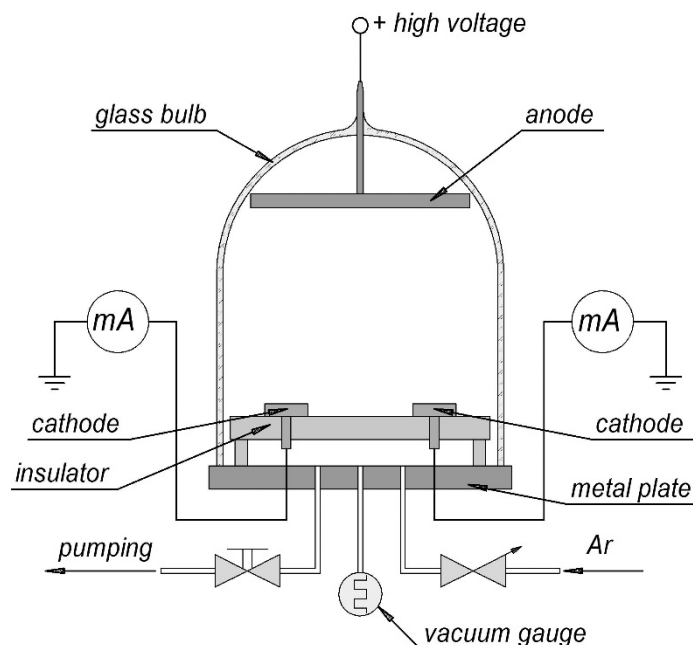


Рис. 1. Схема газоразрядной установки для измерения вольтамперных характеристик тлеющего газового разряда с образцов катодов.

Установка представляет собой стеклянную колбу, установленную на металлический столик. В верхней части колбы впаян электрод, выполняющий роль анода. На металлический столик установлен изолятор (фторопласт). На концах изолятора расположены два Т-образных металлических держателя, к которым

прикреплялись катоды из исследуемых наноструктурных и крупнозернистых образцов. Использование одновременно двух катодов обеспечивает одинаковые условия проведения сравнительного эксперимента для различных образцов. Снизу к этим держателям прикреплены электрические провода, которые подсоединятся к измерителю тока (миллиамперметр) для измерения тока газового разряда. На металлическом столике, на котором установлена стеклянная колба, имеются отверстия для откачки воздуха, напуска рабочего газа и контроля давления газа. Расстояние между анодом и катодами составляет около 15 см. Расстояние между двумя держателями составляет 8 см. Газоразрядную установку размещали в вакуумной камере. После снижения давления до 10^{-6} Торр в газоразрядную установку напускали аргон давлением 0,1 Торр для достижения условий тлеющего газового разряда. Контроль давления в колбе осуществляли датчиком давления. Зависимость тока тлеющего газового разряда от приложенного напряжения между анодом и исследуемыми образцами (катодами) измеряли через каждые 200 В.

Работу выхода электрона образцов определяли по результатам измерений контактной разности потенциалов с помощью электронного пучка (метод Андерсона) [12]. Установка для измерений [13] представляет собой трехэлектродную электронно-оптическую систему, состоящую из термоэлектронного катода, анода и образца, выполняющую роль коллектора (Рис.2). В центральной части анода имеется сеточное отверстие, предназначенное для выпуска коллимированного пучка электронов в область задержки перед образцом. Цель применения анода в данном методе заключается в устранении влияния пространственного заряда.

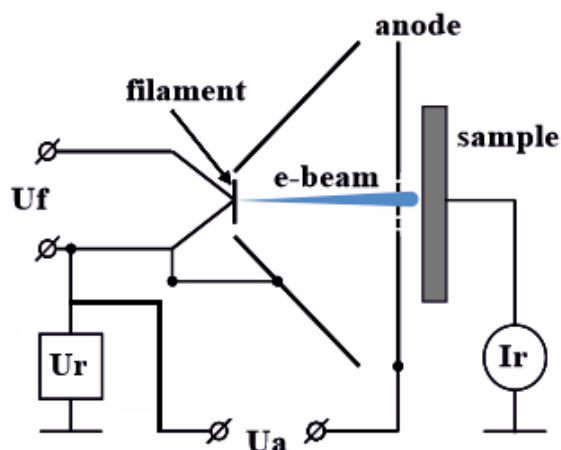


Рис. 2. Блок-схема установки для определения работы выхода электрона образцов методом Андерсона.

Электроны, эмитирующие из термокатода под действием электрического поля между термокатодом и анодом, двигаются по направлению к сетчатому аноду, и, проходя сквозь отверстие в нем, попадают на поверхность образца, который находится за этим отверстием вблизи анода. Подавая положительный потенциал на систему термокатод-анод относительно образца, строят зависимость тока образца от потенциала на нем (кривая задержки). Затем образец меняется и снова при тех же условиях измеряется кривая задержки. Сравнивая результаты измерений первого и второго образца, по относительному смещению их кривых задержек по оси потенциала при токе, равном половине от максимального значения, определяется разница значений работы выхода электрона между первым и вторым образцом [14].

Термокотод (нить накала) изготовили из вольфрамовой проволоки толщиной 0,15 мм. Установку с размещенным в ней одним образцом помещали в вакуумную камеру.

Для эмиссии электронов с термокатода на него подавался ток накала около 3,3 А, напряжение накала – 0,93 В. Приложенный потенциал между термокатодом и анодом составлял 12 В. Задерживающий потенциал (в диапазоне от -2,5 до +2,5 В) подавали на катодный узел через ЦАП таким образом, чтобы потенциал между термокатодом и анодом оставался постоянным. Измеряемый ток задержки на образце усиливался высокочувствительным усилителем и с помощью АЦП подавался на персональный компьютер. Вакуум во время измерений был не хуже чем 10^{-6} Торр. В эксперименте определили разницу работы выхода электрона наноструктурного и крупнозернистого образца сплава Al-6%Mg. Вначале измеряли наноструктурный образец, затем этот образец отжигали для получения в нем крупнозернистой структуры и снова измеряли при тех же условиях.

3. Результаты исследований и их обсуждения

Регистрируемый ток тлеющего разряда возникал при напряжении U_A около 400 В. С увеличением напряжения ток разряда возрастал, а при напряжении выше 2000 В в колбе возникал дуговой разряд. Вольтамперные характеристики тлеющего разряда измеряли при увеличении напряжения вплоть до возникновения дугового разряда (Рис.3).

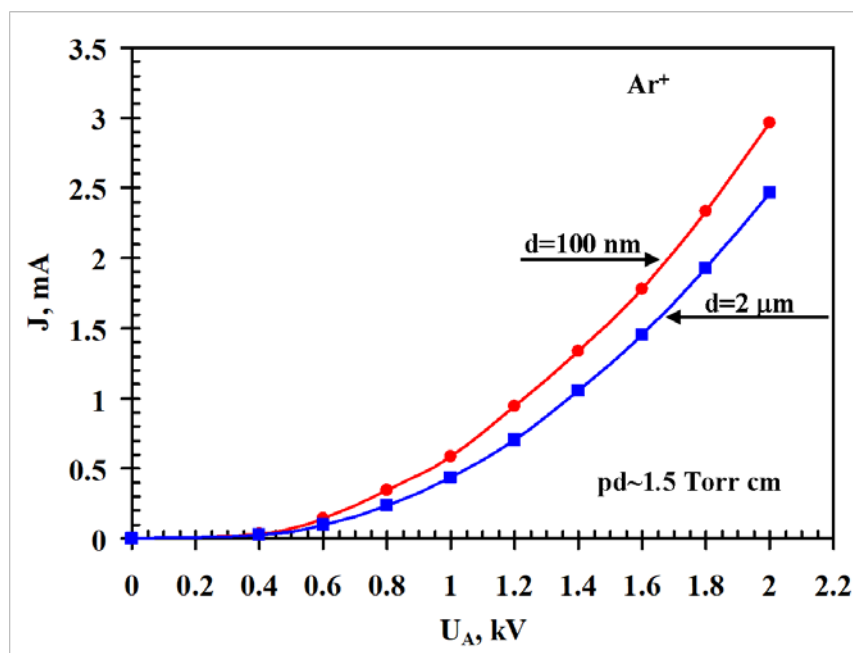


Рис. 3. Вольтамперные характеристики тлеющего газового разряда для катодов из наноструктурных образцов со средним размером зерен $d=100$ нм и образцов со средним размером зерен $d=2$ мкм сплава Al-6%Mg.

Измерения вольтамперных характеристик тлеющего газового разряда показали, что значения тока разряда между анодом и катодами из наноструктурных образцов при одинаковых напряжениях U_A имеют повышенные значения по сравнению с токами в случае катодов из крупнозернистых образцов сплава. Например, ток разряда при напряжении 1000 В между анодом и катодами из наноструктурных образцов в среднем равен 0,58 мА, ток газового разряда между анодом и катодами из крупнозернистых образцов в среднем равен 0,43 мА. Превышение тока при напряжении 1000 В в случае катодов из наноструктурного сплава относительно катодов из крупнозернистого сплава составляет 34%. В среднем на всем диапазоне различных фиксированных значений напряжения превышение тока разряда составляло 20-35%.

Превышение тока разряда в случае катода из наноструктурного образца относительно тока разряда с катодом из крупнозернистого образца можно объяснить уменьшением работы выхода электрона при наноструктурировании материала катода. Под действием электрического поля между анодом и катодом ионы аргона движутся в направлении катодов, на поверхности которых происходит процесс ионно-электронной эмиссии. При одинаковых условиях проведения эксперимента, в частности напряжении и давлении газа, отличие токов разряда обусловлено отличием их коэффициентов ионно-электронной эмиссии γ . Известно, что в тлеющем газовом разряде процесс ионно-электронной эмиссии на поверхности катода происходит по механизму потенциальной эмиссии. При подлете положительного иона к поверхности металла, начиная с некоторого малого расстояния, электронные оболочки иона и атома металла начинают взаимодействовать друг с другом. Следствием этого является переход валентного электрона из металла на вакантный энергетический уровень иона, происходит нейтрализация иона. При этом, выделяемая энергия перехода передается другому валентному электрону металла, который в виде оже-электрона покидает металл, при условии что энергия ионизации газа более чем в два раза превышает работу выхода электрона металла, т.е. $I > 2\phi$, где I - энергия ионизации, ϕ - работа выхода электрона металла (Рис.4) [15,16]. Коэффициент γ зависит от энергии ионизации подлетающего иона и работы выхода электрона металла и хорошо описывается эмпирическим соотношением [17]:

$$\gamma = 0.03 \times (0.8I - 2\phi) \quad (1)$$

Как видно из соотношения (1), чем ниже работа выхода электрона металла, тем выше коэффициент γ .

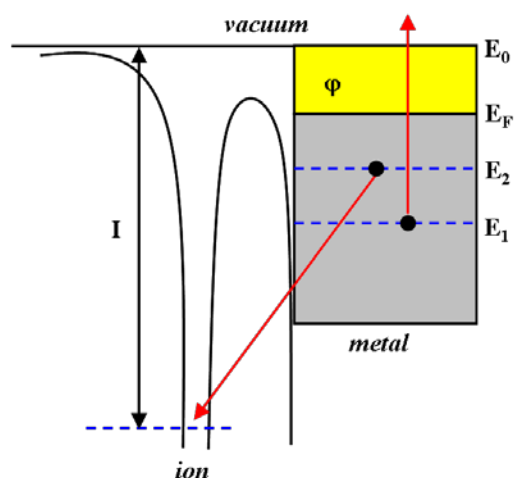


Рис. 4. Схематическая диаграмма энергетических уровней, иллюстрирующая процесс потенциальной ионно-электронной эмиссии по механизму оже-нейтрализации, происходящий в результате взаимодействия иона с металлом [15,16].

На Рис. 5 представлены результаты измерений кривых задержек наноструктурных и крупнозернистых образцов сплава Al-6%Mg. Нулевое значение потенциала на графике выбрано условно. Форма и наклон кривых для образцов с различным размером зерен идентичны. Это означает, что условия проведения измерения для образцов были одинаковыми. Снижение тока после достижения максимального значения может быть вызвано изменением условий поглощения и отражения электронов от образцов или изменением условий измерения при насыщении тока [18]. Тем не менее, по кривым, которые включают в себя области возникновения тока, его роста и насыщения (имеется в виду максимальный ток) можно определить разницу работы выхода электрона

образцов. Смещение кривых по оси потенциала при токе, равном половине от максимального значения для наноструктурных образцов относительно кривых для крупнозернистых образцов сплава в среднем составляет 0,4 В. Следовательно, разница между работой выхода электрона наноструктурного и крупнозернистого образца составляет 0,4 эВ.

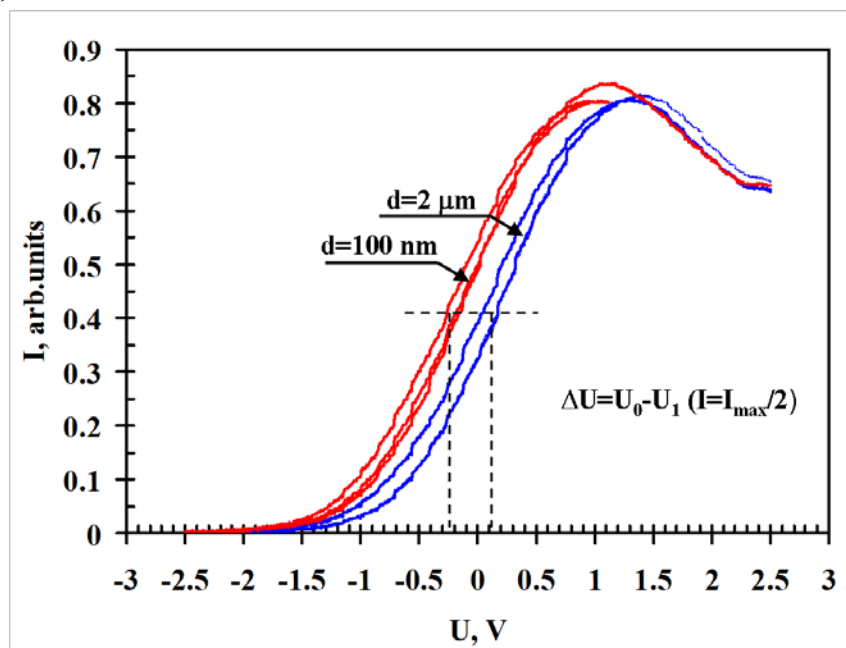


Рис. 5. Кривые задержки для наноструктурных образцов со средним размером зерен $d=100$ нм и образцов со средним размером зерен $d=2$ мкм сплава Al-6%Mg. Кривые задержки измерены после воздействия тлеющего разряда ионами аргона поверхности образцов при $U=1$ кВ и $J=0,4$ мА.

Как следует из соотношения (1), отношение коэффициента потенциальной ионно-электронной эмиссии наноструктурного образца к коэффициенту крупнозернистого образца представляется в виде:

$$\frac{\gamma_1}{\gamma_0} = 1 + \frac{\varphi_0 - \varphi_1}{0.39I - \varphi_0}, \quad (2)$$

где индекс “0” относится к характеристикам крупнозернистого, а “1” – наноструктурного материала. Потенциал ионизации аргона равен $I=15,76$ эВ. Работу выхода электрона крупнозернистого образца алюминиевого сплава примем равной работе выхода электрона чистого алюминия $\varphi_0=4,25$ эВ [19,20], $\varphi_0-\varphi_1=0.4$ эВ. Тогда из (2) следует, что коэффициент γ_1 наноструктурного образца превышает γ_0 крупнозернистого образца на 21%. Это коррелирует с превышением тока разряда J между анодом и катодом из наноструктурного сплава, т.к. $J \propto \gamma$ [21,22].

Повышение коэффициента γ и тока тлеющего разряда при снижении размера зерен материала наблюдалось ранее в [23,24]. В указанных работах исследованы образцы алюминиево-медного сплава Al-1%Cu с размером зерен 0,25, 0,95 и 5,5 мкм. Образцы этого сплава были получены из порошков алюминия и меди методом спекания. Показано, что снижение размера зерен в сплаве приводит к повышению γ и тока разряда. Такое повышение, по мнению авторов этих работ, обусловлено повышением удельной площади границ зерен на поверхности сплава и адсорбцией оксида на этих границах.

В настоящей работе повышение тока разряда, так же, как и повышение коэффициента потенциальной ионно-электронной эмиссии наноструктурного сплава не связано с адсорбцией или образованием оксида на границах зерен, а обусловлено

снижением его работы выхода электрона в результате наноструктурирования сплава. Снижение работы выхода электрона наноструктурного сплава связано с уменьшением среднего размера зерен в нем и, соответственно, увеличением удельной протяженности границ зерен на поверхности сплава. Наноструктурные материалы (металлы и сплавы), полученные деформационными методами, характеризуются не только малым размером зерен, но и повышенной объемной долей границ зерен с неравновесным состоянием, повышенной плотностью дефектов и т.п. [1-4]. Материал, полученный в результате отжига наноструктурного материала, наряду с релаксированной микроструктурой, из-за большего размера зерен имеет меньшую протяженность границ зерен. При этом сами границы зерен также имеют релаксированную равновесную структуру и являются совершенными границами.

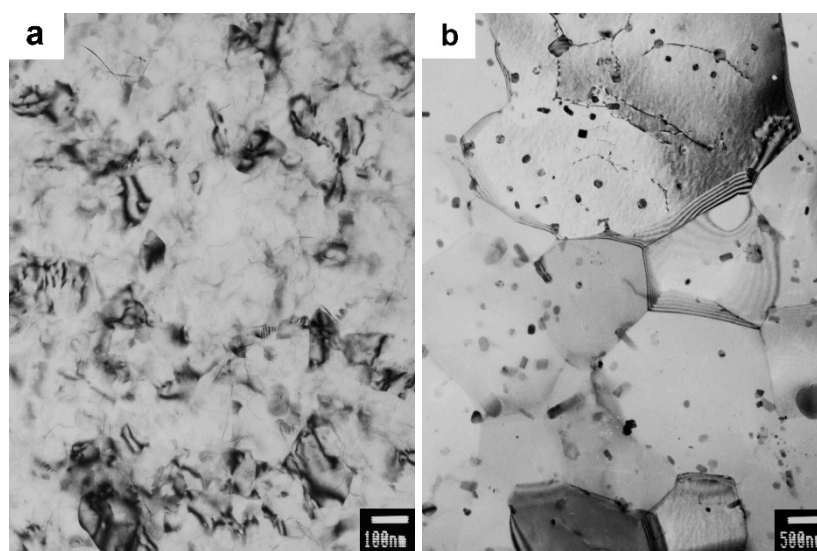


Рис. 6. ПЭМ изображения сплава Al-6%Mg: а) наноструктурный образец со средним размером фрагментов 100 нм, б) образец со средним размером зерен 2 мкм [25].

Микроструктура наноструктурного образца сплава Al-6%Mg состоит из фрагментов с размером около 100 нм (Рис. 6). Отжиг наноструктурного сплава привел к росту зерен до 2 мкм [25]. Удельная протяженность границ зерен [10] на поверхности наноструктурного сплава при среднем размере зерен 100 нм составляет 16 мкм^{-1} , на поверхности крупнозернистого сплава при среднем размере 2 мкм - $0,8 \text{ мкм}^{-1}$.

Следует отметить, что при деформационном наноструктурировании материала катода из сплава Al-6%Mg может также происходить и изменение его фазового состава [25], что в свою очередь может влиять на изменение тока тлеющего разряда. Однако в данной работе авторы ограничились рассмотрением влияния уменьшения размера зерен при наноструктурировании материала катода. При этом учитывали, что полученные в данной работе значения повышения тока разряда в результате наноструктурирования катода из сплава Al-6%Mg близки к значениям повышения тока разряда в результате наноструктурирования катода из чистого никеля [26].

4. Выводы

Исследовано влияние наноструктурирования катода из алюминиево-магниевого сплава Al-6%Mg на ток тлеющего разряда. Установлено, что в диапазоне напряжений от 400 до 2000 В ток разряда между анодом и наноструктурным катодом с размером зерен в нем 100 нм на 20-35% превышает ток разряда в случае катода из сплава с размером зерен

2 мкм. Повышение тока разряда обусловлено повышением коэффициента потенциальной ионно-электронной эмиссии за счет снижения работы выхода электрона наноструктурного сплава. Уменьшение работы выхода электрона на 0,4 эВ приводит к повышению коэффициента на 21%. Наноструктурирование материала катода может стать одним из методов повышения тока тлеющего газового разряда в газоразрядных приборах.

Микроструктурные исследования и деформационное наноструктурирование сплава выполнены на базе ЦКП ИПСМ РАН "Структурные и физико-механические исследования материалов".

Литература

- [1] A.A. Nazarov, R.R. Mulyukov, In: *Nanoscience, Engineering and Technology Handbook*, ed. by S. Lyshevski, D. Brenner, J. Iafrate, W. Goddard (CRC Press, USA, 2002).
- [2] Н.И. Носкова, Р.Р. Мулюков, *Субмикроструктурные и нанокристаллические металлы и сплавы* (УрО РАН, Екатеринбург, 2003).
- [3] R.R. Mulyukov, In: *Severe plastic deformation: toward bulk production of nanostructured materials*, ed. by A.S. Burnhanettin (Nova science publishing, New York, 2006).
- [4] Р.Р. Мулюков // *Российские нанотехнологии* **2(7-8)** (2007) 38.
- [5] Р.Р. Мулюков, Ю.М. Юмагузин // *Доклады академии наук* **399(6)** (2004) 730.
- [6] R.R. Mulyukov // *Journal of Vacuum Science and Technology B* **24(2)** (2006) 1061.
- [8] И.Р. Набиуллин, А.Н. Лачинов, Р.Х. Хисамов, Р.Р. Мулюков // *Физика твердого тела* **54(3)** (2012) 422.
- [9] А.А. Самигуллина, Р.Х. Хисамов, Р.Р. Мулюков // *Письма о материалах* **2(3)** (2012) 134.
- [10] Р.Х. Хисамов, И.М. Сафаров, Р.Р. Мулюков, Ю.М. Юмагузин // *Физика твердого тела* **55(1)** (2013) 3.
- [11] Р.Х. Хисамов, Ю.М. Юмагузин, Р.Р. Мулюков и др. // *Письма в Журнал технической физики* **39(5)** (2013) 76.
- [12] P.A. Anderson // *Physical Review* **88(3)** (1952) 655.
- [13] Р.Р. Мулюков, К.С. Назаров, Ю.М. Юмагузин // РФ Патент 89709.
- [14] Х.И. Ибрагимов В.А. Корольков, *Работа выхода электрона в физико-химических исследованиях* (Интернет Инжиниринг, М., 2002).
- [15] Л.Н. Добрецов, М.В. Гомоюнова, *Эмиссионная электроника* (Наука, М., 1966).
- [16] К. Оура, В.Г. Лифшиц, А.А. Саранин, А.В. Зотов, М. Катаяма, *Введение в физику поверхности* (Наука, М., 2006).
- [17] R.A. Baragiola, E.V. Alonso, J. Ferron, A. Oliva-Florio // *Surface Science* **90(2)** (1979) 240.
- [18] Э.Я. Зандберг, Н.И. Ионов, *Поверхностная ионизация* (Наука, М., 1969).
- [19] H.B. Michaelson // *Journal of Applied Physics* **48(11)** (1977) 4729.
- [20] В.С. Фоменко, *Эмиссионные свойства материалов* (Киев, 1981).
- [21] A. Anders // *Surface and Coatings Technology* **205(2)** (2011) S1.
- [22] G.G. Bondarenko, M.R. Fisher, V.I. Kristya // *Vacuum* **192** (2016) 188.
- [23] C. Smith, B. Hu, D.N. Ruzic // *Journal of Vacuum Science and Technology A* **12(5)** (1994) 2692.
- [24] A. Leybovich, T. Kuniya, P. Smith, B. Hendricks, D.N. Ruzic // *Journal of Vacuum Science and Technology A* **12(4)** (1994) 1618.
- [25] Э.А. Ушанова, Л.Р. Зубаиров, И.М. Сафаров, Р.Р. Мулюков // *Перспективные материалы* **7** (2009) 322.

- [26] Р.Х. Хисамов, И.М. Сафаров, Р.Р. Мулюков и др // Журнал технической физики **81(11)** (2011) 122.

EFFECT OF NANOSTRUCTURING OF Al-6%Mg ALUMINUM ALLOY CATHODE ON THE GLOW GAS-DISCHARGE CURRENT

R.Kh. Khisamov^{1*}, K.S. Nazarov¹, I.M. Safarov¹, I.I. Musabirov¹, Yu.M. Yumaguzin^{1,2}
and R.R. Mulyukov^{1,2}

¹ Institute for Metals Superplasticity Problems of the Russian Academy of Sciences, 39 Stepan Khalturin str.,
Ufa, 450001, Russia

² Bashkir State University, 32 Zaki Validi str., Ufa, 450076, Russia

*e-mail: r.khisamov@mail.ru

Abstract. The paper presents the results of studies on the effect of deformation nanostructuring of cathodes from aluminum alloy Al-6%Mg on the glow gas-discharge current in a discharge device. Microstructure and work function of nanostructured alloy are studied. It is shown that a decrease of the work function as a result of alloy nanostructuring leads to an increase of potential ion-induced electron emission yield and glow discharge current.

Keywords: nanostructure, cold cathode, glow gas-discharge, ion-induced electron emission, work function.

References

- [1] A.A. Nazarov, R.R. Mulyukov, In: *Nanoscience, Engineering and Technology Handbook*, ed. by S. Lyshevski, D. Brenner, J. Iafrate, W. Goddard (CRC Press, USA, 2002).
- [2] N.I. Noskova, R.R. Mulyukov, *Submicrocrystalline and nanocrystalline metals and alloys* (UB RAS, Ekaterinburg, 2003). (in Russian).
- [3] R.R. Mulyukov, In: *Severe plastic deformation: toward bulk production of nanostructured materials*, ed. by A.S. Burnhanettin (Nova science publishing, New York, 2006).
- [4] R.R. Mulyukov // *Nanotechnologies in Russia* **2(7-8)** (2007) 38. (in Russian).
- [5] R.R. Mulyukov, Yu.M. Yumaguzin // *Doklady Physics* **399(6)** (2004) 730.
- [6] R.R. Mulyukov // *Journal of Vacuum Science and Technology B* **24(2)** (2006) 1061.
- [8] I.R. Nabiullin, A.N. Lachinov, R.Kh. Khisamov, R.R. Mulyukov // *Physics of the Solid State* **54(3)** (2012) 446.
- [9] A.A. Samigullina, R.Kh. Khisamov, R.R. Mulyukov // *Letters on materials* **2(3)** (2012) 134.
- [10] R.Kh. Khisamov, I.M. Safarov, R.R. Mulyukov, Yu.M. Yumaguzin // *Physics of the Solid State* **55(1)** (2013) 1.
- [11] R.Kh. Khisamov, Y.M. Yumaguzin, R.R. Mulyukov et al. // *Technical Physics Letters* **39(3)** (2013) 265
- [12] P.A. Anderson // *Physical Review* **88(3)** (1952) 655.
- [13] R.R. Mulyukov, K.S. Nazarov, Yu.M. Yumaguzin // *RF Patent* 89709.
- [14] H.I. Ibragimov, V.A. Korolkov, *Electron work function in physical-chemical investigations* (Internet Enguneering M., 2002).

- [15] L.N. Dobretsov, M.V. Gomoyunova, *Emission electronics* (Nauka, M., 1966). (in Russian).
- [16] K. Oura, V.G. Lifshits, A.A. Saranin, A.V. Zotov, M. Katayama, *Surface science an introduction* (Nauka, M., 2006). (In Russian).
- [17] R.A. Baragiola, E.V. Alonso, J. Ferron, A. Oliva-Florio // *Surface Science* **90(2)** (1979) 240.
- [18] E. Zandberg, N.I. Ionov, *Surface ionization* (Nauka, M., 1969). (in Russian).
- [19] H.B. Michaelson // *Journal of Applied Physics* **48(11)** (1977) 4729.
- [20] V.S. Fomenko, *A handbook: Emission properties of materials* (Naukova Dumka, Kiev, 1981). (in Russian).
- [21] A. Anders // *Surface and Coatings Technology* **205(2)** (2011) S1.
- [22] G.G. Bondarenko, M.R. Fisher, V.I. Kristya // *Vacuum* **192** (2016) 188.
- [23] C. Smith, B. Hu, D.N. Ruzic // *Journal of Vacuum Science and Technology A* **12(5)** (1994) 2692.
- [24] A. Leybovich, T. Kuniya, P. Smith, B. Hendricks, D.N. Ruzic // *Journal of Vacuum Science and Technology A* **12(4)** (1994) 1618.
- [25] E.A. Ushanova, L.R. Zubairov, I.M. Safarov, R.R. Mulyukov // *Journal Perspektivnye materialy* **7** (2009) 322. (in Russian).
- [26] R.Kh. Khisamov, I.M. Safarov, R.R. Mulyukov et al // *Technical Physics* **56(11)** (2011) 1661.

МАТЕМАТИЧЕСКОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССА РАСКАТКИ ПОЛОГО ВАЛА ИЗ ЖАРОПРОЧНОГО НИКЕЛЕВОГО СПЛАВА В УСЛОВИЯХ СВЕРХПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

Р.В. Шахов¹, М.И. Нагимов¹, Ш.Х. Мухтаров^{1*}, Ф.З. Утяшев¹, Р.Ю. Сухоруков²,
А.А. Сидоров²

¹ Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, ул. Степана Халтурина 39, Уфа, 450001, Россия

² Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт машиноведения им. А.А.

Благонравова Российской академии наук, Малый Харитоньевский переулок 4, Москва, 101990, Россия

*e-mail: shamiln@imsp.ru

Аннотация. Проведено компьютерное моделирование процесса изотермической раскатки полого вала из жаропрочного никелевого сплава в условиях сверхпластической деформации. Варьировались конструкции заготовки и ролика, также расположение плоскости вращения ролика относительно заготовки. Рассматривались различные исходные заготовки в виде конусов с образующими, составляющими углы от 15° до 45° к оси, и начальные положения раскатного ролика. В результате определены оптимальные конструкции заготовки и инструмента, позволяющие получить требуемую форму и размеры вала при допустимой для раскатки силе деформации на имеющемся оборудовании. На основании этого выбран оптимальный вариант заготовки с углом конуса 30°.

Ключевые слова: компьютерное моделирование; изотермическая раскатка; сверхпластичность; никелевый сплав; полый вал.

1. Введение

Валы газотурбинных двигателей работают при высоких оборотах, повышенных температурах, передают значительные крутящие моменты, подвержены высокочастотным колебаниям. Соответственно, такие детали ответственного назначения изготавливаются из высокопрочных сплавов и должны иметь повышенный комплекс механических свойств, что достигается не только за счет подбора химического состава сплава, но и за счет формирования в нем однородной структуры надлежащего типа. Технологический процесс изготовления типового вала из деформируемых жаропрочных никелевых сплавов включает в себя операции горячей штамповки, термообработки и механической обработки. Из-за низкой деформируемости и малой пластичности этих сплавов, при обычной горячей штамповке коэффициент использования металла (КИМ) не превышает 0,2 - 0,3. При изготовлении крупногабаритных валов такая деформация не обеспечивает однородности микроструктуры и изотропности механических свойств. Изготовление валов с использованием порошковых сплавов позволяет получать такие детали с более высокими механическими свойствами, применяя операцию штамповки в условиях сверхпластической деформации [1]. Другой способ изготовления вала из порошков заключается в использовании горячего изостатического прессования в специализированной капсуле. Порошковая технология является дорогостоящей, к тому

же, после горячего изостатического прессования высока вероятность сохранения пор в детали. Менее дорогостоящим методом формообразования валов по сравнению со штамповкой является метод раскатки в условиях сверхпластичности, который позволяет улучшить микроструктуру сплава и, после проведения термической обработки, повысить его механические свойства [1-4]. Отличительной особенностью операции раскатки является локальный характер приложения деформирующего усилия, что позволяет существенно снизить усилие деформирования, расходы на инструмент, а также повысить КИМ [1]. При раскатке полых валов внутренняя геометрия детали соответствует геометрии используемой оправки, на которую раскатывают заготовку. Внешняя форма и размеры придаются детали давящим роликом с высокой точностью. При разработке операции раскатки важно подобрать оптимальную форму заготовки и инструмента, а также обеспечить необходимую силу деформации с учетом возможностей давящего станка. Для решения такой задачи целесообразно использовать моделирование в рамках решения таких задач, заложенных в известных компьютерных программах. Особенно эффективно компьютерное моделирование при разработке процесса раскатки относительно простых по форме валов, отличающихся небольшим перепадом диаметральных размеров и малой протяженностью конических участков. В этом случае использование известных пакетов компьютерных программ расчета, которые, как известно, широко применяют для анализа стационарных процессов, можно использовать и в отношении нестационарных процессов раскатки деталей с простой конфигурацией.

Целью данной работы явилось определение рациональной конструкции инструмента и исходной заготовки, а также расчет сил деформации для процесса раскатки полого вала типичной формы.

2. Методика моделирования и эксперимента

Моделирование процесса раскатки вала из жаропрочного никелевого сплава проводилось для случая реализации условий сверхпластической деформации [1]. То есть, были приняты постоянные значения температуры, скорости деформации характерные для сверхпластической деформации. Для моделирования использовали программный продукт «Deform». Для моделирования процесса раскатки вала был выбран модуль «3D». Условия и допущения, принятые при моделировании, были характерными для таких задач:

- материал заготовки в исходном состоянии (до деформации) является изотропным, в нем отсутствуют начальные напряжения и деформации;
- ролик, оправка и прижим считаются абсолютно жесткими телами;
- геометрические 3D модели инструмента были предварительно созданы в программе «Компас-3D» и сохранены в двоичной форме формата stl;
- заготовка считается пластичным телом.

В качестве модели вала для расчетов была взята реальная деталь из никелевого сплава ЭК79, эскиз которой приведен на Рис. 1. Из этой модели, с учетом сохранения объема при раскатке, расчетом были определены форма и размеры заготовки для раскатки.

В связи с отсутствием в базе данных программы «Deform-3D» определяющих соотношений для жаропрочного сплава ЭК79, в работе использовали данные аналогичного по химическому составу никелевого сплава FGH96 (Таблица 1) [5].

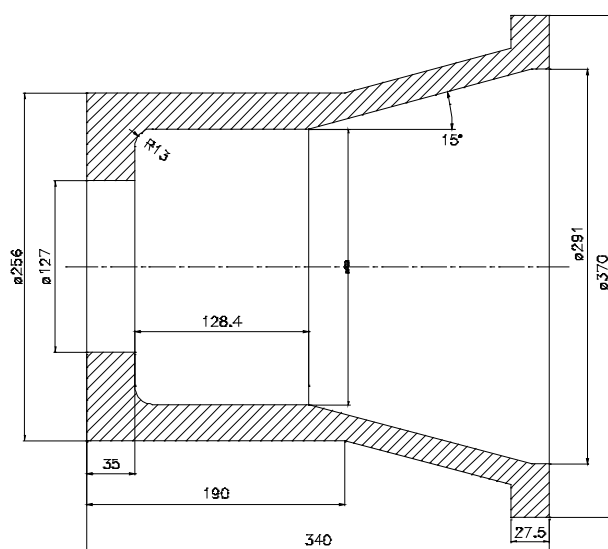


Рис. 1. Эскиз раскатанной детали из никелевого сплава ЭК79.

Таблица 1. Химический состав никелевых сплавов.

Сплав	Mo	Co	Al	W	Ti	Cr	Nb	V	Fe	Ni
ЭК79	4,0- 5,0	12,5- 16,0	2,8- 3,3	2,0- 3,0	2,4- 2,8	10,0- 12,0	2,5- 3,0	0,4- 0,8	<1,0	Осн.
FGH96	4,0	13,0	2,2	4,0	3,7	16,0	0,8	-	-	Осн.

3. Результаты и их обсуждение

Были рассмотрены пять вариантов процесса раскатки полого вала, в которых варьировали форму заготовки, ролика и расположение плоскости его вращения. Для первого варианта раскатки вала была разработана модель заготовки, в которой раскатывалась и, соответственно, удлинялась цилиндрическая часть, коническая часть была близка по размерам к готовой детали и подвергалась лишь калибровке (Рис. 2а). Второй вариант отличался от первого тем, что раскатка производилась роликом с измененными конструкцией и расположением: его снабдили полкой, предотвращающей образование наплыва материала заготовки, и повернули плоскость его вращения на 15° относительно плоскости вращения заготовки. Третий вариант (Рис. 2д) отличался от второго конструкцией ролика, плоскостью вращения и формой заготовки. Ролик имел больший радиус передней части и полку для предотвращения наплыва за роликом, плоскость вращения совпадала с плоскостью вращения детали. Раскатываемая часть заготовки имела конусную форму с наклоном образующей к оси оправки 15° . Для четвертого варианта моделирования была выбрана конусная заготовка с углом конуса 45° , а ролик имел переднюю конусную часть, направленную под углом 55° по отношению к оси заготовки (Рис. 2ж). Пятый вариант раскатки выполнили таким же роликом, как в четвертом варианте, но изменили угол конусности заготовки с 45° до 30° (Рис. 2и).

По результатам раскатки по первому варианту (Рис. 2б) видно, что при данной форме ролика образуется наплыв перед роликом, переходящий в складку. В результате раскатки по второму варианту образовался наплыв металла после ролика (Рис. 2г). На Рис. 2 е показан результат третьего варианта раскатки, в котором также образовался наплыв металла перед роликом. В результате раскатки по четвертому варианту произошло чрезмерное вытягивание металла из торцевой части заготовки и утонение вала (Рис. 2з).

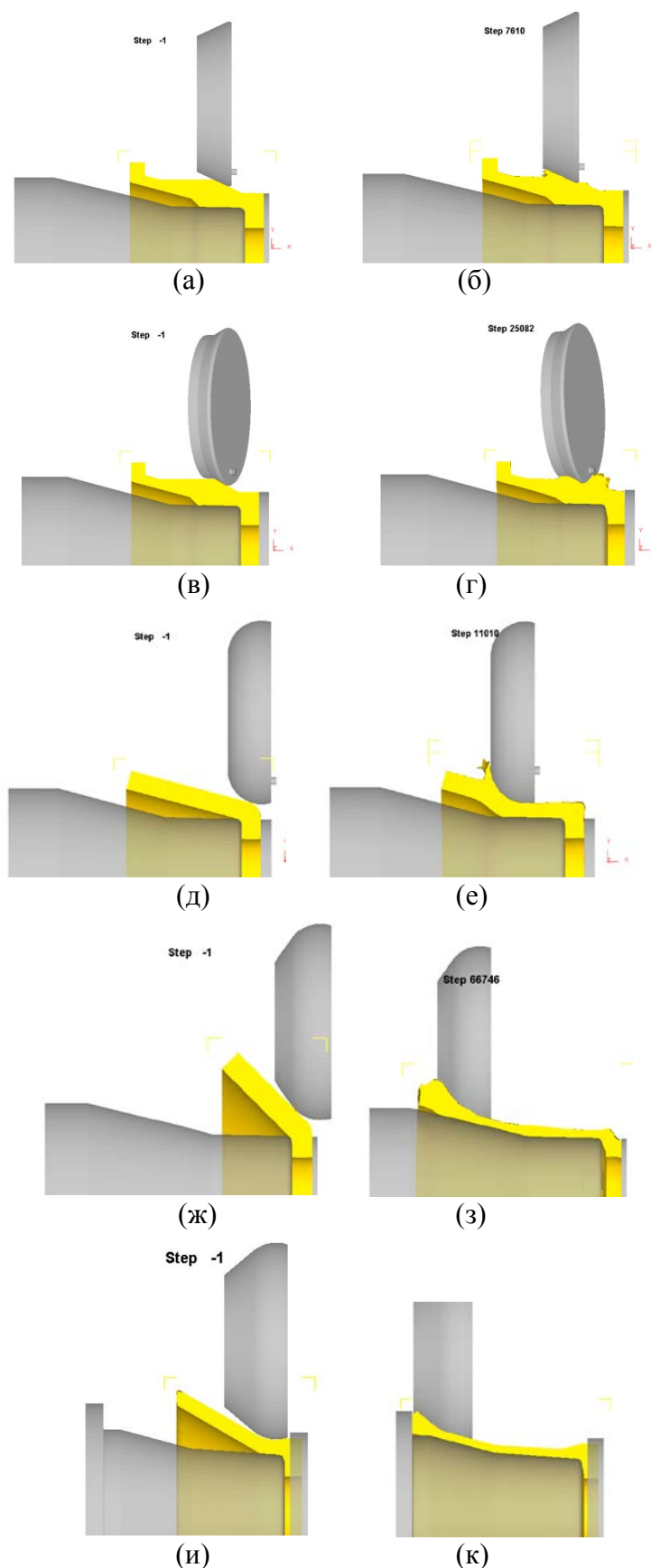
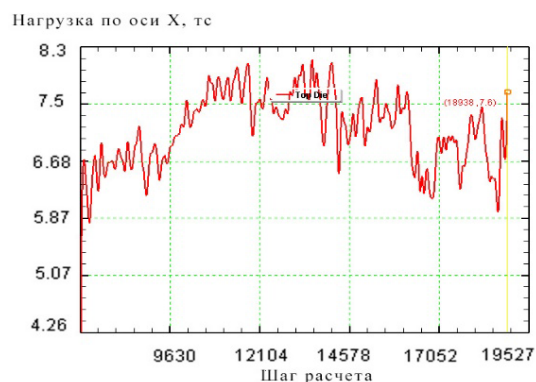


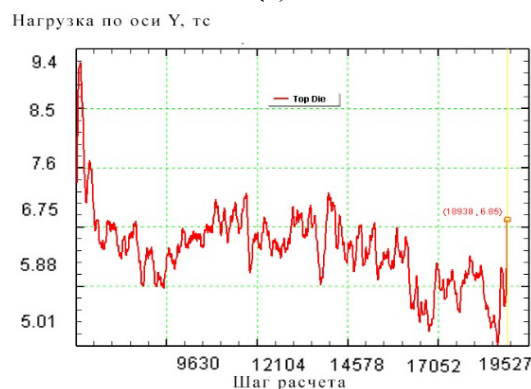
Рис. 2. Моделирование раскатки полого вала: (а, б) - первый вариант; (в, г) - второй вариант; (д, е) третий вариант; (ж, з) четвертый вариант; (и, к) пятый вариант; (а, в, д, ж, и) перед раскаткой; (б, г, е, з, к) окончание раскатки.

Наиболее благоприятным оказался пятый вариант раскатки, так как в этом случае в раскатанной заготовке отсутствуют дефекты, описанные выше в других вариантах. Раскатанная деталь представлена на Рис. 2 к.

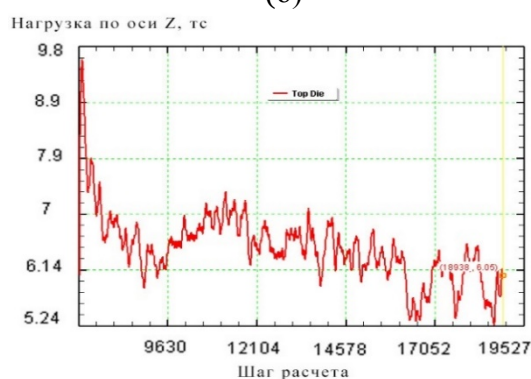
На Рис. 3 приведены графики изменения со временем (с количеством шагов расчета) усилия, действующего на ролик в процессе раскатки вала по оптимальному - пятому варианту. Видно, что максимальное усилие не превышает 9,8 тонн.



(а)



(б)



(в)

Рис. 3. Силы, действующие на ролик в зависимости от шага расчета: (а) в продольном направлении по оси X; (б) в радиальном направлении по оси Y, (в) в радиальном направлении по оси Z.

6. Выводы

Таким образом, методом математического моделирования были рассмотрены пять различных вариантов раскатки вала ГТД из жаропрочного никелевого сплава типа ЭК79. В результате исследования этих вариантов раскатки выбрано оптимальное соотношение конструкций инструмента и заготовки, позволившее получить заданную форму вала.

Особенность выбранных конструкций заключается в конусной форме раскатываемой части заготовки, составляющей угол 30° к оси оправки, большого радиуса передней части ролика и наличия на нем калибрующей полки с углом 55° к оси оправки. Эти особенности позволяют выполнять раскатку без преждевременного касания раскатываемой заготовки с оправкой до момента непосредственной укладки конуса на поверхность оправки. Вследствие этого снижается усилие раскатки и предотвращается образование наплывов на заготовке, что важно для эксплуатации оборудования.

Настоящая работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки России в рамках реализации федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014 - 2020 годы» (соглашение №14.604.21.0091 от 08.07.2014, уникальный идентификатор проекта прикладных научных исследований - RFMEFI60414X0091). Исследования проведены на базе центра коллективного пользования ИПСМ РАН «Структурные и физико-механические исследования материалов».

Литература

- [1] O.A. Kaibyshev, F.Z. Utyashev, *Superplasticity: Microstructural Refinement and Superplastic Roll Forming. ISTC Science and Technology series* (Futurepast, Arlington, Virginia USA, 2005) Vol. 3.
- [2] R.U. Sukhorukov, A.A. Sidorov, A.R. Ibragimov, F.Z. Utyashev // *Letters on materials* **5(2)** (2015) 175.
- [3] F.Z. Utyashev, Sh.Kh. Mukhtarov, R.Yu. Sukhorukov // *Letters on materials* **5(2)** (2015) 215.
- [4] M.I. Nagimov, S.K. Mukhtarov, F.Z. Utyashev, R.Y. Sukhorukov // *Letters on materials* **5(2)** (2015) 198.
- [5] Q. Bai, J. Lin, J. Jiang, T.A. Dean, J. Zou, G. Tian // *Materials Science and Engineering: A* **621** (2015) 68.

NUMERICAL SIMULATION OF SUPERPLASTIC ROLL-FORMING OF A HOLLOW SHAFT OUT OF NICKEL-BASED SUPERALLOY

**R.V.Shakhov¹, M.I. Nagimov¹, Sh.Kh. Mukhtarov^{1*}, F.Z. Utyashev¹,
R.Yu. Sukhorukov², A.A. Sidorov²**

¹ Institute for metals superplasticity problems of RAS, 39 St. Khalturin, Ufa, 450001, Russia

² Mechanical Engineering Research Institute of RAS, 4 M. Kharitonyevskiy Pereulok, Moscow, 101990, Russia

*e-mail: shamilm@imsp.ru

Abstract. Numerical simulations of superplastic roll-forming used for manufacturing of hollow shafts out of superalloys are carried out. Configurations of the workpiece and roller, mutual orientations of their rotation planes are varied. Various initial cone-shaped blanks with angles of 15° to 45° between the generatrix and axis, and initial positions of the roller are considered. As a result, an optimal design of the workpiece and tool, which allows one to obtain required shapes and dimensions of a shaft with a bearable deformation load on the existing roll forming

equipment are determined. Basing on this, an optimal shape of a blank with a cone angle of 30° is selected.

Keywords: numerical simulations; isothermal roll-forming; superplasticity; nickel base superalloy; hollow shaft.

References

- [1] O.A. Kaibyshev, F.Z. Utyashev, *Superplasticity: Microstructural Refinement and Superplastic Roll Forming. ISTC Science and Technology series.* (Futurepast, Arlington, Virginia USA, 2005) Vol. 3.
- [2] R.U. Sukhorukov, A.A. Sidorov, A.R. Ibragimov, F.Z. Utyashev // *Letters on materials* **5(2)** (2015) 175.
- [3] F.Z. Utyashev, Sh.Kh. Mukhtarov, R.Yu. Sukhorukov // *Letters on materials* **5(2)** (2015) 215.
- [4] M.I. Nagimov, S.K. Mukhtarov, F.Z. Utyashev, R.Y. Sukhorukov // *Letters on materials* **5(2)** (2015) 198.
- [5] Q. Bai, J. Lin, J. Jiang, T.A. Dean, J. Zou, G. Tian // *Materials Science and Engineering: A* **621** (2015) 68.

Submission of papers:

Manuscript should be submitted (**both MS Word and PDF**) by e-mail to: **mpmjournal@spbstu.ru**

After a confirmation of the paper acceptance, the authors should send the signed hard copy of the “Transfer of Copyright Agreement” form (available at <http://www.mpm.spbstu.ru> section “Authors”) by regular post to “Materials Physics and Mechanics” editorial office:

Periodicals Editorial Office, Institute of Advanced Manufacturing Technologies, Peter the Great St.Petersburg Polytechnic University, Polytechnicheskaya, 29, St.Petersburg 195251, Russia.

The scanned copy of the signed “Transfer of Copyright Agreement” should be send by e-mail to: **mpmjournal@spbstu.ru**.

Filetype:

Authors are invited to send their manuscripts **as MS Word file with PDF format copy**.

MS Word file should be prepared according to the general instructions bellow; we are kindly asking the authors to look through the detail instruction at: <http://www.mpm.spbstu.ru>.

Length:

Papers should be limited to 30 typewritten pages (including Tables and Figures placed in the proper positions in the text).

Structure of the manuscript:

PAPER TITLE: CENTERED,

TIMES NEW ROMAN 14 BOLD, CAPITAL LETTERS

A.B. Firstauthor¹, C.D. Secondauthor^{2*} -Times New Roman 12, bold, centered

¹Affiliation, address, country - Times New Roman 10, centered

*e-mail: e-mail of the corresponding author - Times New Roman 10, centered

Abstract. Times New Roman 12 font, single line spacing. Abstract should not exceed 12 lines.

Keywords: please, specify paper keywords right after the abstract.

Paper organization. Use Times New Roman 12 font with single line spacing. Use *Italic* font in order to stress something; if possible, please, use **bold** for headlines only.

Page numbering. Please, do not use page numbering.

Tables, Figures, Equations. Please, see the sample file at <http://www.mpm.spbstu.ru> for more details.

References

References should be subsequently numbered by Arabic numerals in square brackets, e.g. [1,3,5-9], following the sample style below:

- [1] A.K. Mukherjee // *Materials Science and Engineering: A* 322 (2002) 1.
- [2] C.C. Koch, I.A. Ovid'ko, S.Seal, S. Veprek, *Structural Nanocrystalline Materials: Fundamentals and Applications* (Cambridge University Press, Cambridge, 2007).
- [3] A.E. Romanov, V.I. Vladimirov, In: *Dislocations in Solids*, ed. by F.R.N. Nabarro (North Holland, Amsterdam, 1992), Vol. 9, p.191.
- [4] C.K. Takemori, T.D. Müller, M.A. De Oliveira, *Numerical simulation of transient heat transfer during welding process*, In: *International Compressor Engineering Conference* (Purdue, USA 2010).
- [5] W. Pollak, M. Blecha, G. Specht // *US Patent 4572848*.
- [6] <http://www.mpm.spbstu.ru>

Правила подготовки статей:

Рукопись (**английский язык, MS Word и копия PDF**) должна быть направлена в редакцию журнала по электронной почте: **mpmjournal@spbstu.ru**.

После подтверждения принятия статьи в печать, авторы должны отправить подписанные:

1. Соглашение о передаче авторских прав (<http://www.mpm.spbstu.ru>, раздел «Авторам»);
2. Экспертные заключения о том, что материалы статьи не содержат сведений, составляющих государственную тайну, и информацию, подлежащую экспортному контролю; по адресу:

Россия, 195251, Санкт-Петербург, Политехническая, д. 29, Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, Институт передовых производственных технологий, Редакция периодических изданий.

Скан-копии подписанных документов просим направить по электронной почте: **mpmjournal@spbstu.ru**

Тип файла:

Редакция принимает **файлы MS Word с копией в формате PDF**. Статья должна быть подготовлена в соответствии с настоящей инструкцией, мы просим авторов также следовать более подробным инструкциям на сайте журнала <http://www.mpm.spbstu.ru> в разделе «Авторам».

Длина статьи:

Статья не должна превышать 30 страниц формата А4, включая Таблицы и Рисунки, размещенные непосредственно в соответствующих местах.

Общие правила оформления статьи:

НАЗВАНИЕ СТАТЬИ: ВЫРОВНЯТЬ ПО ЦЕНТРУ, ШРИФТ, TIMES NEW ROMAN 14 BOLD, ЗАГЛАВНЫЕ БУКВЫ

Автор(ы): **А.Б. Первыйавтор¹, В.Г. Автор^{2*}**- шрифт Times New Roman 12, bold, по центру

¹Наименование организации, адрес, страна - шрифт Times New Roman 10, по центру

* e-mail автора, представившего статью - шрифт Times New Roman 10, по центру

Аннотация. Аннотация статьи составляет не более 12 строк. Используйте шрифт Times New Roman 12, одинарный межстрочный интервал.

Ключевые слова: укажите ключевые слова после аннотации.

Как организовать текст статьи. Используйте шрифт Times New Roman 12, одинарный межстрочный интервал. При необходимости выделить какую-либо информацию используйте *курсив*. Используйте **полужирный** шрифт только для заголовков и подзаголовков.

Номера страниц. Пожалуйста, не используйте нумерацию страниц

Таблицы, Рисунки, Уравнения. Подробные правила оформления данных элементов статьи приведены в инструкции на сайте журнала <http://www.mpm.spbstu.ru>

Литература

Ссылки приводятся в тексте в квадратных скобках [1,3,5-9]. Стиль оформления ссылок:

- [1] A.K. Mukherjee // *Materials Science and Engineering: A* 322 (2002) 1.
- [2] C.C. Koch, I.A. Ovid'ko, S.Seal, S. Veprek, *Structural Nanocrystalline Materials: Fundamentals and Applications* (Cambridge University Press, Cambridge, 2007).
- [3] A.E. Romanov, V.I. Vladimirov, In: *Dislocations in Solids*, ed. by F.R.N. Nabarro (North Holland, Amsterdam, 1992), Vol. 9, p.191.
- [4] C.K. Takemori, T.D. Müller, M.A. De Oliveira, *Numerical simulation of transient heat transfer during welding process*, In: *International Compressor Engineering Conference* (Purdue, USA 2010).
- [5] W. Pollak, M. Blecha, G. Specht // *US Patent 4572848*.
- [6] <http://www.mpm.spbstu.ru>

МЕХАНИКА И ФИЗИКА МАТЕРИАЛОВ

33 (1) 2017

Учредители: Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого,

Институт проблем Машиноведения Российской Академии Наук

Издание зарегистрировано федеральной службой по надзору в сфере связи,
информационных технологий и массовых коммуникаций (РОСКОМНАДЗОР),

свидетельство ПИ №ФС77-69287 от 06.04.2017 г.

Редакция журнала

Профессор, д.т.н., академик РАН, А.И. Рудской – главный редактор

Профессор, д.ф.-м.н., член-корр. РАН, Д.А. Индейцев – главный редактор

Профессор, д.ф.-м.н. И.А. Овидько (1961 - 2017) – основатель и почетный редактор

Профессор, д.ф.-м.н. А.Л. Колесникова – ответственный редактор

Доцент, к.т.н. А.С. Немов – ответственный редактор

Е.О. Касяненко – выпускающий редактор

А.И. Хайрутдинова – редактор, корректор

Телефон редакции

+7 (812) 591-65-28

E-mail: mpmjourn@spbstu.ru

Компьютерная верстка А.В. Шимченко

Подписано в печать 26.12.2017 г. Формат 60х84/8. Печать цифровая
Усл. печ. л. 11,0. Тираж 100. Заказ ____.

Отпечатано с готового оригинал-макета, предоставленного автором
в Издательско-полиграфическом центре Политехнического университета Петра
Великого. 195251, Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29.
Тел.: (812) 552-77-17; 550-40-14.

Auxetic behaviour of carbon nanostructures.....	1-11
J.A. Baimova, L.Kh. Rysaeva, S.V. Dmitriev, D.S. Lisovenko, V.A. Gorodtsov, D.A. Indeitsev	
Ti₂AlNb-based intermetallic alloys and composites.....	12-18
M.R. Shagiev, R.M. Galeev, O.R. Valiakhmetov	
Сверхпластичность Al-Mg-Sc(Zr) сплавов, подвергнутых интенсивной пластической деформации	19-28
Е.В. Автократова, О.Ш. Ситдилов, М.В. Маркушев	
EBSD анализ микроструктуры аустенитной стали после прокатки в криогенных условиях.....	29-40
А.Ф. Алетдинов, С.Ю. Миронов, Г.Ф. Корзникова, Р.Г. Зарипова, Т.Н. Конькова, М.М. Мышляев	
Об устойчивости одномерных бушей нелинейных колебательных мод в графене.....	41-48
Ю.А. Баимова, С.А. Щербинин, Г.М. Чечин, С.В. Дмитриев	
Исследование одномерной нелинейной колебательной моды в ГЦК алюминии.....	49-56
О.В. Бачурина, Р.Т. Мурзаев, Е.А. Корзникова, С.В. Дмитриев	
Формирование твердофазного соединения из никелевых сплавов ЭК79 и ЭП975.....	57-68
Э.В. Галиева, В.А. Валитов, М.Ю. Жигалова, Р.Я. Лутфуллин, А.Х. Ахунова	
Дискретные бризеры в близи поверхности интерметаллидного сплава Pt₃Al	69-79
П.В. Захаров, Е.А. Корзникова, С.В. Дмитриев	
Жаропрочные интерметаллидные сплавы и композиты на основе титана: микроструктура, механические свойства и возможное применение.....	80-96
В.М. Имаев, Р.М. Имаев, Р.А. Гайсин, Т.И. Назарова, М.Р. Шагиев, Р.Р. Мулюков	
Циклическая трещиностойкость соединений титанового сплава Ti-6Al-4V, полученных линейной сваркой трением	97-103
Р.М. Кашаев, М.И. Нагимов, А.М. Хуснуллин	
Влияние структуры на деформационную способность сплавов системы Fe-Cr-Co.....	104-112
А.В. Корзников, Г.Ф. Корзникова	
Эффект предварительного и повторного старения на наноструктурирование и упрочнение интенсивно деформированного алюминиевого сплава Д16.....	113-123
М.В. Маркушев, Е.В. Автократова, Р.Р. Ильясов, С.В. Крымский, О.Ш. Ситдилов	
Пластическая деформация сплава системы Ni-Mn-Ga методом всесторонней изотермическойковки.....	124-136
И.И. Мусабилов, И.М. Сафаров, Р.М. Галеев, Д.Д. Афоничев, В.В. Коледов, А.И. Рудской, Р.Р. Мулюков	
Микроструктура, механические свойства и термическая стабильность ультрамелкозернистого Al-Mg-Sc-Zr сплава, полученного всесторонней изотермической ковкой.....	137-151
О.Ш. Ситдилов, Е.В. Автократова, О.Э. Мухаметдинова, Р.Н. Гарипова, Р.Р. Ильясов, М.В. Маркушев	
Влияние сложного нагружения при изотермической раскатке на формообразование полых валов из труднодеформируемых сплавов.....	152-160
Ф.З. Утяшев, М.И. Нагимов, Ш.Х. Мухтаров	
Влияние наноструктурирования катода из алюминиевого сплава Al-6%Mg на ток тлеющего газового разряда.....	161-170
Р.Х. Хисамов, К.С. Назаров, И.М. Сафаров, И.И. Мусабилов, Ю.М. Юмагузин, Р.Р. Мулюков	
Математическое моделирование процесса раскатки полого вала из жаропрочного никелевого сплава в условиях сверхпластической деформации.....	171-177
Р.В. Шахов, М.И. Нагимов, Ш.Х. Мухтаров, Ф.З. Утяшев, Р.Ю. Сухоруков, А.А. Сидоров	