

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ЯДЕРНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ «МИФИ»

ИНСТИТУТ ЯДЕРНОЙ ФИЗИКИ И ТЕХНОЛОГИЙ

НОВЫЕ МАТЕРИАЛЫ: Неравновесные состояния

Сборник тезисов докладов
18-й Международной школы-конференции
для молодых ученых и специалистов

Москва, 14 – 17 декабря 2020 г.

Москва 2020

УДК 620.22:669.018(06)

ББК 30.3

М43

НОВЫЕ МАТЕРИАЛЫ: НЕРАВНОВЕСНЫЕ СОСТОЯНИЯ: Сборник тезисов докладов 18-й Международной школы-конференции для молодых ученых и специалистов. Москва, 14 – 17 декабря 2020 г. М.: НИЯУ МИФИ, 2020. – 168 с.

В настоящем сборнике представлены тезисы лекций и докладов, а также программа школы-конференции. Материалы подготовлены преподавателями, научными сотрудниками, аспирантами и студентами НИЯУ МИФИ, учеными и специалистами Госкорпорации «Росатом», образовательных, академических, научных и научно-производственных организаций России и зарубежных стран, активно сотрудничающих с университетом.

Рассматриваются вопросы теории, получения и применения неравновесных структурно-фазовых состояний в высокоэнтропийных материалах, никелевых суперсплавах, быстрозакаленных сплавах, в материалах, полученных аддитивными технологиями и консолидацией порошков.

Сборник предназначен ученым, аспирантам и студентам старших курсов, интересующихся тематикой представленных в нем научных направлений.

Подготовлено в рамках Программы повышения конкурентоспособности НИЯУ МИФИ.

Ответственные за выпуск:

Б.А. Калинин, Г.Н. Елманов

Тезисы лекций и докладов получены до 30.11.2020, одобрены программным комитетом и издаются в авторской редакции.

ISBN 978-5-7262-2742-9

© Национальный исследовательский ядерный университет
«МИФИ», 2020

ОРГАНИЗАТОРЫ ШКОЛЫ-КОНФЕРЕНЦИИ

- ГК «РОСАТОМ»
- Межрегиональное научно-техническое общество материаловедов (МОМ)
- Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» (НИЯУ МИФИ)

Кафедра Физических проблем материаловедения НИЯУ МИФИ

Лаборатория современных технологий производства новых материалов с применением импульсных электромагнитных полей
НИЯУ МИФИ

- Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (НИТУ МИСиС)

Кафедра материаловедения и физики прочности НИТУ МИСиС

- Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт» (НИЦ КИ)
- Высокотехнологичный научно-исследовательский институт неорганических материалов (ВНИИНМ)
- Научно-исследовательский институт Научно-производственного объединения «ЛУЧ» (НИИ НПО «ЛУЧ»)
- Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова Российской академии наук (ИСМАН)

ОРГАНИЗАЦИОННЫЙ КОМИТЕТ

Председатель:

Баннх О.А. ИМЕТ РАН

Сопредседатель:

Барбашина Н.С. НИЯУ МИФИ

Заместитель:

Калин Б.А. НИЯУ МИФИ

Секретарь:

Джумаев П.С. НИЯУ МИФИ

Члены комитета

Алымов М.И. ИСМАН

Гарнер Френк РЕС (США)

Гурович Б.А. НИЦ КИ

Карпюк Л.А. АО ВНИИНМ

Никулин С.А. НИТУ МИСиС

Мокрушин А.А. НПО "ЛУЧ"

Новиков В.В. АО ВНИИНМ

Санин В.Н. ИСМАН

Сагарадзе В.В. - ИМФ УР_о РАН

Тихомиров Г.В. НИЯУ МИФИ

Шорт Майкл МПТ (США)

Цепелев А.Б. ИМЕТ РАН

ИСПОЛНИТЕЛЬНАЯ ГРУППА

Джумаев П.С. – руководитель, НИЯУ МИФИ

Елманов Г.Н. – зам. руководителя, НИЯУ МИФИ

Бачурина Д.М. НИЯУ МИФИ

Емельянова О.В. НИЯУ МИФИ

Киселев Д.С. НИИ НПО «ЛУЧ»

Козлов И.В. НИЦ КИ

Ли Э.В. НИТУ МИСиС

Михальчик В.В. НИЯУ МИФИ

Михайлова Т.В. НИЯУ МИФИ

Пенязь М.А. НИЯУ МИФИ

Передкова Т.Н. АО ВНИИНМ

Шорников Д.П. НИЯУ МИФИ

**Вступительное слово председателя организационного комитета
18-я Международной школы-конференции
«Неравновесные состояния: теория, получение и применение»,
проводимой в цикле регулярных научных конференций
«Новые материалы»
Президента Межрегионального научно-технического
общества материаловедов, академика РАН
Олега Александровича Банных**

Применение металлических материалов в равновесном состоянии – это нетипичный случай их реального использования. Как правило, металлы и сплавы эксплуатируются в термодинамически нестабильном состоянии. Именно в таком состоянии они в подавляющем большинстве случаев имеют наиболее ценные сочетания эксплуатационных характеристик.

Следует отметить, что составляющие материальную основу современной техники конструкционные сложнолегированные материалы почти во всех случаях термодинамически нестабильны, а равновесное состояние не является оптимальным для формирования у них необходимых свойств.

Учитывая, что свойства в значительной степени определяются *структурно-фазовым состоянием* (СФС) материалов, целесообразно рассматривать их относительную стабильность, т. е. способность к сохранению СФС и, следовательно, свойств в реальных температурных и временных условиях, а также при и взаимодействии с внешними средами в течение заданной продолжительности эксплуатации материала.

Рассмотрим некоторые примеры. Материалы, полученные посредством литья из расплавов, обычно обладают далеко не оптимальной (литой) структурой, для трансформирования которой требуются гомогенизационный отжиг с последующими термическими воздействиями, нарушающими равновесное состояние, или традиционно применяющиеся *термомеханическая* (ТМО) или даже *многократная термомеханическая* (МТМО) обработки.

Ваш покорный слуга в настоящее время работает над проблемой создания суперпрочных экономно легированных сталей, используя неполную гомогенизацию (а, следовательно, неравновесное состояние) и учитывая различия в диффузионной подвижности входящих в состав стали элементов внедрения (углерода и азота) и элементов замещения. Неполная гомогенизация в результате тепловой выдержки перед закалкой, приводит к диссоциации термодинамически нестабильных карбидных, нитридных, или карбо нитридных фаз и формированию градиентов содержания углерода или азота в аустените перед закалкой, связанных также с наличием границ зёрен и субзерен. Как следствие этого, в результате закалки происходит формирование специфической мартенито - аустенитной структуры, которая позволяет в реальных деталях иметь не достигавшиеся ранее сочетания прочности, пластичности и вязкости.

Поскольку большая часть аудитории – это студенты, позволю себе привести некоторые общие сведения о природе неравновесного состояния.

Реальные материалы, обладающие избытком свободной энергии, нестабильны или относительно стабильны. Всегда могут протекать процессы, связанные с изменением энтальпии:

$$\Delta H_{Ai} = \Delta G_{Ai} + T\Delta S_{Ai}$$

т.е. увеличением энтропии ΔS и уменьшением свободной энергии ΔG материала:

$$\Delta G_i \rightarrow \min \text{ и } \Delta S_i \rightarrow \max.$$

Процесс $\Delta G_i \rightarrow \min$ (как и $\Delta S_i \rightarrow \max$) указывает на общее направление процесса взаимодействия атомов: чем меньше уровень свободной энергии, тем стабильнее положение атомов и СФС.

Если исходное СФС было оптимальным, то в процессе эксплуатации указанные изменения будут приводить к ухудшению состояния и, следовательно, свойств материала. Характерный пример перехода металла в стабильное состояние – это процесс окисления (переход металла в руду).

С этой точки зрения состояние атомов в руде является наиболее стабильным, и металл неизменно стремится вновь перейти в более стабильное химическое состояние, отличающееся от металлического.

Переход атомов металла из метастабильного в стабильное состояние, как правило, требует энергии активации, которую атомы твердого тела получают за счет тепловых флуктуаций.

Кинетика процесса перестроения атомов (и СФС) будет определяться энергией активации (G_{Ai}) этого процесса. В большинстве практических случаев $\Delta G_A \gg kT$ так, что скорость преодоления энергетического барьера очень мала.

Проблемы стабильности СФС материалов

Чем больше по абсолютной величине разница свободной энергии двух разных состояний $\Delta G = \Delta G_1 - \Delta G_2$, тем больше стимул к переходу системы в относительно более стабильное состояние.

Избыток свободной энергии условно представляют в виде трех слагаемых: избытка химической энергии (кДж/моль), поверхностной энергии (Дж/моль) и энергии деформации (Дж/моль), т.е. $\Delta G = \Delta G_{\text{хим}} + \Delta G_{\text{пов}} + \Delta G_{\text{деф}}$.

Механизмами изменения СФС являются:

- объемная и поверхностная (граничная) диффузия атомов;
- согласованное (коллективное) движение атомов, например дислокаций;
- переход атомов через межфазную границу, представляющий собой комбинацию диффузии и химического взаимодействия атомов.

Несколько цифр, характеризующих школу – конференцию:

На участие в ней зарегистрировалось более 120 человек, представлены 16 лекций с регламентом 30 минут и 45 докладов с регламентом 15 минут по тематикам:

- высокоэнтروпийные материалы: лекций – 5, докладов – 2;
- высоконикеленые сплавы: лекций – 2, докладов – 1;
- быстрозакаленные сплавы: лекций – 2, докладов – 6;
- материалы, получаемые с использованием аддитивных технологий: лекций – 3, докладов – 8;
- материалы, получаемые консолидацией порошков: лекций – 2, докладов – 12;
- конструкционные материалы: лекций – 2, докладов – 16.

К высокоэнтропийным сплавам (ВЭС) относятся материалы с аномально высокими значениями конфигурационной энтропии смешения, значительно более высокими, чем в обычных многокомпонентных сплавах. Для создания ВЭС количество химических элементов в сплаве должно быть не менее пяти, а их концентрации должны находиться в пределах от 5 до 35 ат.%. Именно большое число химических элементов увеличивают конфигурационную энтропию смешения такого сплава до максимума. Диапазон исследуемых сплавов включает однофазные ГЦК сплавы системы CoCrFeNiMn, однофазные упорядоченные (B2) ОЦК сплавы системы AlNbTiV и многофазные сплав системы AlCoCrCuFeNi. Это конструкционные материалы и покрытия.

Высоконикелевые сплавы со сложным легирующим составом относятся к группе жаропрочных материалов и являются перспективными материалами для ядерных реакторов VI - поколения.

Быстрозакаленные из расплава сплавы в аморфном или наноструктурном состоянии являются важнейшими функциональными материалами для создания, например высокотемпературных припоев, материалов с памятью формы и др.

Материалы, полученные с использованием аддитивных технологий являются литыми сплавами со всеми вытекающими проблемами их доводки для использования.

Материалы, полученные консолидацией порошков с применением перспективных технологий консолидации, включая электроимпульсные методы, позволяют синтезировать новые СФС состояния.

Разрешите открыть 18-ю Международную on-line школу-конференцию "Новые материалы": «Неравновесные состояния: теория, получение и применение».

ПРОГРАММА

(лекции выделены серым фоном)

14 декабря

ОТКРЫТИЕ				13-30
1.	Andrey Litnovsky	FZ Julich, Germany, НИЯУ МИФИ	Advanced materials for future fusion power plants: performance and technology challenge	13-45
2.	Yuji Ichikawa	Tohoku University, Japan	Cold Spray Bonding Mechanism Revealed by Auger Electron Spectroscopy	14-15
3.	И.А.Богачев	ВИАМ	Особенности формирования структурно-фазового состояния мартенситностареющей стали ВНЛ14-ПС, полученной селективным лазерным сплавлением	14-45
4.	<u>М.Г.Исаенкова</u> , А.Е.Рубанов, А.В.Юдин	НИЯУ МИФИ, НПО ЦНИИТМ АШ	Формирование структуры и кристаллографической текстуры в изделиях при селективном лазерном сплавлении порошков и их влияние на анизотропию механических свойств	15-15
ПЕРЕРЫВ				15-45
5.	А.Г.Евгенов	ВИАМ	Формирование тонкой структуры трека в процессе селективного лазерного сплавления	16-00
6.	Zach Cordero	Massachusetts Institute of Technology, USA	Ultrasonic additive manufacturing of bulk nanostructured materials	16-30
7.	<u>В.Р.Бараз</u> , С.С.Герасимов, И.А.Груздева	УрФУ	Структурное состояние медноникелевого сплава МН19, синтезированного селективным лазерным сплавлением	17-00
8.	<u>И.В.Перинская</u> , В.В.Перинский	Саратовский ГТУ	Аддитивный синтез наноструктурных форм на поверхности титана с гидроксипатитовым покрытием ионно-лучевой обработкой	17-15
9.	<u>И.С.Чекин</u> , К.О.Базалеева, Е.В.Цветкова	Российский университет дружбы народов	Азотирование сталей различных структурных классов, полученных методами лазерных аддитивных технологий	17-30

10.	<u>Е.В.Цветкова</u> , К.О.Базалеева, А.А.Шибалова, А.В.Алексеев	Россий- ский уни- верситет дружбы народов	Влияние технологических пара- метров лазерной наплавки на структуру металлматричных композиционных материалов Ni/TiC и Ni/WC	17-45
11.	<u>К.О.Базалеева</u> , Е.В.Цветкова	Россий- ский уни- верситет дружбы народов	Металлы и сплавы, синтезиро- ванные методом селективного лазерного плавления: особен- ности строения и структурной ста- бильности	18-00
12.	Д.А. Геращенко	НИЦ КИ, ЦНИИ КМ «Проме- тей»	Получение покрытия системы Ni- Fe на стальной подложке с ис- пользованием диодного лазера	18-15
13.	<u>А.В.Красиков</u> , М.В.Меркулова М.В.Старицин, А.Д.Быкова, М.Федосеев, П.А.Кузнецов	НИЦ КИ, ЦНИИ КМ «Проме- тей»	Влияние лазерной обработки на микротвердость и структуру неравновесных электрохимиче- ских покрытий Ni-W	18-30

15 декабря

14.	Xiaoyue Tan	Hefei Universi- ty of Technol., China	Realizing of advanced W-Cr-Zr smart alloys using field-assisted sin- tering technique: basic theory and critical factors	13-00
15.	<u>В.А.Миронов</u> , Ю.С.Ушеренко	Рижский ТУ, Латвия	Перемещение металлических макрочастиц в импульсном элек- тромагнитном поле	13-30
16.	Felix Klein	FZ Julich, Germany	Understanding the effects of impuri- ties in oxidation-resistant smart tungsten alloys" for fusion"	14-00
17.	Н.А.Епифанов, А.С.Демин, Е.В.Морозов, С.А.Масляев, В.Н.Пименов	ИМЕТ РАН	Поведение медных сплавов при воздействии мощных импульсных потоков ионов дейтерия и дейтериевой плазмы	14-15
18.	О.Б.Скворцов, В.И.Сташенко, О.А.Троицкий	НТЦ «ЗБМ»; ИМАШ РАН	Динамика развития деформационных процессов при электроимпульсном воздействии на металл	14-30

19.	<u>Е.А.Максимкина</u> А.Н.Сучков, О.Н.Севрюков, А.В.Самохин, Н.В.Алексеев, А.А.Фадеев, М.А.Синайский	НИЯУ МИФИ, ИМЕТ РАН	Новый способ получения слож- нолегированных порошковых сплавов с высокой степенью сфе- ричности	14-45
20.	Е.В. Галкин, М.В.Жаров	МАИ	Исследование процессов получе- ния порошков на основе алюми- нида никеля NiAl центробежным распылением с высокими скоро- стями охлаждения	15-00
21.	Е.В. Галкин, М.В.Жаров	МАИ	Анализ особенностей методов получения порошков и гранул из никелевых сплавов с точки зре- ния качества изготавливаемого сырья	15-15
22.	С.В.Нескоромный А.Н.Строганов, Е.Г.Григорьев, Е.Л.Стрижаков	ДонГТУ, ИСМАН	Особенности электроимпульсной консолидации порошковых ком- позиций из карбида гафния	15-30
ПЕРЕРЫВ				15-45
23.	Е.Г.Григорьев, В.Ю.Гольцев, А.В.Осинцев, А.С.Плотников, Е.Л.Стрижаков, С.В.Нескором- ный В.Г.Виноградов, С.О.Агеев	ИСМАН, Черного- ловка, НИЯУ МИФИ, ДГТУ, Ростов- на-Дону	Преимущества высоковольтной консолидации порошков туго- плавких материалов	16-00
24.	Т.Н.Сметюхова, А.В.Иванов, Н.Н.Ситников, И.Н.Лаптев	ГНЦ ФГУП “Центр Келды- ша”, Москва,	Получение методом искрового плазменного спекания плотной керамики из порошков нитрида и карбида кремния	16-15
25.	В.А.Глушечков, И.А.Беляева, В.И.Песоцкий, В.А.Мионов, Ю.С.Ушеренко	Самар- ский НИУ	Плакирование расплавом цилин- дрических деталей из порошко- вой композиции	16-30
26.	В.А. Бородин, А.В. Тенишев, Д.П. Шорников	НИЯУ МИФИ	Повышение эффективности ком- пактирования таблеток диоксида урана методом высокотемпера- турного прессования	16-45

27.	Н.В.Филатова, Н.Ф.Косенко, В.В.Храмогин, Д.В.Хренов	Иванов- ский ГХТУ	Метастабильные неорганические дисперсии как эффективные свя- зующие для композиционных ма- териалов	17-00
28.	Г.В.Маркова, Д.М.Левин	Тул- ский государ- ствен- ный уни- верситет	Закономерности изменения структуры и свойств среднемар- ганцевых сплавов Mn-Cu при естественном старении	17-15
29.	Э.Б.Завойчин- ская	МГУ	О много- и гигацикловой устало- сти металлов и сплавов при одно- осном нагружении	17-30
30.	Е.А.Жаканбаев, К.Б.Сарсенбаева	ИЯФ МЭ РК, Алматы, Казастан	Структура и свойства сплава Hf- C-N полученного методом магне- тронного осаждения	17-45
31.	Е.Д.Мерсон, П.Н.Мягких, Г.В.Клевцов, Д.Л.Мерсон, А.Ю.Виноградов	НИИ прогрес- сивных техноло- гий, Норвеж- ский ТУ, Норвегия	Влияние концентрации водорода и скорости деформации на осо- бенности водородного охрупчи- вания ультрамелкозернистой низ- коуглеродистой стали	18-00
32.	В.П.Багмутов, И.Н.Захаров, В.И.Водопьянов, Д.С.Денисевич, М.Д.Романенко, А.А.Седов, В.В.Баринов	Волго- градский ГТУ	Особенности неравновесной структуры углеродистых сталей, сформированной в ходе высоко- энергетического воздействия	18-15

16 декабря

33.	Р.Е.Воскобойников	НИЯУ МИФИ	Ni-base refractory alloys for in-core Gen IV reactor applications	13-00
34.	С.В.Рогожкин	НИЯУ МИФИ, ИТЭФ	Атомно-зондовая томография распределения химических элементов в наноструктурах материалов	13-30
35.	В.В.Углов, К.Дзин, С.В.Злоцкий, И.В.Сафронов	Белорусский ГУ, МИФИ, Пекинский ТУ	Структурно-фазовое состояние высокоэнтропийной системы Ni-Co-Fe-Cr-Mn, облученной ионами	14-00
36.	Б.А.Калин, М.С.Стальцов, <u>И.И.Чернов</u> , А.С.Диков, И.А.Иванов, П.Б.Лагов, С.Н.Коршунов.	НИЯУ МИФИ, ИЯФ РК, МИСиС, НИЦ КИ	Радиационные эффекты в металлах и сплавах, вызванные облучением высокоэнергетическими тяжелыми ионами	14-15
37.	С.В.Рогожкин, Т.В.Кулевой, А.Г.Залужный, А.А.Никитин, Н.А.Искандаров и др.	НИЯУ МИФИ, ИТЭФ, НИЦ КИ	Исследование причин низкотемпературного радиационного упрочнения ферритно-мартенситных сталей в имитационных экспериментах на пучках ионов	14-30
38.	А.В.Клауз, А.Г.Залужный, С.В.Рогожкин, А.А.Хомич	ИТЭФ	Исследование влияния облучения тяжёлыми ионами на наноструктуру дисперсно-упрочненных оксидами сталей современными методами ультрамикроскопии	14-45
39.	Yong Yang	City Univ. of Hong Kong	Cold joining of metallic glass	15-00
ПЕРЕРЫВ				15-30
40.	А.В.Назаров	НИЯУ МИФИ, ИТЭФ	Features of interdiffusion in multi-component alloys and HEA. Theory and modeling	16-00
41.	Wen Chen	U. Massachusetts Amherst, USA	Additive manufacturing of refractory and high entropy alloys	16-30
42.	Frank Garner	Radiation Effects Consulting, USA	Credibility of using ion irradiation as a surrogate for neutron irradiation of reactor structural alloys	17-00

43.	Michael Short	Massachusetts Institute of Technology, USA	Predicting and Verifying Single Phase Stability and Primary Radiation Resistance in Single Phase, Multi-Principle Element Alloys	17-30
44.	Peter Liaw	University of Tennessee, Knoxville, USA	Lattice Distortion in the NbTa-TiV(Zr) Refractory High-entropy Alloy	18-00

17 декабря

45.	М.А.Пенязь, Й.Л.Отто, А.А.Иванников А. Шмидт-Калемборн, М.Князева, Б.А.Калин, Ф.Вальтер	НИЯУ МИФИ, Университет Дортмунда, Германия	Влияние структурно-фазового состояния паяных соединений AISI 304/NiCrSiB на коррозионную усталость	13-00
46.	А.Е.Хворостова, И.В.Федотов, А.Н.Сучков, О.Н.Севрюков, М.А.Пенязь, П.С.Джумаев	НИЯУ МИФИ	Исследование структуры паяного соединения алюмооксидной керамики с титаном, полученной с применением припоя Ti-Zr-Co	13-15
47.	А.И.Габов, А.А.Иванников, О.Н.Севрюков	НИЯУ МИФИ	Применение быстрозакаленных припоев для получения паяных соединений керамики ВК94-1	13-30
48.	М.А.Пенязь, А.А.Иванников, Н.С.Попов, А.В.Абрамов, О.Н.Севрюков	НИЯУ МИФИ	Ударная вязкость паяных соединений из стали 08х18н9, полученных с помощью аморфно-кристаллических припоев системы NiCrSiB	13-45
49.	Ю.А.Гурова, Д.М.Бачурина, А.Н.Сучков, О.Н.Севрюков	НИЯУ МИФИ	Влияние режима пайки на микроструктуру паяных соединений вольфрама и сталей ферритно-мартенситного класса различных марок	14-00
50.	К.Е.Клюкова, М.Г.Исаенкова, О.А.Крымская, В.А.Фесенко	НИЯУ МИФИ	Зависимость типа кристаллографической текстуры рекристаллизации от соотношения текстурных компонент в прокатанном сплаве Zr-2,5%Nb	14-15

51.	М.М.Зарипова, М.Г.Исаенкова, В.А.Фесенко, А.В.Осинцев	НИЯУ МИФИ	<u>Закономерности формирования кристаллографической текстуры в сверхупругих сплавах на основе Ti-Zr-Nb при прокатке и последующем отжиге</u>	14-30
52.	Д.А.Сафонов, Б.А.Калин, П.С.Джумаев, А.С.Яшин, Е.Л.Кореневский Р.Ш.Исаев, В.А.Чурсин	НИЯУ МИФИ	Исследование хромосодержащих покрытий на сплаве Э110 с барьерным слоем	14-45
53.	А.В.Сумарокова, В.М.Ананьин, Б.А.Калин	НИЯУ МИФИ	Анализ диффузионной подвижности примесей внедрения в сплаве Zr - 1 %Nb по данным измерений внутреннего трения	15-00
ПЕРЕРЫВ				15-15
54.	П.С.Захарова	ИТЭФ	Влияние ионного облучения при температуре 500°С на микроструктуру и механические свойства сплава W-6Re	15-30
55.	А.А.Урусов, К.К.Полунин, И.Э.Галев, А.А.Мокрушин, В.Д.Рисованный	НИИ НПО «ЛУЧ», АО «Наука и иннова- ции»,	Поглощающие материалы нового поколения для энергетических ядерных реакторов на тепловых нейтронах	15-45
56.	<u>И.М.Ермоченков</u> Ю.Д.Заварцев, А.И.Загуменный, А.А.Гасанов, О.В.Юрасова, Д.А.Самиева	Гиредмет	Моноизотопные скандий содержащие кристаллы для лазерных, сцинтилляционных применений и квантовой памяти	16-00
57.	С.В.Засыпкин, А.И.Брилевский, А.И.Иртегов, Д.Л.Мерсон	Тольят. У, ООО «СОМЗ», Соликамск	Магниевые сплавы с повышенной температурой воспламенения	16-15
58.	М.А.Бобокамбаров, А.В.Назаров	НИЯУ МИФИ, ИТЭФ	Особенности моделирования скачков атомов при постоянной температуре методом молекулярной динамики. Модель естественного термостата	16-30
59.	М.А.Пахомов, В.Ю.Новиков, В.В.Столяров	ИМАШ РАН, Белгород- ский ГНИУ	Сухое трение керамического нанокompозита с добавкой графена	16-45

60.	А.А.Баженов, В.В.Михальчик, А.В.Тенишев, Р.В.Смирнов, Д.П.Шорников	НИЯУ МИФИ	Модернизация установки и автоматизация измерений кислородного потенциала оксидного топлива методом ЭДС ТГЯ	17-00
61.	Г.Н.Елманов, П.С.Джумаев, Т.Л.Мищенко, М.А.Пенязь	НИЯУ МИФИ	Формирование структуры паяного соединения при диффузионной пайке никеля аморфными припоями системы Ni-Cr-Fe-Si-B	17-15
62.	<u>А.Б.Михайлова</u> Б.П.Михайлов, В.Я.Никулин, П.В.Силин, И.В.Боровицкая, Е.Н.Перегудова	ИМЕТ, Физический институт	Исследование влияния ударно – волнового воздействия плазмы на структуру и микроструктуру композитов (Bi-2223+ZrN)	17-30
ПОДВЕДЕНИЕ ИТОГОВ				17-45

CONFERENCE PROGRAMME

(lectures are highlighted in gray)

December 14

OPENING OF THE CONFERENCE				13-30
1.	Andrey Litnovsky	FZ Julich, Germany, NRNU MEPhI	Advanced materials for future fusion power plants: performance and technology challenge	13-45
2.	Yuji Ichikawa	Tohoku University, Japan	Cold Spray Bonding Mechanism Revealed by Auger Electron Spectroscopy	14-15
3.	I.A.Bogachev	VIAM	Formation features of the structural-phase conditions of martensitic-aging steel VNL14-PS, obtained by selective laser melting	14-45
4.	M.G.Isaenkova, A.E.Rubanov, A.V.Yudin	MEPHI, JSC "RPA "CNIITMA SH"	Formation of structure and crystallographic texture in products during selective laser melting of powders and their influence on anisotropy of mechanical properties	15-15
BREAK				15-45
5.	A.G.Evgenov	VIAM	Formation of track's thin structure in SLM- process	16-00
6.	Zach Cordero	Massachusetts Inst. of Technology, USA	Ultrasonic additive manufacturing of bulk nanostructured materials	16-30
7.	V.R.Baraz, S.S.Gerasimov, I.A.Gruzdeva	UrFU	Structural state of a copper-nickel alloy obtained by selective laser melting	17-00
8.	I.V. Perinskaya, V.V. Perinsky	SSTU	Additive synthesis of nanostructured forms on titanium surface with hydroxyapatite coating ion-beam treatment	17-15
9.	I.S. Chekin, K.O. Bazaleeva E.V. Tsvetkova	RUDN	Nitriding of steels of various structural Classes produced with laser 3D printing	17-30
10.	E.V.Tsvetkova, K.O.Bazaleeva, A.A. Shibalova, A.V. Alekseev	RUDN	Influence of technological parameters on structure of metal-matrix composites Ni/TiC and Ni/WC in laser cladding	17-45
11.	K.O.Bazaleeva, E.V.Tsvetkova	RUDN	Metals and alloys produced by selective laser melting: structure and structural stability	18-00

12.	D.A.Gera-shchenkov	NRC Kur-chatov institute, CRISM "Prometey"	Formation of the Ni-Fe system coating on a steel substrate using a diode laser	18-15
13.	A.V.Krasikov, M.V.Merkulova, M.V.Staritsyn, A.D.Bykova, M.L.Fedoseev, P.A.Kuznetsov	NRC Kur-chatov institute, CRISM "Prometey"	Influence of laser treatment on microhardness and structure of Ni-W non-equalible electrochemical coatings	18-30

December 15

14.	Xiaoyue Tan	Hefei University of Technology, China	Realizing of advanced W-Cr-Zr smart alloys using field-assisted sintering technique: basic theory and critical factors	13-00
15.	V. Mironovs, Y. Usherenko	RTU, Riga, Latvia	Movement of metal macroparticles in a pulse electromagnetic field	13-30
16.	Felix Klein	FZ Julich, Germany	Understanding the effects of impurities in oxidation-resistant smart tungsten alloys" for fusion"	14-00
17.	N.A. Epifanov, A.S. Demin, E.V. Morozov, S.A. Maslyayev, V.N. Pimenov	IMET	Copper alloys under the influence of high-power pulsed fluxes of deuterium ions and deuterium plasma	14-15
18.	O.B. Skvortsov, V.I. Stashenko, O.A. Troitsky	NTC «Balancing Machine Plant», IMASH RAS	Dynamics of development of deformation processes under electric pulse impact on metal	14-30
19.	E.A. Maksimkina, A.N. Suchkov, O.N. Sevryukov, A.V. Samokhin, N.V. Alexeev, A.A. Fadeev, M.A. Sinayskiy	MEPHI, IMET	A new method for producing complex-alloyed powders with a high degree of sphericity	14-45
20.	E.V. Galkin, M.V. Zharov	MAI	Research of processess of production of powders based on nickel aluminide NiAl by centrifugal pulverization with high cooling speeds	15-00

21.	E.V. Galkin, M.V. Zharov	MAI	Analysis of peculiarities of methods of production of powders and grains of nickel alloys from viewpoint of produced primary material quality	15-15
22.	S.V. Necoromniy, A. N. Stroganov, E.G. Grigoriev, E.L. Strizhakov	DSTU, ISMAN	Features of electric pulse consolidation of powder compositions from hafnium carbide	15-30
BREAK				15-45
23.	E.G. Grigoryev, V.Yu. Goltsev, A.V. Osintsev, A.S. Plotnikov, E.L. Strizhakov, S.V. Nesoromniy, V.G. Vinogradov, S.O. Ageev	ISMAN, MEPHI, DSTU	Advantages high voltage consolidation of powders refractory materials	16-00
24.	T.N. Smetyukhova, A.V. Ivanov, N.N. Sitnikov, I.N. Laptev	KeRC	Production of dense ceramics from powders of silicon nitride and carbide using a spark plasma sintering technique	16-15
25.	V.A. Glushchenkov, I.A. Belyaeva, V.I. Pesotsky, V.A. Mironov, Ju.S. Usherenko	Samara University	Melt cladding of cylindrical parts made from powder compositions	16-30
26.	V.A. Borodin, A.V. Tenishev, D.P. Shornikov	MEPHI	Increasing the efficiency of uranium dioxide pellet compaction by high-temperature pressing	16-45
27.	N.V. Filatova, N.F. Kosenko, V.V. Khramogin, D.V. Khrenov	ISUCT	Metastable inorganic dispersions as effective binders for composite materials	17-00
28.	G.V. Markova, D.M. Levin	TULA State University	Regularities of structure change and properties of mediummanganese Mn-Cu alloys during natural ageing	17-15
29.	E.B. Zavoychinskaya	MSU	On multi- and hygacycle fatigue of metals and alloys at axial loading	17-30

30.	E.A.Zhakanbaev, K.B.Sarsenba- yeva	INP Ka- zakhstan	Structure and properties of Hf-C-N alloy produced by magnetron depo- sition	17-45
31.	E. D. Merson, P.N. Myagkikh, G.V. Klevtsov, D. Merson, A. Vinogradov	TSU, NTNU	Effect of hydrogen concentration and strain rate on the hydrogen em- brittlement features of ultra-fine grained low carbon steel	18-00
32.	V.P. Bagmutov, I.N. Zakharov, V.I.Vodopyanov, D.S. Denisevich, M.D.Romanenko A.A. Sedov, V.V. Barinov	VolgGTU	Features of non-equalible structure carbon steels formed during high energy impact	18-15

December 16

33.	R. E. Vokoboi- nikov	MEPHI	Ni-base refractory alloys for in-core generation iv reactor applications	13-00
34.	S.V. Rogozhkin	MEPHI, ITEF NRC Kurchatov Institute	Atom probe tomography of the dis- tribution of chemical elements in the nanostructures of materials	13-30
35.	B.A. Kalin, I.I. Chernov, M.S. Staltsov, A.S. Dikov, I.A. Ivanov, P.B. Lagov, S.N. Korshunov	MEPHI, MISiS, NRC Kur- chatov In- stitute	Radiation effects in metals and al- loys caused by high-energy heavy ions irradiation	14-00
36.	V.V. Uglov, K. Jin, S.V. Zlotski, I.V. Safonov	Belarusian State Uni- versity, MEPHI, Beijing In- stitute Of Technology	Structural-phase state of a high- entropy system Ni-Co-Fe-Cr-Mn irradiated with ions	14-15
37.	S.V. Rogozhkin, T.V. Kulevoy, A.G. Zaluzhny, A.A. Nikitin, N.A. Iskandarov Et.C.	MEPHI, ITEF NRC Kurchatov institute, NRC Kur- chatov in- stitute	Stydy of the origin of low tempera- ture radiation hardening of ferritic- martensitic steels by emulation ex- periments with ion beams	14-30

38.	A.V. Klauz, A.G. Zaluzhnyi, S.V. Rogozhkin, A.A. Khomich	MEPHI	Investigation of influence of heavy ion irradiation on the nanostructure of dispersion-strengthened oxide steels by modern ultramicroscopy methods	14-45
39.	Yong Yang	City University of Hong Kong	Cold joining of metallic glass	15-00
BREAK				15-30
40.	A.V.Nazarov	MEPHI, ITEP NRC Kurchatov Institute	Features of interdiffusion in multi-component alloys and HEA. Theory and modeling	16-00
41.	Wen Chen	U. Massachusetts Amherst, USA	Additive manufacturing of refractory and high entropy alloys	16-30
42.	Frank Garner	Radiation Effects Consulting, USA	Credibility of using ion irradiation as a surrogate for neutron irradiation of reactor structural alloys	17-00
43.	Michael Short	Massachusetts Institute of Technology, USA	Predicting and Verifying Single Phase Stability and Primary Radiation Resistance in Single Phase, Multi-Principle Element Alloys	17-30
44.	Peter Liaw	University of Tennessee, Knoxville, USA	Lattice Distortion in the NbTa-TiV(Zr) Refractory High-entropy Alloy	18-00

December 17

45.	M. Peniaz, J. L. Otto, A. Ivannikov, A. Schmiedt- Kalenborn, M. Knyazeva, B. Kalin, F. Walther	MEPHI, TU Dort- mund Uni- versity, Germany	Influence of the structural-phase state of AISI 304 / NiCrSiB brazed joints on corrosion fatigue	13-00
46.	A.E. Khvoros- tova, I.V. Fedotov, A.N. Suchkov, O.N. Sevryukov, M.A. Peniaz, P.S. Dzhumaev	MEPHI	Investigation of the Al ₂ O ₃ /Ti joint, brazed With Ti-Zr-Co filler metal	13-15
47.	A.I. Gabov, A.A. Ivannikov, O.N. Sevryukov	MEPHI	Application of fast solidified brazing alloys to obtain brazed joints of VK94-1 ceramics with Kovar	13-30
48.	M. Peniaz, A. Ivannikov, N. Popov, A. Abramov, O. Sevryukov	MEPHI	Impact toughness of austenitic steel joints brazed by amorphous- crystalline NiCrSiB filler metals	13-45
49.	J. Gurova, D. Bachurina, A. Suchkov, O. Sevryukov	MEPHI	Influence of the brazing mode on the microstructure of tungsten/rafm steel brazed joints	14-00
50.	K.E. Klyukova, M.G. Isaenkova, O.A. Krymskaya, V.A. Fesenko	MEPHI	Dependence of the type of crystallo- graphic texture of recrystallization on the ratio of texture components in the rolled Zr-2.5%Nb alloy	14-15
51.	M.M. Zaripova, M.G. Isaenkova, Yu.A. Perlovich, V.A. Fesenko, A.V. Osintsev, L.A. Degadnikova	MEPHI	Regularities of the formation of crys- tallographic texture in superelastic alloys based on Ti-Zr-Nb during rolling and following annealing	14-30
52.	D.A. Safonov, B.A. Kalin, P.S. Dzhumaev, A.S. Yashin, E.L. Korenevsky R.Sh. Iaev, V.A. Chursin	MEPHI	Study of chrome-containing coatings on E110 with a barrier layer	14-45
53.	A.V. Sumarokova V.M. Anan' In, B.A. Kalin	MEPHI	Analysis of diffusion mobility of integrated impurities in alloy Zr - 1% Nb according to the data of internal friction measurements	15-00

BREAK				15-15
54.	P.S. Zakharova	ITEF NRC Kurchatov Institute,	Influence of ion irradiation at a temperature of 500 °C on the micro-structure and mechanical properties of the W-6Re alloy	15-30
55.	A.A. Urusov, K.K. Polunin, I.E. Galev, A.A. Mokrushin1, V.D. Risovany	LUCH FSUE, JSC Science and Innovations	New generation absorbing materials for thermal-neutron power reactors	15-45
56.	I.M. Er-mochenkoy, Yu.D. Zavartsev, A.I.Zagumennyi, A.A. Gasanov, O.V. Yurasova, D.A. Samieva	JSC Giredmet	Monoisotopic scandium containing crystals for lasers, scintillators and quantum memory	16-00
57.	Sergey Zasypkin, Alexander Brilevsky, Alexey Irtegoy, Dmitry Merson	TSU, LLC SOMZ	Flame-resistant magnesium alloys	16-15
58.	M.A. Boboqambayrova A.V. Nazarov	MEPHI, ITEF NRC Kurchatov Institute	Simulation features of atom jumps at constant temperature by the molecular dynamics method. Approach of natural thermostat	16-30
59.	M.A. Pakhomov, V. Yu. Novikov, V.V. Stolyarov	IMASH RAS, Bel-SU	Dry friction of ceramic nanocomposite with graphene additive	16-45
60.	A.A. Bazhenov, V.V. Mikhalkhik, A.V. Tenishev, R.V. Smirnov, D.P. Shornikov	MEPHI	Solid state emf cell modernization and automatization of oxide fuel oxygen potential measurements	17-00
61.	G.N. Elmanov, P.S. Dzhumayev, T.L.Mishchenko, M.A. Penyaz	MEPHI	Structure formation of nickel joint brazed by amorphous Ni-Cr-Fe-Si-B foils	17-15
CONFERENCE SUMMARY				17-30

Тезисы лекций и докладов

Absracts of lectures and report

М.Г. ИСАЕНКОВА^{1*}, А.Е. РУБАНОВ¹, А.В. ЮДИН²

¹Национальный исследовательский ядерный университет МИФИ, Москва,
Российская Федерация

²НПО ЦНИИТМАШ, Москва, Российская Федерация

*E-mail: MGIsaenkova@mephi.ru

ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКОЙ ТЕКСТУРЫ В ИЗДЕЛИЯХ ПРИ СЕЛЕКТИВНОМ ЛАЗЕРНОМ СПЛАВЛЕНИИ ПОРОШКОВ И ИХ ВЛИЯНИЕ НА АНИЗОТРОПИЮ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ

По результатам анализа послойного изменения кристаллографической текстуры в монолитных и решетчатых изделиях, полученных селективным лазерным сплавлением (СЛП) порошков сплавов с разными кристаллическими структурами, выявлены закономерности формирования их структуры. В работе рассмотрены изделия из аустенитной стали 316L, никелевого сплава Inconel и титанового сплава ВТ1-0. Известно, что плотность изделий, их структура и механические свойства зависят от следующих параметров изготовления образцов: мощности лазерного излучения, скорости сканирования лазерного луча, стратегии сканирования (шага, последовательности формирования слоев, изменения направления в слое и в последовательных слоях и т.п.). При изготовлении изделий, прежде всего, оптимизировали технологию их получения (мощность, шаг сканирования), затем варьировали стратегию сканирования. Кристаллизация всех перечисленных сплавов осуществляется путем роста кристаллов с кубической структурой (ОЦК или ГЦК). При последующем охлаждении в образцах титана дополнительно происходит фазовое превращение $\beta \rightarrow \alpha$ при строгом сохранении между ними ориентационного соотношения Бюргерса. В средних по высоте слоях монолитных изделий из разных сплавов формируется острая кубическая текстура $\{100\}<001>$, которая определяет анизотропию свойств СЛП-образцов. Послойное изменение кристаллографической текстуры связано с ростом столбчатых кристаллов кубической фазы (ГЦК или ОЦК), которые образуются за счет теплового воздействия расплавленной области на нижележащие слои, задающие ориентацию растущего кристалла. В случае формирования решетчатых структур столбчатые кристаллы с предпочтительной ориентацией $<001>$ вдоль направления роста образуются в центральной части ребер и узлов по диаметру элементов конструкции. По результатам анализа кристаллографической текстуры монолитных и решетчатых структур рассчитана анизотропия свойств изделий.

1. Kunze K., Etter T., Grasslin J. et al. *Mater.Sci & Eng. A*, 2015, 620, 213–222.
2. Isaenkova MG, Perlovich YA, Yudin AV et al. *Inorg. Mater. Appl. Res.*, 2020, 11(3), 692-698
3. Isaenkova MG, Yudin AV, Rubanov AE et al. *J. Mater. Res. Technol.*, 2020, 9(6), 15177-15184.

M.G. ISAENKOVA^{1, a)}, A.E. RUBANOV¹, A.V. YUDIN²

National Research Nuclear University MEPhI, Moscow, Russian Federation

²JSC "RPA "CNIITMASH", Moscow, Russian Federation

**E-mail: MGIsaenkova@mephi.ru*

FORMATION OF STRUCTURE AND CRYSTALLOGRAPHIC TEXTURE IN PRODUCTS DURING SELECTIVE LASER MELTING OF POWDERS AND THEIR INFLUENCE ON ANISOTROPY OF MECHANICAL PROPERTIES

Based on the results of the analysis of layer-by-layer changes in the crystallographic texture in monolithic and lattice products obtained by selective laser melting (SLM) of alloy powders with different crystal structures, the regularities of the formation of their structure have been revealed. The paper considers products made of 316L austenitic steel, Inconel alloy and VT1-0 titanium alloy. It is known [1-3] that the density of products, their structure and mechanical properties depend on the following parameters of the manufacture of samples: the power of laser radiation, the scanning speed of the laser beam, the scanning strategy (step, sequence of formation of layers, change of direction in layer and in successive layers, etc.). In the manufacture of products, first of all, the technology of their production (power, scanning step) was optimized, then the scanning strategy was varied. Crystallization of all of the listed alloys is carried out by the growth of crystals with a cubic structure (bcc or fcc). During subsequent cooling in the titanium samples, the $\beta \rightarrow \alpha$ phase transformation additionally occurs with strict preservation of the Burger's orientation relation. A sharp cubic texture $\{100\} \langle 001 \rangle$ is formed in medium-height layers of monolithic objects made of different alloys, which determines the anisotropy of the properties of SLM samples. The layer-by-layer change in the crystallographic texture is associated with the growth of columnar crystals of the cubic phase (fcc or bcc), which are formed due to the thermal effect of the molten region on the underlying layers that set the orientation of the growing crystal. In the case of the formation of lattice structures, columnar crystals with a preferred orientation of $\langle 001 \rangle$ along the growth direction are formed in the central part of the ribs and nodes along the diameter of the structural elements. Based on the results of the analysis of the crystallographic texture of monolithic and lattice structures, the anisotropy of the properties of products is calculated.

1. Kunze K., Etter T., Grasslin J. et al. *Mater.Sci & Eng. A*, 2015, 620, 213–222.
2. Isaenkova M.G., Perlovich Y.A., Yudin A.V. et al. *Inorg. Mater. Appl. Res.*, 2020, 11(3), 692-698.
3. Isaenkova M.G., Yudin A.V., Rubanov A.E. et al. *J. Mater. Res. Technol.*, 2020, 9(6), 15177-15184.

ФОРМИРОВАНИЕ ТОНКОЙ СТРУКТУРЫ ТРЕКА В ПРОЦЕССЕ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО СПЛАВЛЕНИЯ

Проведен анализ литературных данных по моделированию условий кристаллизации трека в процессе СЛС, исследованиям тонкой структуры трека и распределения элементов по сечению ячеек. Проведены эксперименты по синтезу жаропрочных материалов на синтезированных подложках из разноименных сплавов для установления влияния концентрационной неоднородности на формирование ячеек и субструктурных составляющих трека. Проведено исследование морфологии ячеек на дефектах строения: порах, трещинах, в областях селективного электрохимического растрова при синтезе разнородных материалов. Установлены преимущественные механизмы формирования трековой структуры.

Трековая структура синтезированных металлических материалов является неравновесной. Ее формирование обусловлено гауссовским распределением энергии лазерного луча. При этом, экспонирование актуального сечения производится с частичным «нахлестом» треков, что в конечном итоге приводит к появлению структуры, именуемой в зарубежных источниках «рыбьей чешуей» (fishscale).

Форма трека и направленный теплоотвод определяют сложное напряженно-деформированное состояние синтезированного материала, текстуру и анизотропию свойств. Высокие скорости кристаллизации (по различным данным от $1 \cdot 10^4$ до $2 \cdot 10^7$ К/с) приводят к получению однородной структуры с ультрадисперсными выделениями вторых фаз. Направленный теплоотвод вызывает формирование столбчатых субзерен, преимущественно ориентированных в направлении печати материала. Различия алгоритмов экспонирования, в частности, экспонирование сечения дискретными элементами с заданной периодичностью их смещения на каждом последующем слое, изменение направления штриховки могут приводить к формированию упорядоченных структурных элементов, периодическому расположению цепочек пор, что вносит свой вклад в статические и усталостные характеристики синтезированного материала.

Понимание процессов, обуславливающих формирование тонкой структуры трека крайне важно в части управления структурой и текстурой материала. Например, для нивелирования или, наоборот, обострения текстуры в процессе последующей термической обработки металла.

В открытой литературе имеется значительный объем данных по моделированию процессов кристаллизации трека, закономерностям формирования тонкой структуры трека. Многие исследования, посвященные численному моделированию процесса формирования трека связывают его сложную структуру с проявлением эффекта термо-капиллярной конвекции (Эффекта Бенара-Марангони). Форма и размеры ячеек связывается

многими исследователями с числом Марангони, а ячейки на поверхности и внутри трека в отдельных работах рассматриваются как элементы различной природы происхождения.

Однако, формирование конвективных ячеек во всех системах происходит только при нагреве «снизу». В процессах селективного лазерного сплавления и прямого лазерного выращивания нагрев всегда осуществляется «сверху». Кроме того, проявление эффекта Бенара-Марангони для металлических материалов наблюдается в стационарных системах, например, при получении монокристаллов по методу Чохральского, а формирование ячеек отмечается в расплаве. Высокие скорости кристаллизации делают преобладание эффекта термо-капиллярной конвекции в процессе формирования тонкой структуры трека маловероятным.

Анализ структур синтезированных материалов на основе никеля, железа, кобальта, алюминия с точки зрения классических материаловедческих представлений, напротив, способен полноценно объяснить природу образования ячеек. Они представляют собой оси дендритов первого порядка, их различия в морфологии вызваны только углом реза шлифа и протяженностью субзерен, формирующих трек.

Исследование распределения элементов по сечению ячеек показывает полное соответствие нормальному закону кристаллизации: элементы, повышающие температуру плавления основы сплава, имеют более высокую концентрацию к центру оси дендрита (ячейки); элементы, снижающие температуру плавления – к ее периферии. Границы ячеек представляют собой клубки из дислокаций – это т.н. эпитаксиальные дислокации, или дислокации несоответствия, образование которых вызвано несоответствием решеток в эпитаксиальном слое.

При незначительном снижении скорости кристаллизации (при синтезе традиционно литейных материалов типа ЖС32 на литой монокристаллической подложке, устанавливаемой в платформе построения) отмечается появление выраженных ветвей второго порядка, что также говорит в пользу классической теории затвердевания.

Напротив, преимущественный эпитаксиальный рост ячеек – передача ориентации ячеек/дендритов от предыдущего слоя – характерное для формирования структуры при СЛС, связано именно с высокими температурными градиентами. Направленный теплоотвод приводит к формированию преимущественной ростовой текстуры, а выгнутая форма фронта кристаллизации – к общему радиальному характеру роста ячеек. Смена направления сканирования на каждом следующем слое вследствие конкурентного роста приводит к появлению многочисленных разориентированных субструктурных составляющих, при общем преобладании текстуры в направлении построения.

Проведенные исследования позволяют признать определяющими факторами для формирования тонкой структуры трека эпитаксиальный рост в условиях направленного теплоотвода и конкурентный рост субструктурных составляющих.

FORMATION OF TRACK'S THIN STRUCTURE IN SLM-PROCESS

The scientific literature data on the condition modeling of track's crystallization in SLM- process, on the studies of track's thin structure and elements distribution over the cell cross-section was analyzed. Experiments were carried out on the synthesis of heat-resistant materials upon the synthesized substrates of dissimilar alloys to determine the influence of the concentration heterogeneity on the cell formation and substructural constituents of the track. The study of the cell morphology was conducted on defects of construction: pores, cracks, in zones of selective electrochemical selective etching in case of synthesis of heterogeneous materials. Preferential mechanisms of the track's structure formation were determined.

The track's structure of synthesized metallic materials is nonequilibrium. Its formation is stipulated by the Gaussian's distribution of laser beam energy. Meanwhile the exposure of the actual section is made with a partial overlap of tracks which ultimately leads to the appearance of a structure called "fishscale".

Shape of track and directed heat sink determine the compound stress-strain condition of the synthesized material, its texture and anisotropy. High crystallization rate (according to various data from $1 \cdot 10^4$ to $2 \cdot 10^7$ K/c) leads to the formation of the homogeneous structure with superdispersed extractions of second phases.

Directed heat sink causes the formation of columnar subgrains predominately oriented to the direction of material printing. Different algorithms of exposure particularly the exposure of cross-section by discrete elements with a set periodicity of their displacement on each next layer, a change of hatching direction can lead to the formation of ordered structure elements, to periodical placement of pore chain that make contribution to static and fatigue properties of the synthesized material.

The comprehension of the processes stipulating the formation of track's thin structure is capitally important in terms of controlling the structure and texture of the material. For example, for leveling or conversely sharpening the texture during the subsequent heat treatment of the metal.

The literature contains a significant amount of data on process modeling of track's crystallization and patterns of track's thin structure formation. Many studies devoted to the numerical process modeling of track's formation connect its compound structure with the effect of thermocapillary convection (the Benard-Marangoni effect). According to many researches the shape and size of

the cells related to the Marangoni number while the cells on the surface and inside of the track are considered as elements of different kind of origin.

However the convective cells formation occurs only with heating “from below” in all systems. The selective laser melting process and direct metal deposition are always carried out with heating “from above”. In addition the Benard-Marangoni effect for metal materials is observed in stationary systems, for example, the monocrystal growing by the Chokhralsky’ method and the cells formation is observed in the melt. High crystallization rate makes the predominance of thermocapillary convection effect in process of track’s thin structure formation hardly probable.

Analysis of the structures of synthesized materials based on nickel, iron, cobalt, aluminum with the view of traditional materials science on the contrary is able to explain adequately the nature of cell formation. The cells represent the axis of dendrites 1st order, their morphology differences are caused only by the cut angle of crosssection and extent of subgrains forming the track.

The study of the elements distribution over the cross-section of cells shows full compliance with the normal law of crystallization: the elements increasing the melting point of the alloy’s base has a higher concentration by the centre of axis of dendrite (cell); the elements decreasing the melting point has a higher concentration by the periphery of axis. The borders of the cells represent the tangles of dislocations which are so-called epitaxial dislocations or dislocations of discrepancy whose formation is caused by the discrepancy of lattices in epitaxial layer.

With a slight decrease in crystallization rate (the synthesis of traditional casting materials such as GhS32 on the cast monocrystal substrate setting in steel base plate) it is observed the appearance of pronounced branches 2nd order that also say much for the traditional theory of solidification.

Conversely the primary epitaxial cell growth – the cells/dendrites orientation transfer from previous layer that is inherent for the SLM – structure formation is related precisely to the high temperature gradients. Directed heat sink leads to the formation of primary growth texture while the curve shape of crystallization front leads to a common radial pattern of cells growth. Change of scanning direction on each next layer owing to a competitive growth leads to the appearance of numerous disoriented substructured constituents with a common predominance of texture in the building direction.

The conducted research allows to recognize the epitaxial growth under conditions of the directed heat sink and the competitive growth of substructured constituents as the determining factors for the track’s thin structure formation.

СТРУКТУРНОЕ СОСТОЯНИЕ МЕДНОНИКЕЛЕВОГО СПЛАВА МН19, СИНТЕЗИРОВАННОГО СЕЛЕКТИВНЫМ ЛАЗЕРНЫМ СПЛАВЛЕНИЕМ

Рассмотрены структура и физико-механические свойства трехмерной модели, изготовленной методом селективного лазерного сплавления (СЛС) из порошков медноникелевого сплава МН19. Полученная 3D-модель характеризуется отсутствием характерных признаков кристаллического строения и содержит элементы квазиаморфного состояния, а также отличается от стандартной монолитной заготовки меньшей шероховатостью поверхности, более высокими значениями твердости при сохранении практически аналогичных показателей плотности.

Метод трехмерного построения 3D-модели путем селективного лазерного сплавления был реализован применительно к медноникелевому сплаву мельхиор типа МН19. Получение такого материала проводилось на промышленной установке EOS M280 из порошковых фракций размером не более 40 мкм.

Металлографический просмотр микроструктуры данных образцов (см. рисунок) показал принципиальное различие в их строении. В исходном состоянии (монолит) данный сплав имеет типичную картину отожженного материала с гранецентрированной кубической решеткой – наличие практически равноосных зерен (размером примерно 50 мкм) с присутствием многочисленных широких двойников отжига. В то же время структура сформированной 3D-модели не отличается типичными признаками кристаллического строения (нет дендритных образований, отсутствуют признаки зеренного строения с наличием границ этих структурных объектов). Она состоит из многочисленных дисперсных фрагментов, имеющих характерный вид так называемых турбулентных завихрений, сохраняющих каплевидную конфигурацию. Размер этих структурных элементов укладывается в диапазон 70-100 мкм.

Анализ физико-механических свойств показал, что полученная 3D-модель по плотности фактически аналогична монолитному образцу, но значительно выделяется меньшей шероховатостью поверхности и более высокими значениями микротвердости (таблица).

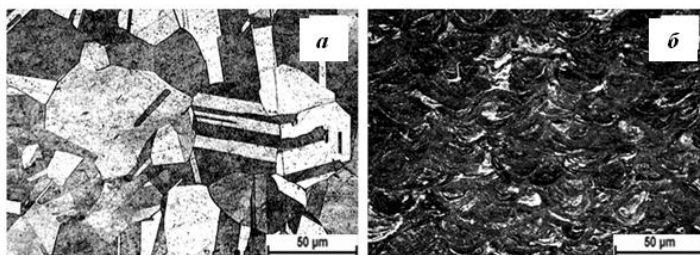


Рисунок. Структура сплава МН19 в монолитном (а) и сплавленном 3D (б) состояниях

Таблица

Физико-механические показатели сплава МН19 в отожженном состоянии (монолит) и после селективного лазерного сплавления (3D-модель)

Образец	Характеристики материала		
	Плотность ρ , г/см ³	Шероховатость R_a , нм	Микротвердость $HV_{0,5}$
Монолит	8,925±0,005	710±15	62±3
3D-модель	8,562±0,005	660±20	75±3

Представленные данные, касающиеся структурного исследования сплава МН19, полученного методом СЛС, дают основание высказать следующее соображение. В условиях локального лазерного нагрева тонкого порошкового слоя последующее охлаждение в расплавленных участках идет с такой скоростью, что становится возможным в заметной степени подавление процесса кристаллизации и фиксирование сильно переохлажденной жидкой фазы, т.е. получение аморфного состояния (металлического стекла). Тем самым после лазерного сплавления получаемая 3D-модель в значительной мере характеризуется наличием квазиаморфного состояния. Косвенным подтверждением этой версии служат результаты измерения физико-механических свойств. Известно, что спеченный лазером материал характеризуется более высокой твердостью и фактически может не уступать по показаниям плотности. Именно указанные характеристики отличают 3D-модель исследованного сплава.

V.R. BARAZ, S.S. GERASIMOV, I.A. GRUZDEVA
Ural Federal University named by the First President of Russia
B.N. Yeltsin, Yekaterinburg, Russia
E-mail: vrbaraz@mail.ru

STRUCTURAL STATE OF A COPPER-NICKEL ALLOY OBTAINED BY SELECTIVE LASER MELTING

The structure and physical and mechanical properties of a three-dimensional object produced by selective laser melting (SLM) from powders of copper-nickel alloy (81Cu-19Ni) are considered. The 3D object is characterized by the absence of the crystalline structure and contains elements of a quasi-amorphous state. Moreover, the 3D model differs from the standard cast workpiece in a smaller surface roughness, higher hardness values while maintaining practically the same density indicators.

The method of a layered three-dimensional construction of a 3D model produced by selective laser melting was implemented in relation to the copper-nickel alloy with the following composition: 81Cu-19Ni. The 3D object production was carried out with an EOS M280 industrial machine. In this stage of study, powder fractions were with a size of no more than 40 μm .

The sample structure and properties produced by the SLM- method were compared with the structure and properties of the cast sample. Metallographic examination of these samples' microstructure (see figure) showed a fundamental difference in their structure. In the cast state, this alloy has a typical micrograph of an annealed material with a face-centered cubic lattice. There are nearly equiaxed grains (about 50 μm in size) with the presence of numerous wide annealing twins. At the same time, the 3D object structure produced by SLM-method does not differ in characteristic signs of a crystalline structure. There are no dendritic formations, no signs of a grain structure with the presence of boundaries of these structural objects. It consists of numerous dispersed fragments with characteristic so-called turbulent eddies that retain a drop-shaped configuration. These structural elements size is within the range of 70-100 microns.

The analysis of physical and mechanical properties showed that the 3D-model in terms of density is similar to a cast and annealed sample, but it is significantly distinguished by a lower surface roughness and higher microhardness values (table).

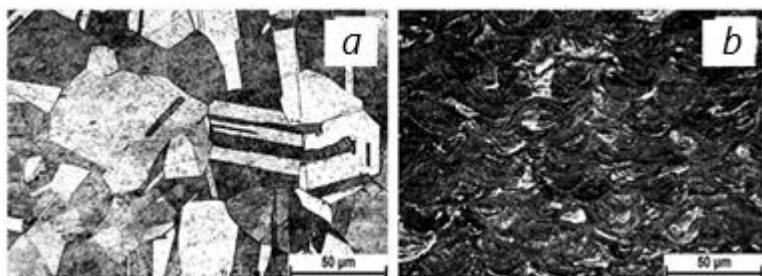


Figure. Structure of copper-nickel alloy produced by direct casting
(a) selective laser melting (b)

Table

Physical and mechanical properties samples made of 81Cu-19Ni alloy in
annealed state (monolithic) and 3D printing state (3D-object)

Sample	Physical and mechanical properties		
	Плотность ρ , g/cm ³	Surface roughness R_a , nm	Microhardness $HV_{0,5}$
Monolithic	8,925±0,005	710±15	62±3
3D-object	8,562±0,005	660±20	75±3

The presented data concerning the structural study of the sample made the 81Cu-19Ni alloy produced by the SLS method give grounds to state the following consideration. Under conditions of local laser heating where only a thin powder layer is melted, subsequent solidification in the melted regions proceeds at a very high cooling rate, which makes it possible to appreciably suppress the crystallization process and fix a highly supercooled liquid phase, i.e. obtaining an amorphous state (metallic glass). Indirect confirmation of this version is the results of physical and mechanical properties. This study clearly shows that the material sintered by a laser is characterized by a higher hardness and in fact may not be inferior in terms of density readings. It is these characteristics that distinguish the 3D model made of the copper-nickel alloy produced by selective laser melting.

АЗОТИРОВАНИЕ СТАЛЕЙ РАЗЛИЧНЫХ СТРУКТУРНЫХ КЛАССОВ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДАМИ ЛАЗЕРНЫХ АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ

Лазерная 3D печать является перспективным и активно развивающимся способом изготовления деталей. Структура таких деталей характеризуется высокой неравновесностью, повышенной концентрацией дефектов и наличием остаточных напряжений. Эти факторы приводят к ускорению диффузии насыщающего элемента при химико-термической обработке (ХТО).

Целью данной работы является исследование влияния исходного структурного состояния сталей на параметры азотированных слоев и получение ответа на вопрос о том, происходит ли ускорение процесса насыщения для сталей, полученных методами лазерных аддитивных технологий. Исследовались две марки сталей — мартенситная сталь 25X13H2 и аустенитная сталь 316L. Сталь марки 25X13H2 находилась в трех исходных структурных состояниях: после прямого лазерного выращивания (ПЛВ), после ПЛВ и высокого отпуска (700 °С) и после прокатки и улучшения (закалка с 1030 °С, высокий отпуск при 700 °С). Сталь 316L исследовалась в двух исходных структурных состояниях: после селективного лазерного плавления (СЛП) и после прокатки и отжига (1150 °С).

Методами металлографического анализа определялась структура исходного состояния и азотированных слоев. Фазовый состав и дефектность структур определялись рентгеноструктурным анализом. Измерение микротвердости по методу Виккерса позволило оценить распределение твердости по глубине азотированного слоя.

Было выявлено, что сталь 25X13H2 после ПЛВ в результате азотирования приобретала упрочненный слой толщиной 160 мкм, что оказалось в 2 раза больше толщины азотированного слоя этой же стали в улучшенном состоянии (80 мкм) [1]. Эффект интенсификации азотирования для стали 316L после СЛП не наблюдался. Как для образца после СЛП, так и для отожжённого образца толщина азотированного слоя составила 125 мкм.

Таким образом, лазерная 3D печать по-разному повлияла на последующий процесс азотирования для сталей мартенситного и аустенитного класса.

1. Цветкова Е.В. Азотирование сталей различных структурных классов, полученных методами лазерных аддитивных технологий / Е.В. Цветкова, К.О. Базалеева, И.С. Чекин // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. 2020. Том 63. №1. С. 63–70.

I.S. CHEKIN, K.O. BAZALEEVA E.V. TSVETKOVA

Peoples' Friendship University of Russia, Moscow, Russia

E-mail: ilya.chekin@gmail.com

NITRIDING OF STEELS OF VARIOUS STRUCTURAL CLASSES PRODUCED WITH LASER 3D PRINTING

Laser 3D printing is a promising and actively developing technology of parts manufacturing. The structure of such parts is characterized by strongly nonequilibrium state, increased concentration of defects and the presence of residual stresses. These factors lead to the diffusion acceleration of the saturating element during thermo-chemical treatment (TCT).

The aim of this work is to study the effect of the initial structural state of steels on the characteristics of nitrided layers and to answer the question whether the saturation is accelerated for steels produced with laser additive technologies. Two grades of steel were investigated – martensitic steel 25Kh13N2 and austenitic steel 316L. Steel 25Kh13N2 was studied in three initial structural states: after direct laser deposition (DLD), after DLD and high tempering (700 °C) and after rolling with following quenching (from 1030 °C) and tempering (at 700 °C). Steel 316L was studied in two initial structural states: after selective laser melting (SLM) and after rolling and annealing (1150 °C).

Metallographic analysis was utilized to determine the structure of the initial state and the nitrided layers. The phase composition and the degree of structure defectiveness were determined by X-ray diffraction analysis. The depth distribution of hardness of the nitrided layers was provided by Vickers hardness testing.

It was revealed that steel 25Kh13N2 produced with DLD after nitriding acquired a hardened layer of about 160 μm that is 2 times greater than the thickness of the nitrided layer of same steel after rolling with following quenching and tempering (80 μm) [1]. The effect of nitriding acceleration for steel 316L after SLM was not observed. For both the sample after SLM and the annealed one the thickness of the nitrided layer was 125 μm.

Thus, the effect of 3D laser printing on subsequent nitriding was different for martensitic and austenitic steels.

1. Tsvetkova E.V. Nitriding of steels of various structural classes manufactured by laser additive technologies / E.V. Tsvetkova, K.O. Bazaleeva, A.E. Smirnov // *Izvestiya VUZov. Chernaya Metallurgiya*. 2020. Vol. 63. №1, pp. 63–70.

Е.В. ЦВЕТКОВА, К.О. БАЗАЛЕЕВА, А.А. ШИБАЛОВА,
А.В. АЛЕКСЕЕВ

ФГАОУ ВО «Российский университет дружбы народов», Москва, Россия
E-mail: tsvetkova-ev@rudn.ru

ВЛИЯНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ ЛАЗЕРНОЙ НАПЛАВКИ НА СТРУКТУРУ МЕТАЛЛОМАТРИЧНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ Ni/TiC И Ni/WC

Одним из возможных способов синтеза металломатричных композиционных материалов и покрытий, представляющих собой относительно пластичную металлическую матрицу, армированную упрочняющими частицами фаз внедрения, является лазерная наплавка. Лазерная наплавка осуществляется при коаксиальной подаче излучения и порошкового материала на поверхность подложки.

Так как матричная и армирующая структуры обладают существенно различными физическими свойствами, в том числе, разными коэффициентами термического расширения, то при синтезе материала в условиях сверхбыстрого охлаждения в структуре возможно возникновение трещин. Варьируя технологические параметры процесса лазерной наплавки, и тем самым изменяя плотность потока энергии, можно существенно повлиять на склонность композиционного материала к трещинообразованию. Кроме того, от плотности потока энергии зависит степень перекристаллизации кристаллов упрочняющей фазы.

Методами рентгеноструктурного анализа и растровой электронной микроскопии исследованы композиционные материалы Ni/20%TiC и Ni/WC с относительным количеством карбидной фазы от 10 до 70 % (никелевая матрица – сплав Inconel 625). В процессе лазерной наплавки мощность лазера варьировалась от 400 до 1000 Вт, скорость сканирования лазера от 400 до 1000 мм/мин., диаметр лазерного пятка составлял 1 и 1.8 мм. Для композитов Ni/TiC были использованы исходные порошки в трех структурных состояниях: порошки никелевой матрицы и карбида подавались из разных колб (1), порошки предварительно смешивались в гравитационном смесителе (2) или планетарной шаровой мельнице (3).

Установлено, что во всем диапазоне технологических параметров процесса предварительное смешивание порошков в шаровой мельнице позволяет избежать формирования трещин [1].

1. Александрова А.А. Прямое лазерное выращивание композиционного материала инконель 625/TiC: влияние исходного состояния порошка / А.А. Александрова, К.О. Базалеева, Э.В. Балакирев // ФММ. 2019. Т.120. №5. С. 498–504.

E.V. TSVETKOVA, K.O. BAZALEEVA, A.A. SHIBALOVA,
A.V. ALEKSEEV

RUDN University, Moscow, Russia

E-mail: tsvetkova-ev@rudn.ru

INFLUENCE OF TECHNOLOGICAL PARAMETERS ON STRUCTURE OF METAL-MATRIX COMPOSITES Ni/TiC AND Ni/WC IN LASER CLADDING

Laser cladding is one of the possible methods of metal-matrix composites and coatings synthesis, which are a relatively plastic metal matrix reinforced with strengthening particles of the interstitial phases. Laser cladding is carried out with coaxial supply of laser irradiation and powder on substrate plate.

Since physical properties of matrix and reinforcing particles are significantly different, including different coefficients of thermal expansion, it can result in the appearance of cracks during ultrafast cooling of material after synthesis. Varying the technological parameters of laser cladding process, and thereby changing the energy flux density, it is possible to significantly affect the tendency of the composite material to crack formation. In addition, the level of recrystallization of hardening phase crystals depends on the energy flux density.

Composite materials Ni/20% TiC and Ni/WC with carbide phase ranging from 10 to 70% (nickel matrix - Inconel 625) have been investigated by XRD and SEM. In the process of laser cladding, the laser power was varied from 400 to 1000 W, the laser scanning speed was from 400 to 1000 mm/min, and the laser beam diameter was 1 and 1.8 mm. For the Ni/TiC composites, initial powders were used in three structural states: nickel matrix and carbide powders were supplied from different flasks (1), the powders were pre-mixed in a gravity mixer (2) or a planetary ball mill (3).

It has been established that in the entire range of technological parameters of the process, preliminary mixing of powders in a ball mill result in avoiding the formation of cracks [1].

1. Alexandrova A.A. Direct laser growing of the composite material Inconel 625 / TiC: the influence of the initial state of the powder / A.A. Alexandrova, K.O. Bazaleeva, E.V. Balakirev // FMM. 2019.T.120. No. 5. C. 498-504.

МЕТАЛЛЫ И СПЛАВЫ, СИНТЕЗИРОВАННЫЕ МЕТОДОМ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО ПЛАВЛЕНИЯ: ОСОБЕННОСТИ СТРОЕНИЯ И СТРУКТУРНОЙ СТАБИЛЬНОСТИ

Селективное лазерное плавление (СЛП) является одной из лазерных аддитивных технологий, интерес к которым существенно возрос за последнее десятилетие. Данная технология основана на послышной подаче порошкового материала на подложку и его выборочной перекристаллизации лазерным лучом в соответствии с профилем детали. Так как порошок подается слоями толщиной несколько десятков мкм, а перекристаллизация порошка в слое идет последовательно, то структура имеет слоистый характер, и внутри слоя наблюдаются треки движения лазера. Процесс проводится в защитной атмосфере.

Несмотря на то, что в литературе присутствует большое количество публикаций о применении СЛП технологии в различных областях техники, в настоящее время остается открытым целый ряд вопросов, связанных с особенностями структуры и свойств объектов, синтезированных данным методом. В данной работе рассмотрены основные структурные особенности металлов и сплавов, полученных с помощью СЛП, а также их структурная стабильность.

Структура сплавов при СЛП формируется в условиях сверхбыстрого охлаждения (скорости охлаждения при лазерной перекристаллизации составляют примерно $10^5 \div 10^6$ К/с). Далее, в процессе перекристаллизации соседних треков и слоев перекристаллизованная часть сплава подвергается термоциклированию разного уровня интенсивности.

В результате сложного термического воздействия на материал в процессе его последовательной перекристаллизации формируется структура со следующими особенностями:

- она имеет иерархичность: формируемые при лазерном воздействии ванны расплава разбиты на фрагменты дисперсностью несколько десятков мкм, которые, в свою очередь, состоят из ячеек кристаллизации микронного размера;

- особенность дислокационной структуры сплавов, полученных СЛП методом, заключается в том, что границы ячеек кристаллизации в некоторых сплавах представляют собой объемные сплетения дислокаций, тогда как внутри ячеек плотность дислокаций невысокая, т.е. формируется дислокационная структура подобная деформационной ячеистой;

– на границах ячеек кристаллизации могут формироваться сегрегации примесных атомов или выделяться частицы второй фазы, что доказывает тот факт, что именно ячейка является зерном, а не фрагмент, как утверждается в литературе;

– в объектах, полученных СЛП методом, из-за высоких скоростей охлаждения возникают высокие термические напряжения, для снятия которых необходимо разрабатывать режимы термической обработки;

– слоистый характер формируемых структур приводит к наличию кристаллографической текстуры, которой, как показано в ряде исследований, можно управлять, варьируя технологические параметры процесса СЛП, и тем самым изменяя макросвойства синтезированных объектов.

Особый интерес представляет термическая стабильность структур, полученных при СЛП, в которых границы ячеек кристаллизации представляют собой объемные сплетения дислокаций, стабилизированные сегрегациями примесных атомов или частицами второй фазы. Анализ термической стабильности аустенитной стали 03X17H14M2 показал, что сформированная при СЛП структура стабильна до температур, составляющих $0.6 \times T_{\text{пл}}$, т.е. до температур, выше температуры рекристаллизации стали [1].

1. Базалеева К.О. Термическая стабильность ячеистой структуры аустенитного сплава, формируемой при селективном лазерном плавлении / К.О. Базалеева, Е.В. Цветкова, Э.В. Балакирев // Металлы. 2016. №3. С. 31–39.

K.O. BAZALEEVA, E.V. TSVETKOVA

RUDN University, Moscow, Russia

E-mail: bazaleeva-ko@rudn.ru

METALS AND ALLOYS PRODUCED BY SELECTIVE LASER MELTING: STRUCTURE AND STRUCTURAL STABILITY

Selective laser melting (SLM) is one of the laser additive technologies, the interest in which has grown significantly over the past decade. This technology is based on the layer-by-layer supply of metal powder onto a substrate plate and its selective melting with a laser beam in accordance with the part's profile. Since the powder is supplied in layers with a thickness of several tens of microns and powder melting proceeds sequentially, the structure is layered and laser tracks could be observed in crystalized layer. The process is carried out in a protective gas atmosphere.

Despite the fact that there are a large number of publications on the usage of details made by SLM in different fields of technology, a number of questions related to the structure and properties of parts manufactured by SLM still open. In this paper, we consider the main structural features of metals and alloys ob-

tained by SLM, as well as their structural stability.

The structure of alloys after SLM is formed under conditions of ultrafast cooling (the cooling rates during laser melting are about 10^5 - 10^6 K/s). Further, during the melting process of adjacent tracks and layers, the previously recrystallized material undergoes thermal cycling of different intensity.

As a result of complex thermal effect on the material during SLM, structure is formed with the following features:

- structural hierarchy: the melt baths formed under laser irradiation consist of fragments with a fineness of several tens of microns, which, in turn, consist of micron-sized crystallization cells;
- the boundaries of crystallized cells in some alloys are volumetric dislocations tangling, while the density of dislocations inside the cells is low, i.e. dislocation structure is similar to the deformation cellular one;
- segregations of impurity atoms or particles of the second phase can be formed on the boundaries of crystallization cells, which proves the fact that the cell but not a fragment is a grain, as stated in the literature;
- there are high thermal stresses due to ultrafast cooling rates, for the removal of which it is necessary to develop heat treatment modes;
- the layered structures result in the presence of crystallographic texture, which, as shown in a number of studies, can be controlled by SLM technological parameters, and thereby changing the macro properties of the synthesized objects.

Of the particular interest is the thermal stability of structures after SLM, in which the boundaries of the crystallization cells are volumetric dislocations tangling, stabilized by segregations of impurity atoms or particles of the second phase. An analysis of the thermal stability of 316L austenitic steel showed that the structure formed upon SLM is stable up to the temperatures of 0.6 of melting temperatures, which is above the temperature of steel recrystallization [1].

1. Bazaleeva K.O. Thermal stability of the cellular structure of an austenitic alloy formed by selective laser melting / K.O. Bazaleeva, E.V. Tsvetkova, E.V. Balakirev // *Metals*. 2016. No. 3. S. 31–39.

Д.А. ГЕРАЩЕНКОВ
НИЦ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей»,
Санкт-Петербург, Россия
E-mail: gda.prometey@mail.ru

ПОЛУЧЕНИЕ ПОКРЫТИЯ СИСТЕМЫ Ni-Fe НА СТАЛЬНОЙ ПОДЛОЖКЕ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ДИОДНОГО ЛАЗЕРА

В настоящее время создано огромное количество различных марок стали. Среди них высокопрочные, коррозионностойкие, инструментальные, радиационностойкие и отличаются они преимущественно легирующими добавками. Из-за необходимости введения легирующих добавок увеличивается стоимость стали. При этом объединить несколько высоких характеристик в составе одной стали не всегда удается. Известно, что при использовании функциональных покрытий возможно придать, например, высокопрочной стали высокие коррозионностойкие свойства.

В статье представлены режимы обработки и результаты исследования покрытия системы Ni-Fe на подложке из стали 09Г2С. Покрытия были получены в два этапа. На первом этапе на поверхности стали 09Г2С методом холодного газодинамического было нанесено прекурсорное покрытие из никеля заданной толщины, на втором этапе была осуществлена его поверхностная лазерная обработка. Особенностью является то, что, задавая требуемую толщину прекурсорного покрытия и варьируя режимы лазерной обработки на поверхности формируется покрытие заданного химического состава.

Применение для обработки диодного лазера по сравнению с оптоволоконным позволяет значительно повысить производительность процесса за счет более широкого пятна обработки, в данной работе площадь пятна составляла около 16 мм². Кроме того, диодный лазер позволяет устанавливать форму и управлять распределением мощности непосредственно в пятне. Это обеспечивает более равномерное термическое воздействие в зоне обработки. Данный процесс похож на процесс лазерной закалки, отличие состоит в том, что обеспечивается расплавление поверхности подложки и происходит ее легирование.

Представлены сравнительные результаты распределения химического состава по толщине покрытия и микротвердость в зависимости от режимов лазерной обработки. Экспериментально установлены режимы лазерной обработки обеспечивающие оплавление подложки с созданием ванны расплава в которой происходит перемешивание компонентов. Исследован профиль границы между подложкой и покрытием. Показано, что при использовании диодного лазера реализуется возможность регулировать распределение мощности в пятне. Это позволяет получать покрытия с равномерным распределением толщины расплавленного участка в одной отдельной взятой дорожке.

D.A. GERASHCHENKOV
NRC "Kurchatov Institute" – CRISM "Prometey",
Sankt-Petersburg, Russia
E-mail: gda.prometey@mail.ru

FORMATION OF THE Ni-Fe SYSTEM COATING ON A STEEL SUBSTRATE USING A DIODE LASER

Currently, many different grades of steel have been created. Among them are high-strength, corrosion-resistant, instrumental, radiation-resistant. They differ mainly in alloying additives. Due to the need to introduce alloying additives, the cost of steel increases. At the same time, it is not always possible to combine several high characteristics in the composition of one steel. It is known that when using functional coatings it is possible to impart, for example, high-strength steel high corrosion-resistant properties.

The article presents the processing modes and the results of studying the coating of the Ni-Fe system on a substrate of 09G2S steel. The coatings were obtained in two stages. At the first stage, a precursor coating of nickel of the required thickness was deposited on the surface of 09G2S steel by the cold spray method; at the second stage, its surface laser treatment was carried out. A special feature is that, by setting the required thickness of the precursor coating and varying the modes of laser treatment, a coating of a given chemical composition is formed on the surface.

The use of a diode laser instead of a fiber optic laser can significantly increase the productivity of the process due to a wider processing spot. In this work, when obtaining coatings, the spot area was about 16 mm². In addition, the capabilities of the diode laser allow you to set the shape and control the power distribution directly in the spot. This provides a more uniform thermal effect in the treatment area. This process is similar to the process of laser hardening, the difference is that the substrate surface is melted and doped.

Comparative results of the distribution of the chemical composition over the coating thickness and microhardness depending on the modes of laser treatment are presented. The modes of laser processing were experimentally established, which ensure the melting of the substrate with the creation of a melt bath in which the components are mixed. The profile of the interface between the substrate and the coating is investigated. It is shown that when using a diode laser, it is possible to control the power distribution in the spot. This makes it possible to obtain coatings with a uniform thickness of the molten section in each track.

А.В. КРАСИКОВ, М.В. МЕРКУЛОВА, М.В. СТАРИЦИН,
А.Д. БЫКОВА, М.Л. ФЕДОСЕЕВ, П.А. КУЗНЕЦОВ
НИИ «Курчатовский институт» - ЦНИИ КМ «Прометей», 191017,
Российская федерация, Санкт-Петербург, ул. Шпалерная 49
E-mail: npk3@mail.ru

ВЛИЯНИЕ ЛАЗЕРНОЙ ОБРАБОТКИ НА МИКРОТВЕРДОСТЬ И СТРУКТУРУ НЕРАВНОВЕСНЫХ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ Ni-W

Лазерная обработка поверхности является перспективным и гибким способом улучшения эксплуатационных свойств изделия. Комбинирование гальванических технологий и лазерной обработки открывает еще большие возможности для получения на поверхности деталей машин слоев с заданным химическим и фазовым составом. В основном работы по исследованию влияния лазерного облучения гальванопокрытий посвящены обработке покрытий системы Ni-P [1, 2], в которых было показано изменение фазового состава и улучшение микротвердости.

В настоящее время значительный интерес представляет обработка покрытий и других систем, в частности сплавов тугоплавких металлов, например, Ni-W. Для улучшения их свойств проводят термообработку при температурах, достигающих иногда 600-700 °С, что однозначно приведет к потере свойств большинства сталей. Во избежание этого нами предложено использовать лазерную обработку, что позволяет избежать нагрева объема изделия и достигнуть заданных механических свойств. К сожалению, литературных сведений о лазерной обработке покрытий из электроосажденных сплавов Ni-W нет.

Целью работы было исследование лазерной обработки покрытия Ni-37%W и установление влияния режимов облучения на микротвердость и структуру покрытия. Для этого пластины из трансформаторного железа с покрытием Ni-37%W толщиной 14 мкм были обработаны лазером на установке Russian SLM Factory при различных энергозатратах.

Как показал эксперимент, при воздействии лазерного излучения с мощностью 30 и 60 Вт не происходит каких либо видимых изменений на поверхности покрытия Ni-W. Независимо от скорости сканирования, микротвердость покрытия практически не изменилась и составила характерные 500 – 520 HV. При более высоких мощностях 90 и 120 Вт микротвердости покрытия изменялась (рис. 1), а при максимальном энергозатрате, то есть при мощности 120 Вт и скорости сканирования 250 мм/с – покрытие сплавлялось с основным металлом. В этом случае микротвердость минимальна.

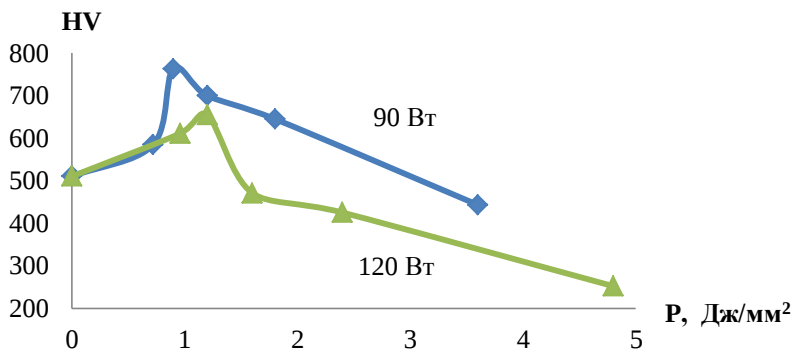


Рисунок 1 – Влияние энергосплотности при лазерной обработке на микро-твердость покрытия при различных мощностях.

Рентгеноструктурный анализ показал, что необработанное покрытие существует в виде пересыщенного твердого раствора вольфрама в никеле с наноразмерным зерном (10-20 нм). При лазерной обработке наблюдался значительный рост кристаллов покрытия, однако оно сохраняет состояние твердого раствора.

Таким образом, лазерная обработка покрытий Ni-W позволяет регулировать их микротвердость сохраняя неравновесное состояние.

Благодарности

Работа выполнена при финансировании по гранту РФФИ и ГК «Росатом» номер проекта 20-011-70001.

Список источников

1. Liu Hong, GuoRong-xin, Zong Yun, He Bing-qing, Liu Zhu. Comparative study of microstructure and corrosion resistance of electroless Ni-W-P coatings treated by laser and furnace-annealing// Trans. Nonferrous met. soc. China. 20(2010) pp. 1024-1031
2. M.C. Garcia-Alonso, M.L. Escudero, V. Lopez, A. Macias. Microstructure and corrosion behavior of Ni-P laser surface alloys // ISIJ International. 1996. V. 36. N. 2. P. 172-178.

A.V. KRASIKOV, M.V. MERKULOVA, M.V. STARITSYN,
A.D. BYKOVA, M.L. FEDOSEEV, P.A. KUZNETSOV
NRC "Kurchatov Institute" - CRISM "Prometey", 191015, Russia,
St. Petersburg, Shpalernaya St., 49.
E-mail: npk3@mail.ru

INFLUENCE OF LASER TREATMENT ON MICROHARDNESS AND STRUCTURE OF NI-W NON-EQUALIBLE ELECTROCHEMICAL COATINGS

Laser surface treatment is a promising and flexible way to improve product performance. The combination of galvanic technologies and laser processing opens up even greater opportunities for obtaining layers with a given chemical and phase composition on the surface of machine parts. Basically, studies on the effect of laser irradiation of electroplated coatings are devoted to the treatment of coatings of the Ni-P system [1, 2], in which a change in the phase composition and an improvement in microhardness were shown.

At present, the processing of coatings and other systems, in particular, alloys of refractory metals, for example, Ni-W, is of considerable interest. To improve their properties, heat treatment is carried out at temperatures sometimes reaching 600-700 °C, which will definitely lead to the loss of properties of most steels. To avoid this, we have proposed to use laser processing, which allows avoiding heating the volume of the product and achieving the specified mechanical properties. Unfortunately, there is no literature data on laser processing of coatings from electrodeposited Ni-W alloys.

The aim of the work was to study laser treatment of the Ni-37% W coating and to establish the effect of irradiation modes on the microhardness and structure of the coating. For this purpose, the plates of transformer iron coated with Ni-37% W with a thickness of 14 μm were laser treated with a Russian SLM Factory installation at various energy inputs.

As the experiment showed, when exposed to laser radiation with a power of 30 and 60 W, there are no visible changes on the surface of the Ni-W coating. Regardless of the scanning speed, the microhardness of the coating practically did not change and amounted to the characteristic 500 - 520 HV. At higher powers of 90 and 120 W, the microhardness of the coating changes (Fig. 1), and at maximum energy input, that is, at a power of 120 W and a scanning speed of 250 mm / s, the coating is remelted with the base metal. In this case, the microhardness is minimal.

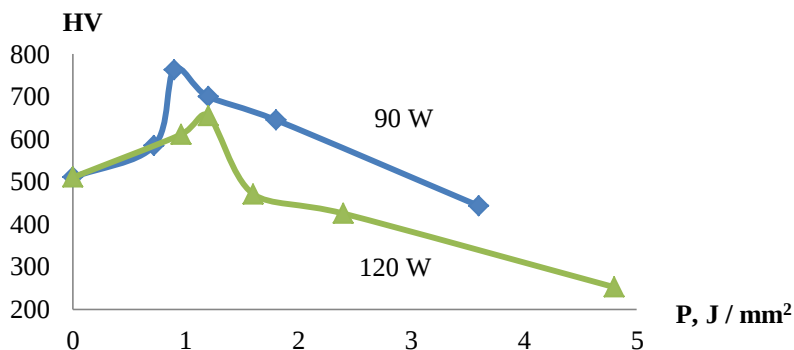


Figure 1 - Influence of energy input during laser processing on the microhardness of the coating at different powers.

X-ray diffraction analysis showed that the untreated coating exists in the form of a supersaturated solid solution of tungsten in nickel with nanoscale grains (10-20 nm). During laser processing, significant crystal growth of the coating was observed, but it retains the state of a solid solution.

Thus, laser treatment of Ni-W coatings allows you to control their microhardness while maintaining a nonequilibrium state.

Acknowledgments

The reported study was funded by RFBR and ROSATOM, project number 20-011-70001.

List of sources

1. Liu Hong, GuoRong-xin, Zong Yun, HeBing-qing, Liu Zhu. Comparative study of microstructure and corrosion resistance of electroless Ni-W-P coatings treated by laser and furnace-annealing // Trans. Nonferrous met. soc. China. 2010. 20.P. 1024-1031
2. Garcia-Alonso M.C., Escudero M.L., Lopez V., Macias A.. Microstructure and corrosion behavior of Ni-P laser surface alloys // ISIJ International. 1996. V.36. N. 2. P. 172-178.

В.А. МИРОНОВ, Ю.С. УШЕРЕНКО

Рижский технический университет. Лаборатория порошковых материалов, ул. Кальку, 1, LV-1658, Рига, Латвия

E-mail: Viktors.Mironovs@rtu.lv

ПЕРЕМЕЩЕНИЕ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАКРОЧАСТИЦ В ИМПУЛЬСНОМ ЭЛЕКТРОМАГНИТНОМ ПОЛЕ

Использование энергии импульсного электромагнитного поля (ИМП) в технологических процессах уже достаточно известно. Наиболее значительные достижения получили методы магнитно-импульсной штамповки, сварки и сборки листов и труб, электромагнитного ориентирования деталей, прессования порошков, нанесения и удаления покрытий. Известны некоторые работы по магнитно-импульсному перемещению металлических порошков. Тема представляет значительный научный и практический интерес в связи с оценкой возможности высокоскоростного транспортирования дискретных материалов, а также для обработки поверхности изделий. В настоящей работе дан обзор достижений в этой области, а также приведены результаты экспериментальных исследований.

Исследования проводились с использованием генераторов импульсных токов конденсаторного типа энергоемкостью от 0,3 до 2,0 КДж. Величина рабочего напряжения – до 1 кВ. Для измерения импульсных токов использовался пояс Роговского. Полученные осциллограммы показали, что максимальный разрядный ток в обмотке индуктора составляет 6-12 кА. Для записи экспериментальных данных скорости полета частиц и их анализа разработана система, включающая цифровой запоминающий осциллограф и компьютер с датчиком микрофонного типа. При длине трубы $S=0,85$ м средняя скорость движения объекта изменялась в пределах от 3-х до 50 м/с.

Анализ полученных данных показали, что наличие ферромагнитных свойств у перемещаемых фрагментов дает возможность обеспечить их непосредственное ускоренное движение в электромагнитном поле. При этом скорость полета более крупных частиц из стали (гайки, шайбы) оказывается выше, чем у чугуновой дроби или железного порошка. Это можно объяснить их более высокой магнитной проницаемостью. При этом чем больше масса объекта, тем выше его достигаемая скорость. Перемещение в ИМП алюминиевых дисков (немагнитных, но обладающих высокой электропроводностью) также имеет место. В этом случае происходит взаимодействие вихревых токов в диске и токов в индукторе. Это открывает возможность перемещать в ИМП различные дискретные материалы, независимо от их электропроводности и магнитных свойств, размещая их

на поддоне из алюминия или других высокоэлектропроводных материалов.

Данная работа была поддержана Европейским фондом регионального развития в рамках Мероприятия 1.1.1.2 «Постдокторантская исследовательская помощь», Раздел 1.1.1 «Повышение исследовательского и инновационного потенциала научных учреждений Латвии и возможности привлечения внешнего финансирования, инвестиций в человеческие ресурсы и инфраструктуру» Операционной программы «Рост и занятость» (№1.1.1.2/VIAA/2/18/335).



NACIONĀLAIS
ATTĪSTĪBAS
PLĀNS 2020



EIROPAS SAVIENĪBA
Eiropas Reģionālās
attīstības fonds

IEGULDĪJUMS TAVĀ NĀKOTNĒ

V. MIRONOVS, Y. USHERENKO

Riga Technical University, Powder Materials Research Laboratory, 1

Kalku Street, LV-1658, Riga, Latvia

E-mail: Viktors.Mironovs@rtu.lv

MOVEMENT OF METAL MACROPARTICLES IN A PULSE ELECTROMAGNETIC FIELD

The use of pulsed electromagnetic field (PEF) energy in technological processes is already well known. The most significant achievements were obtained by methods of magnetic-pulse stamping, welding and assembly of sheets and pipes, electromagnetic orientation of parts, pressing of powders, application and removal of coatings. Some works about the magnetic-pulse movement of metal powders are known. The topic is of significant scientific and practical interest in connection with the assessment of the possibility of high-speed transportation of discrete materials, as well as for surface treatment of products. In this paper, we review the achievements in this area, and also present the results of experimental studies.

The studies were carried out using capacitor-type pulse current generators with an energy capacity of 0.3 to 2.0 KJ. The operating voltage is up to 1 kV. A Rogowski coil was used to measure the impulse currents. The oscillograms obtained showed that the maximum discharge current in the inductor winding is 6-12 kA. To record the experimental data of the particle flight speed and analyze them, a system has been developed that includes a digital storage oscillo-

scope and a computer with a microphone-type sensor. With a pipe length $S = 0.85$ m, the average speed of the object's movement varied from 3 to 50 m/s.

The analysis of the obtained data showed that the presence of ferromagnetic properties in the moved fragments makes it possible to ensure their direct accelerated motion in an electromagnetic field. In this case, the flight speed of larger particles made of steel (nuts, washers) turns out to be higher than that of cast iron shot or iron powder. This can be explained by their higher magnetic permeability. Moreover, the greater the mass of the object, the higher the achieved speed. Moving of aluminum disks (non-magnetic, but with high electrical conductivity) in a PEF also takes place. In this case, there is an interaction of eddy currents in the disk and currents in the inductor. This opens up the possibility of moving various discrete materials into the PEF, regardless of their electrical conductivity and magnetic properties, placing them on a pallet made of aluminum or other highly conductive materials.

Acknowledgments

This work has been supported by the European Regional Development Fund within the Activity 1.1.1.2 “Post-doctoral Research Aid” of the Specific Aid Objective 1.1.1 “To increase the research and innovative capacity of scientific institutions of Latvia and the ability to attract external financing, investing in human resources and infrastructure” of the Operational Programme “Growth and Employment” (No. 1.1.1.2/VIAA/2/18/335).



NACIONĀLAIS
ATTĪSTĪBAS
PLĀNS 2020



EIROPAS SAVIENĪBA
Eiropas Reģionālās
attīstības fonds

IEGULDĪJUMS TAVĀ NĀKOTNĒ

Н.А. ЕПИФАНОВ, А.С. ДЕМИН, Е.В. МОРОЗОВ,
С.А. МАСЛЯЕВ, В.Н. ПИМЕНОВ

*Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН,
Москва, Россия*

E-mail: mophix94@gmail.com

ПОВЕДЕНИЕ МЕДНЫХ СПЛАВОВ ПРИ ВОЗДЕЙСТВИИ МОЩНЫХ ИМПУЛЬСНЫХ ПОТОКОВ ИОНОВ ДЕЙТЕРИЯ И ДЕЙТЕРИЕВОЙ ПЛАЗМЫ

Представлены результаты экспериментов по облучению образцов медных сплавов Cu-10%Ga, Cu-4%Ni и Cu-4%Ni-10%Ga (масс. %) мощными импульсными потоками дейтериевой плазмы (ДП) и ионов дейтерия (ИД), проведенных в установке Плазменный фокус (ПФ). Цель работы состояла в изучении характера повреждаемости и структурных изменений в поверхностных слоях (ПС) исследуемых сплавов под действием жестких импульсных энергетических потоков и возникающих при этом ударных волн (УВ). Оценивалась также стойкость медных сплавов к возникновению микротрещин и возможным разрушениям при импульсных радиационно-термических и ударных нагрузках, близких к условиям, реализуемым в термоядерных установках с инерциальным удержанием плазмы.

Сплавы были облучены при совместном воздействии потоков ДП (с плотностью мощности $q_{pl} = 10^8 - 10^9$ Вт/см² и длительностью импульсов $\tau_{pl} = 100$ нс) и ИД при $q_i = 10^9 - 10^{11}$ Вт/см², $\tau_i = 50$ нс. Число импульсных воздействий составляло $N = 5$.

Показано, что характер повреждаемости сплавов в испытанных режимах облучения примерно одинаков и определяется волнообразным рельефом поверхности, наличием на ней кратеров, микропор, фрагментов каплеобразного вида и отсутствием микротрещин. При каждом импульсном воздействии потоков энергии на сплавы происходило расплавление их ПС, взрывное кипение с образованием кратеров и пор на облученной поверхности, а также испарение материала (процесс эрозии). После воздействия потоков ДП и ИД наблюдается пластическая деформация (ПД) в ПС исследованных сплавов. ПД протекала механизмом скольжения по плоскостям наиболее плотной упаковки {111} под влиянием термических напряжений, возникавших на завершающей стадии каждого импульсного воздействия, а также под действием УВ. Следы ПД в облученных ПС сплавов представлены на рис. 1.

В отличие от бинарных сплавов, структура сплава Cu-4%Ni-10%Ga после облучения потоками ДП и ИД, расплавления ПС и кристаллизации

жидкой фазы имеет ячеистый или ячеисто-дендритный характер (рис. 2). На формирование рассматриваемой структуры заметное влияние, помимо условий облучения и направленного затвердевания расплава, оказывает легирование бинарного сплава третьим элементом и, вероятно, дендритная структура сплава в исходном состоянии.

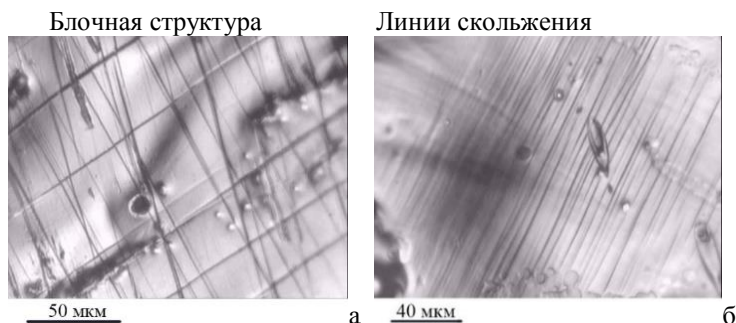


Рис.1 Микроструктура участков поверхности сплавов Cu-10%Ga (а) и Cu-4%Ni (б) после облучения в установке ПФ. Видны следы ПД.

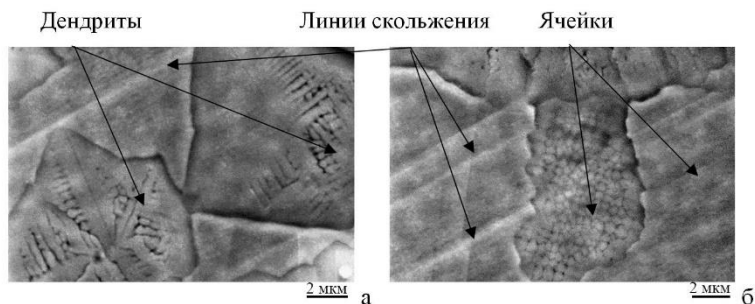


Рис. 2 Микроструктура участков поверхности сплава Cu-4%Ni-10%Ga после облучения в установке ПФ

Отмечено, что исследованные пластичные медные сплавы систем Cu-Ga, Cu – Ni и Cu – Ni – Ga проявляют весьма высокую трещиностойкость к воздействию мощных импульсных радиационно-термических и ударно-волновых нагрузок, генерируемых в жестких режимах облучения в установке ПФ, в сравнении с тугоплавкими металлами W, Mo, V при тех же условиях облучения.

N.A. EPIFANOV, A.S. DEMIN, E.V. MOROZOV,
S.A. MASLYAEV, V.N. PIMENOV
Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, RAS
Moscow, Russia
E-mail: mophix94@gmail.com

COPPER ALLOYS UNDER THE INFLUENCE OF HIGH- POWER PULSED FLUXES OF DEUTERIUM IONS AND DEUTERIUM PLASMA

The results of experiments on irradiation of copper alloy samples Cu-10%Ga, Cu-4%Ni and Cu-4%Ni-10%Ga (mass %) by powerful pulsed streams of deuterium plasma (*DP*) and deuterium ions (*DI*) performed on Dense Plasma Focus device (*DPF*) are presented. The main goal of the research was to investigate the damageability pattern and structural alterations in the surface layers (*SL*) of the studied alloys under the influence of power pulsed energy flows and the shockwaves (*SW*) generated during irradiation. The resistance of copper alloys to microcracks and possible destruction under pulsed radiation, thermal and shock loads close to the conditions in inertial confinement fusion units was evaluated as well.

The alloys were irradiated by joint impact of *DP* flows (power density $q_{pl} = 10^8 - 10^9$ W/cm² and pulse duration $\tau_{pl} = 100$ ns) as well as *DI* flows ($q_i = 10^9 - 10^{11}$ W/cm² and $\tau_i = 50$ ns). The amount of pulsed exposures was $N=5$.

It is shown that the nature of damage to alloys in the tested irradiation modes is approximately the same and is determined by wavy surface relief, the presence of craters, micropores, droplet-like fragments, and also the absence of microcracks. Each pulse action of energy flows on the alloys resulted in melting of their *SL*, explosive boiling with craters and pores formation on the irradiated surface, as well as material evaporation (erosion). After *DP* and *DI* impact plastic deformation (*PD*) in *SL* is occurred. The *PD* was developed by the sliding mechanism in the direction of the most dense packaged planes {111} under the influence of thermal stresses that appeared at the final stage of each pulse action, in addition to the *SW* impact. The traces of *PD* in the samples' irradiated *SL* are presented on fig. 1.

Unlike binary alloys, the structure of Cu-4%Ni-10%Ga alloy has a cellular or cellular-dendritic nature after *DP* and *DI* flows exposure and following melting and crystallization (fig. 2). There is a noticeable influence on the structure formation of doping of the binary alloy with the third element and, probably, the dendritic structure of the alloy in the initial state, apart from radiation conditions and directional solidification of the fluid metal.

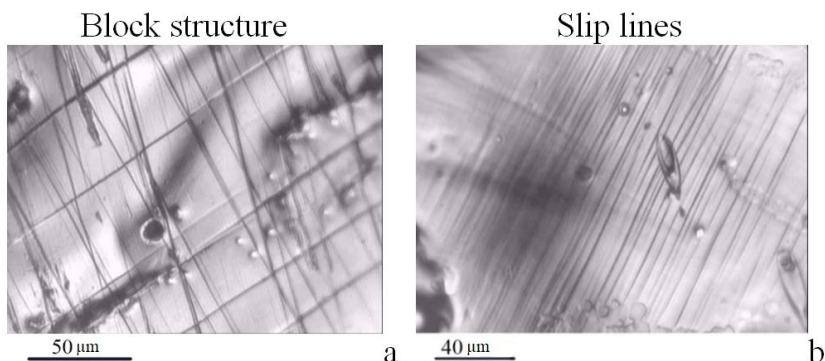


Fig.1 Surface microstructure of Cu-10%Ga (a) and Cu-4%Ni (b) after irradiation in DPF unit. The *PD* signs are noted.

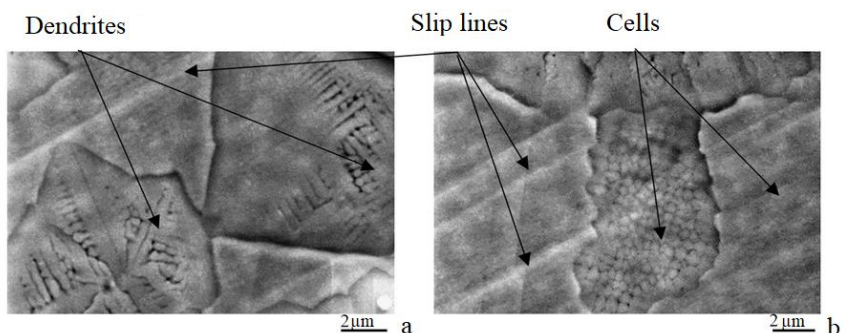


Fig. 2 Microstructure of Cu-4%Ni-10%Ga alloy after irradiation in DPF unit.

It is noted that the studied ductile copper alloys of Cu-Ga, Cu – Ni, and Cu-Ni-Ga systems exhibit very high crack resistance to the effects of high-power pulsed radiation-thermal and shock-wave loads generated in hard irradiation modes in the PF installation, in comparison to refractory metals like W, Mo, and V under the same irradiation conditions.

О.Б. СКВОРЦОВ^{1,2}, В.И. СТАШЕНКО², О.А. ТРОИЦКИЙ²

¹НТЦ «Завод балансировочных машин»; ²ИМАШ РАН

E-mail: oleg.b.skvorcov@gmail.com

ДИНАМИКА РАЗВИТИЯ ДЕФОРМАЦИОННЫХ ПРОЦЕССОВ ПРИ ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОМ ВОЗДЕЙСТВИИ НА МЕТАЛЛ

В настоящее время распространенным является представление об одноступенчатом характере процессов в металлах при воздействии электрического импульса (ЭИ) [1], например, из-за перемещения дислокаций. Экспериментальные исследования показывают, что наиболее значительное механическое динамическое воздействие в моменты начала и окончания ЭИ. В эти моменты ток через проводник близок к нулю, не проявляются ни скин-эффект, ни статический пинч-эффект, а влияние теплового действия тока крайне мало. Начальный и конечный моменты приложенного ЭИ характеризуются созданием неравновесного распределения электрических полей как внутри, так и вне металлического проводника [2, 3]. Данные процессы оказываются быстропротекающими (длительностью менее 10 мкс) и заканчиваются к моменту начала увеличения тока и проявления скин-эффекта. Воздействующие в моменты начала и окончания внешнего электрического импульса силы вызывают ударные деформации материала проводника. Такие деформации, как вдоль оси проводника, так и в поперечном к этой оси направлении зависят не только от величины, но и от полярности приложенного ЭИ. После указанных моментов в материале проводника наблюдаются затухающие механические колебания. Такие колебания характеризуются сравнительно низкими частотами, существенно более низкими, чем частоты электромагнитных колебаний в проводнике или частоты внутреннего резонанса, связанного с проявлением вибропластического эффекта. Сумма колебаний, возникающих в моменты начала и окончания внешнего ЭИ [1] создает динамические циклические нагружения материала проводника. Параметры такого нагружения зависят от амплитуды и временных характеристик импульсов. При действии последовательности импульсов на характер деформаций может заметно влиять процесс теплового действия электрического тока.

1. Троицкий О.А., и др. Воздействия импульсами тока и СВЧ- изучением на конструкционные материалы. Электродинамические и электрохимические эффекты в проводниках // М.: Изд-во «Ким Л.А.», 2019, 278 с.

2. Purcell E.M., Morin D.J. Electricity and magnetism // Harvard, 2013, 868 p.

3. Hernandez J.A., Torres A.K. Assis surface charges and fields in stationary conductors with steady currents // AIP conference proceedings. 2008, p. 236–239.

O.B. SKVORTSOV^{1,2}, V.I. STASHENKO², O.A. TROITSKY²

¹*NTC «Balancing Machine Plant»*; ²*IMASH RAS*

E-mail: oleg.b.skvorcov@gmail.com

DYNAMICS OF DEVELOPMENT OF DEFORMATION PROCESSES UNDER ELECTRIC PULSE IMPACT ON METAL

At present, the idea of one-step nature of processes in metals under the action of an electric pulse (EI) [1], for example, due to displacement of dislocations, is widespread. Experimental studies show that the most significant mechanical dynamic impact is at the moments of the beginning and end of EI. At these moments, the current through the conductor is close to zero, neither the skin effect nor the static pinch effect is manifested, and the influence of the thermal action of the current is extremely small. The initial and final moments of the applied EI are characterized by the creation of a nonequilibrium distribution of electric fields both inside and outside the metal conductor [2, 3]. These processes turn out to be fast (lasting less than 10 μ s) and end by the time the current starts to increase and the skin effect appears. The forces acting at the moments of the beginning and end of an external electrical impulse cause shock deformations of the conductor material. Such deformations, both along the axis of the conductor and in the direction transverse to this axis, depend not only on the magnitude, but also on the polarity of the applied EI. After the indicated moments, damped mechanical vibrations are observed in the conductor material. Such vibrations are characterized by relatively low frequencies, significantly lower than the frequencies of electromagnetic vibrations in the conductor or the frequency of internal resonance associated with the manifestation of the vibroplastic effect. The sum of the vibrations arising at the moments of the beginning and end of the external EI [1] creates dynamic cyclic loading of the conductor material. The parameters of such loading depend on the amplitude and time characteristics of the pulses. Under the action of a sequence of pulses, the character of deformations can be significantly affected by the process of thermal action of an electric current.

1.Troitsky O.A., et al. Effects of current pulses and microwave study on construction materials. Electrodynamic and electrochemical effects in conductors // M.: Publishing house "Kim L.A.", 2019, 278 p.

2.Purcell E.M., Morin D.J. Electricity and magnetism // Harvard, 2013, 868 p.

3.Hernandes J.A., Torres A.K. Assis surface charges and fields in stationary conductors with steady currents // AIP conference proceedings. 2008, p. 236–239.

Е.А. МАКСИМКИНА¹, А.Н. СУЧКОВ¹, О.Н. СЕВРЮКОВ¹,
А.В. САМОХИН², Н.В. АЛЕКСЕЕВ², А.А. ФАДЕЕВ²,
М.А. СИНАЙСКИЙ²

¹ *Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,*

² *Институт металлургии и материаловедения*

им. А. А. Байкова, Москва, РФ

E-mail: katyamaksimkina@mail.ru

НОВЫЙ СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ СЛОЖНОЛЕГИРОВАННЫХ ПОРОШКОВЫХ СПЛАВОВ С ВЫСОКОЙ СТЕПЕНЬЮ СФЕРИЧНОСТИ

В докладе на примере никелевых сплавов ВПр27, ВПр50 и СТЕМЕТ 1301 показана возможность получения порошков микрометрического размера со сферической формой частиц. Процесс реализован через стадии изготовления слитка, получения быстрозакаленной аморфной ленты с её последующей термической обработкой, изготовлением порошка осколочного типа и выделением фракции частиц размером 40 – 63 мкм ситовым методом, сфероидизации выделенной фракции в потоке термической плазмы [1]. В процессе сфероидизации порошков достигается степень сферичности более 99%. Текучесть порошков улучшается на 37%, насыпная плотность увеличивается на 15% в сравнении с осколочными порошками. Данный метод получения сферических порошков обеспечивает лучшую текучесть – 15с/50г и узкое распределение и стабильность гранулометрического состава – 53-57 мкм, а также большую насыпную плотность: ВПр27 – 5 г/см³, ВПр50 – 4,6 г/см³, СТЕМЕТ 1301 – 4,8 г/см³ в сравнении с порошками, полученными методом газовой атомизации расплава. Выход продукта фракции 40 – 63 мкм составляет более 90%. Морфология сфероидизированных порошков подтверждает отсутствие налипания частиц фракций <20 мкм на поверхность основных частиц. По результатам элементного микроанализа установлена однородность химического состава осколочных и сферических частиц, что отражает высокую гомогенность объёмного распределения легирующих элементов, сформированного в процессе быстрого затвердевания расплава. На примере сплава ВПр27 продемонстрировано преимущество предложенной технологии с использованием плазменной сфероидизации для получения качественного порошка сложнолегированных сплавов с высокой степенью сферичности, насыпной плотности, гомогенности и текучести.

1. Самохин А.В., Фадеев А.А., Алексеев Н.В. и др. Сфероидизация порошков на основе железа в потоке плазмы электродугового плазмотрона и их применение в селективном лазерном плавлении. Физика и химия обработки материалов. 2019. №4. С. 12-20.

E.A. MAKSIMKINA¹, A.N. SUCHKOV¹, O.N. SEVRYUKOV¹,
A.V. SAMOKHIN², N.V. ALEXEEV², A.A. FADEEV²,
M.A. SINAYSKIY²

¹*National Research Nuclear University "MEPhI,*

²*A.A.Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science,
Moscow, Russian Federation*

E-mail: katyamaksimkina@mail.ru

A NEW METHOD FOR PRODUCING COMPLEX-ALLOYED POWDERS WITH A HIGH DEGREE OF SPHERICITY

The report shows the possibility of obtaining micrometer-sized powders with spherical particle shapes using the example of Ni-based alloys VPr27, VPr50 and STEMET 1301. The process includes the stages of ingot manufacturing, obtaining a rapidly quenched amorphous tape with its subsequent thermal processing, manufacturing a fragment-type powder and separating a fraction with a particle size of 40 to 63 μm , spheroidization of the selected fraction in the flow of thermal plasma. [1]. In the process of spheroidizing in thermal plasma of electric arc discharge is achieved a high degree of particle sphericity – more than 99%. The fluidity of powders improves by 37%, and the bulk density increases by 15% in comparison with fragmented powders. This method of producing spherical powders provides a better fluidity – 15 sec /50 g and a narrow distribution and stability of the granulometric composition – 53 – 57 microns, as well as a greater bulk density: VPr27 – 5 g/cm³, VPr50 – 4.6 g/cm³, STEMET 1301 – 4.8 g/cm³ in comparison with powders obtained by gas atomization of the melt. The yield of the product fraction 40 – 63 μm is more than 90%. The morphology of spheroidized powders confirms the absence of particles of fractions <20 μm sticking to the surface of the main particles. Based on the results of elemental microanalysis, the chemical composition of fragmentary and spherical particles was found to be homogeneous, which reflects the high homogeneity of the volume distribution of alloying elements formed during rapid solidification of the melt. The advantage of the proposed technology using plasma spheroidization for obtaining high-quality powder of complex-alloy alloys with a high degree of sphericity, bulk density, homogeneity and fluidity, which can be useful for the production of powders for additive technologies, is clearly demonstrated by the example of the VPr27 alloy.

1. Samokhin A.V., Fadeev A. A., Alekseev N. V. and others. Spheroidization of iron-based powders in the plasma flow of an electric arc plasma torch and their application in selective laser melting. Physics and chemistry of materials processing. 2019. No. 4. pp. 12-20.

Е.В. ГАЛКИН, М.В. ЖАРОВ

*Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования «Московский авиационный институт
(национальный исследовательский университет)»,*

Москва, Российская Федерация

E-mail: e.v.galkin@yandex.ru, MaximZharov@mail.ru

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРОШКОВ НА ОСНОВЕ АЛЮМИНИДА НИКЕЛЯ NiAl ЦЕНТРОБЕЖНЫМ РАСПЫЛЕНИЕМ С ВЫСОКИМИ СКОРОСТЯМИ ОХЛАЖДЕНИЯ

На сегодняшний момент метод повышения прочностных и эксплуатационных характеристик современных конструкционных материалов легированием практически исчерпал себя. Вместе с тем конструкторами современной авиационной и космической техники предъявляются все более высокие требования к современным конструкционным материалам и технологиям их создания. Таким образом, на первое место в производстве высококачественных материалов, с высокими прочностями и эксплуатационными характеристиками выходят технологии гранульной и порошковой металлургии, технологии аддитивного производства. Сущность влияния скорости кристаллизации на структуру и свойства многокомпонентных сплавов сводится не только к созданию тонкого внутреннего строения зерна. Известно, что увеличение скорости охлаждения жидкой фазы до начала кристаллизации и скорости самого процесса кристаллизации способствует измельчению внутреннего зерна металла за счет уменьшения толщины отдельных ветвей дендрита и увеличения числа этих ветвей. Но, что еще более важно, высокие скорости кристаллизации позволяют получать пересыщенные твердые растворы с запредельными показателями растворимости легирующих элементов.

Известно, что интерметаллиды системы Ni-Al, и в частности соединения Ni_3Al и $NiAl$, являются довольно перспективной базисной основой для производства высокотемпературных материалов ответственных изделий авиационной и космической техники. Высокое содержание алюминия в их составе материалов позволяет значительно снижать плотность материала, что наиболее важно при ограничениях веса конструкций, а также положительно влияет на жаростойкость и коррозионную стойкость материалов при температурах свыше $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$. Однако интерметаллидные соединения $NiAl$ является одной из самых высокотемпературных фаз в системе Ni-Al. Температура плавления стехиометрического соединения составляет порядка $1620\text{--}1640\text{ }^{\circ}\text{C}$. В соответствии с диаграммой состояния. Плотность стехиометрического соединения составляет $5,86\text{ г/см}^3$,

что в среднем на 35 % ниже плотности современных никелевых суперсплавов. Таким образом, материалы на основе соединения NiAl обладает крайне низкой плотностью и одновременно высокой температуре плавления, а также высокой жаростойкостью, что делает его довольно перспективным в производстве элементов агрегатов летной техники. При производстве порошков в виде сферических частиц в промышленных масштабах применяются методы, основанные на технологиях распыления расплава. За рубежом развита технология получения сферических гранул методом распыления струи расплава высокоскоростным потоком инертного газа. Главным недостатком этого метода является захват инертного газа в центр сферической гранулы, а также образование большого количества несферических частиц. Это происходит вследствие того, что струя расплава под воздействием высокоскоростного газового потока дробится сначала на плёнки, а затем плёнка расплава под действием сил поверхностного натяжения захлопывается и при формировании капли происходит захват инертного газа внутрь частицы.

Были проведены исследовательские работы по разработке технологий получения сферических гранул (порошинок) методами центробежного разбрызгивания по технологиям исключающих образования вокруг кристаллизуемой гранулы паровой оболочки от испарения охлаждающей среды. В качестве материала исследований был выбран сплав CompoNiAl-M5 системы NiAl-Cr-Co-Hf с соотношением элементов Cr/Co=2. В результате проведенных экспериментов были получены частицы порошков (гранулы) сферической и несферической формы. Основной структурной составляющей всех гранул являются дендритные зерна NiAl. Размер дендритных ветвей колеблется в пределах 5-20 мкм. В междендритном пространстве кристаллизуется твердый раствор на основе хрома. Толщина прослоек рассматриваемого твердого раствора на основе хрома составляет порядка 1,0-2,0 мкм. Установлено, что с ростом среднего размера гранулы наблюдается увеличение размеров дендритов, что однозначно определяется с меньшими скоростями охлаждения более крупных частиц в процессе их кристаллизации. Наблюдается довольно разнородная структура внутренней и поверхностной зон гранулы. Предполагается, что первоначально поверхностный слой гранул затвердевал в виде аморфной структуры с высокой скоростью кристаллизации порядка 10^5 - 10^6 °C, а при остывании распался на фазовые составляющие. Пористость полученных гранул, определенная металлографическим методом, составила менее 0,12-0,15%. В результате проведения испытаний были определены наиболее оптимальные режимы технологии производства гранул.

E.V. GALKIN, M.V. ZHAROV

Federal state budget institution of higher education "Moscow Aviation Institute (National Research University)", Moscow, Russian Federation

E-mail: e.v.galkin@yandex.ru, MaximZharov@mail.ru

RESEARCH OF PROCESSES OF PRODUCTION OF POWDERS BASED ON NICKEL ALUMINIDE NiAl BY CENTRIFUGAL PULVERIZATION WITH HIGH COOLING SPEEDS

Nowadays the method of increase of resistance and exploitation characteristics of modern constructive materials by alloyage has almost become exhausted. However, the constructors of modern aviation and space equipment impose high requirements to modern constructive materials and their production technology. In view of this, the technologies of grain and powder metallurgy and additive production occupy the leadership position in the production of high quality materials with high resistance and exploitation characteristics. The key point of solidification speed affect on structure and peculiarities of multi-component alloys is not only creation of fine internal grain structure. It is known that the increase of liquid phase cooling speed before the beginning of solidification and the speed of the mere solidification process provides internal metal grain crushing by means of decrease of thickness of separate dendrite branches and the increase of their quantity. But what is more important, it's that high solidification speeds allow to produce oversaturated solid solutions with superlimiting indicators of solubility of alloying elements.

It's widely known that the intermetallics of system Ni-Al, specially the compounds Ni_3Al и NiAl , present rather a perspective primary base for high temperature materials production for critical parts for aviation and space equipment. High content of aluminum in their material allows to decrease considerably the material density, what is more important taking into consideration the construction weight limits. It also produces a positive impact on heat-resistance and corrosivity-resistance at the temperatures over 1000 °C. However intermetallic compound NiAl is one of the most high-temperature phases in the Ni-Al system. The temperature of melting of stoichiometric compound is about 1620-1640 °C. According to the state of diagram the density of stoichiometric compound is 5,86 g/sm³, which is about 35% lower than the density of modern nickel superalloys. In the view of this, the materials based on compound NiAl has a super low density and at the same time a high melting temperature and also a high heat-resistance, the fact of which makes the material a rather perspective one in the production of equipment elements for aerotechnics. Methods, based on liquid alloy pulverization, are widely used during the technological scale production of powders in the form of spheric particles. The

technology of spheric grains production by the method of liquid alloy stream pulverization by high speed stream of reactionless gas is quite popular abroad. The main disadvantage of this method is the capture of reactionless gas in the spheric grain center and also the production of high quantity of non-spheric particles. It occurs as a consequence to the fact that the liquid alloy stream, under a high speed gas stream, initially crushes into films and then the liquid alloy film, under the effect of superficial tensions forces, slams, and while the drop is forming, the reactionless gas is captured into the particle.

A scientific research aimed at elaboration of technologies of spheric grains (powder grains) production has been carried out. The production was based on the method of centrifugal pulverization according to technologies which exclude the possibility of vapor film development around the solidified grain because of vaporization of cooling liquid. As material of research scientists have chosen the alloy CompoNiAl-M5 of system NiAl-Cr-Co-Hf with the ratio of elements Cr/Co=2. As a result of the experiment there were received powder particles (grains) of spheric and non-spheric forms. The main structural component of all grains are dendrite grains NiAl. The size of dendrite branches is between 5-20 μm . A solid solution based on chromium is solidificated in the interdendritic space. The thickness of layers of considered solid chromium-based solution is about 1,0-2,0 μm . The research showed that with the increase of medium grain size is accompanied with the increase of dendrites size, the fact of which is defined with less cooling speeds of bigger particles during the process of their crystallization. The internal and external surfaces of grains are rather dissimilar. It is supposed that initially the superficial layer solidified as an amorphous structure with a high crystallization speed of about 105 -106 $^{\circ}\text{C}$, and during its cooling it crushed into phasic components. The porosity of received grains, defined by metallographic method, accounted for less than 0,12-0,15%. The experiment demonstrated the most optimal regimes for grain production technology.

Е.В. ГАЛКИН, М.В. ЖАРОВ

*Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования «Московский авиационный институт
(национальный исследовательский университет)»,*

Москва, Российская Федерация

E-mail: e.v.galkin@yandex.ru, MaximZharov@mail.ru

АНАЛИЗ ОСОБЕННОСТЕЙ МЕТОДОВ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРОШКОВ И ГРАНУЛ ИЗ НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ С ТОЧКИ ЗРЕНИЯ КАЧЕСТВА ИЗГОТАВЛИВАЕМОГО СЫРЬЯ

В настоящее время в мировой промышленности наблюдается повышенный интерес к активному развитию металлургии гранул никелевых сплавов и аддитивных технологий с применением никелевого сырья.

Одной из наиболее важных проблем порошковой металлургии никелевых сплавов, технологий аддитивного производства изделий из никелевых сплавов является получение качественного сырья в виде порошинок или гранул. К получаемым элементам предъявляются требования, не только связанные с устойчивостью структуры материалов, тонкой микроструктуры, как результата кристаллизации со сверхвысокими скоростями, отсутствию внутренней пористости, отсутствию внешних дефектов.

Существует несколько методов получения гранул материалов на никелевой основе. В принципе можно выделить две группы методов: механическое размельчение и диспергирование расплава. Однако механическое измельчение различными способами заранее отлитых материалов сводит на нет все преимущества быстрой кристаллизации расплава. Диспергирование (распыление) расплава становится самым популярным методом получения мелких и средних металлических порошков никельсодержащих материалов. Кроме того, данный метод обеспечивает высокую скорость кристаллизации частиц, при этом скорость кристаллизации зависит в высокой степени от размеров получаемых гранул. Технологии диспергирования расплава довольно разнообразны. Условно их можно разделить на две большие группы: методы газовой атомизации и методы центробежного разбрызгивания. За рубежом развита технология получения сферических гранул методом распыления струи расплава высокоскоростным потоком инертного газа (метод газовой атомизации). Сплавы на никелевой основе обычно диспергируют потоком аргона. Главным недостатком этого метода является захват инертного газа в центр сферической гранулы. Это происходит вследствие того, что струя расплава под воздействием высокоскоростного газового потока (аргона) дробится сначала на плёнки, а затем плёнка расплава под действием сил по-

верхностного натяжения захлопывается и при формировании капли происходит захват инертного газа внутрь частицы. По сути дела данное явление увеличивает пористость получаемого сырья. Кроме того, полость в центре гранула может служить концентратором напряжения при эксплуатации конечного изделия. Способ диспергирования расплава может быть реализован по трем схемам: распыление быстровращающегося электрода, разбрызгивание струи расплава вращающимся диском, разбрызгивание расплава через вращающийся перфорированный стакан. Применительно к последним двум схемам расплавление металла необходимо производить автономно, вне зоны разбрызгивания, что накладывает определенные ограничения на работу с тугоплавкими материалами. При плазменном распылении получение гранул идет за счет плавления высокоэнергетической плазмой вращающегося с большой скоростью электрода. При плазменном плавлении электрода возникает проблема с содержанием кислорода в электроде. Известно, что повышенное содержание кислорода отрицательно сказывается на прочностных, коррозионных и жаростойких характеристиках материала гранул никелевых сплавов. Кроме того, в подавляющем большинстве случаев, при реализации данного метода, капли расплава преодолевают довольно большое расстояние до поверхности охлаждающей жидкости; формирование гранул происходит практически в воздушной среде, характеризующейся малой теплопроводностью. Данный фактор снижает интенсивность отвода тепла от кристаллизуемой частицы.

Этого недостатка лишены технологии разбрызгивание расплава через вращающийся перфорированный стакан. Однако данный метод также имеет свои недостатки при формировании гранул никелевых сплавов. В частности минимально возможный размер гранул ограничен размерами отверстий в перфорированном стакане и размер капли будет гораздо больше, чем в случае разбрызгивания оплавляемого электрода. Были проведены исследовательские работы, связанные с получением качественного сырья в виде гранул из никелевых сплавов ЭП741НП по технологии центробежного разбрызгивания. Установлено, что основной проблемой при получении гранул из сплава ЭП741НП является создание инертной среды при переливе расплава в перфорированный стакан. В результате проведенных исследований по новой технологии центрифугования были получены качественные гранулы сферической и вытянутой формы в соотношении 35% на 65%. Диаметр гранул варьировался от 0,5 до 1 мм. Таким образом, было определено о применимости предлагаемого метода для промышленного производства гранул из никелевых сплавов, в том числе из сплава ЭП741НП.

E.V. GALKIN, M.V. ZHAROV

Federal state budget institution of higher education "Moscow Aviation Institute (National Research University)", Moscow, Russian Federation

E-mail: e.v.galkin@yandex.ru, MaximZharov@mail.ru

ANALYSIS OF PECULARITIES OF METHODS OF PRODUCTION OF POWDERS AND GRAINS OF NICKEL ALLOYS FROM VIEWPOINT OF PRODUCED PRIMARY MATERIAL QUALITY

Nowadays in the world industry there is a high interest towards an active development of metallurgy of nickel alloys grains and additive technologies with the application of nickel primary material.

One of the key problems of powder metallurgy of nickel alloys, additive production of items of nickel alloys is production of raw material in the form of powder or grains of high quality. The produced elements are subject to requirements, which are not only connected with the resistance of materials structure, fine microstructure as a result of solidification with ultrahigh speed, absence of internal porosity, absence of external defects.

There are several methods of production of grains on nickel basis. Generally it's possible to define two groups of methods: mechanical crushing and microatomization of liquid-alloy. However, mechanical crushing by different methods of beforehand molded materials discounts all the advantages of high speed solidification of liquid alloy. Microatomization (pulverization) of liquid alloy becomes the most popular method of production of small- and medium-sized metal powders of nickel containing materials. In addition to that, this method provides a high speed of particles solidification, however the solidification speed mostly depends on the sizes of produced grains. The technologies of microatomization are rather diversified. Nominally, they can be divided into two big groups: one of which is methods of gas atomization and the other – methods of centrifugal pulverization. The technology of production of spheric grains by the method of pulverization of liquid alloy stream by the stream of reactionless gas (method of gas atomization) is quite popular abroad. Nickel base alloys are usually atomized by the stream of argon. The main disadvantage of this method is capturing of reactionless gas in the center of spheric grain. It happens due to the fact that the stream of liquid alloy is crushed into films under the effect of high speed gas stream (argon). Then the liquid alloy's film slams under the effect of superficial tensions forces and while the drop forming reactionless gas is captured into the particle. In fact, this notion increases the porosity of produced raw material. In addition to that, the vugg in the grain center can serve as a concentrator of tension during the exploitation of final item. The method of pulverization of liquid alloy may be carried out according to

three schemes: atomization of rapidly rotating electrode, liquid alloy pulverization with rotating disk, liquid alloy pulverization through rotating perforated cup. According to the last two schemes metal molding should be carried out independently, away from the pulverization zone. The matter of which imposes certain limitations on the work with hard-melting materials. During plasma pulverization the production of grains is carried out due to melting by high-energy plasma of high speed rotating electrode. During plasma melting of electrode there appears a problem of oxygen concentration in the electrode. It is known that increased content of oxygen has a negative impact on strength, corrosion and heat-resistance of the material of nickel alloys grains. However, in most cases, while the realization of the current method, the drops of liquid alloy overcome a rather big distance to the surface of cooling liquid; the grain forming occurs almost in air environment which is characterized by low heat conduction. This factor decreases the intensity of heat withdrawal from the crystallized particle.

This disadvantage is absent in the technology of pulverization through rotating perforated cup. However this method has its own inconveniences during forming of nickel alloys grains. For example, the minimal size of grains is limited by the size of holes in the perforated cup and the drop size will be significantly bigger than in the case of pulverization of the flashed-off electrode. A scientific research connected with production of raw material in the form of nickel alloys grains (EhP741NP) of high quality with the application of centrifugal atomization technology showed that the main problem of grains production is the creation of reactionless environment during the liquid alloy transfer into the perforated cup. As a result of conducted research of spinning technology there were received high-quality grains of spherical and outstretched form in ratio of 35% by 65%. The diameter of grains differed from 0,5 to 1 mm. Through this process the applicability of the current method for industrial usage for nickel alloys grains production (as well as EhP741NP alloy) was defined as appropriate.

С.В. НЕСКОРОМНЫЙ, А.Н. СТРОГАНОВ, Е.Г. ГРИГОРЬЕВ,
Е.Л. СТРИЖАКОВ

*Донской государственный технический университет, Ростов-на-Дону,
ИСМАН, Россия*

E-mail: nescoromniy@mail.ru

ОСОБЕННОСТИ ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОЙ КОНСОЛИДАЦИИ ПОРОШКОВЫХ КОМПОЗИЦИЙ ИЗ КАРБИДА ГАФНИЯ

Аннотация. Рассмотрены особенности проектирования оснастки и результаты экспериментальных исследований полученных композиций из карбида гафния. Выявлены диапазоны удовлетворительного получения образцов при электроимпульсном воздействии в сочетании со статическим и динамическим воздействием. Проведен сравнительный металлографический анализ полученных соединений.

Необходимость эксплуатации летательных аппаратов при высоких температурах обуславливает разработку технологии получения защитных покрытий с последующим их нанесением на обшивку. В качестве тугоплавких покрытий предлагают карбиды титана, гафния, нитриды циркония и другие порошковые композиции.

Использование традиционных методов спекания порошковых композиций из тугоплавких карбидов и нитридов ограничено в связи с необходимостью применения оборудования с рабочей температурой выше 1800 °С, а также неблагоприятными изменениями структурно-фазового состояния полученных образцов.

Перспективно применять импульсные методы консолидации порошковых материалов, в частности электроимпульсное спекание, которое позволяет локализовать тепловыделение на границах контактируемых частиц, сохраняя исходную структуру и физико-химические свойства порошковой композиции.

В качестве источника энергии использовали генератор импульсных токов энергоемкостью 42кДж и собственной частотой разряда тока 20кГц.

Для реализации статического давления на компактируемый порошок была разработана оснастка, представляющая собой механический пресс с винтовым прижимом, позволяющим создавать статическое усилие до 30·кН.

Для снижения пористости компактируемого порошка было предложено при импульсном воздействии импульса тока накладывать динамическое воздействие на электроды-пуансоны и компактируемый порошок за

счет индукционно-динамического привода.

Экспериментальные исследования проводились на порошке карбида гафния, который помещали в керамическую трубку и прижимали с двух сторон молибденовыми электродами диаметром 9,4мм. Внутренний диаметр зоны компактирования составлял 9,8мм. Трубку помещали в металлическую обойму, состоящую из двух полуматриц.

Высота засыпки компактируемого порошка HfC составляла 3-4 мм., размеры гранул 10-90 мкм. Удельное статическое давление электродами – пуансонами составляло 1,4-2,2 Н/м², динамическое воздействие составляло до 10⁵Н/м².

В результате экспериментальных исследований были получены удовлетворительные экспериментальные образцы из HfC в диапазоне энергий 5,8-12,3кДж, длительности процесса 150-200мкс, токе разряда 170-210кА.

Для снижения пористости компактируемого порошка было предложено при импульсном воздействии импульса тока накладывать динамическое давление на электроды-пуансоны и компактируемый порошок.

Индукционно-динамический привод состоит из плоского индуктора с толкателем, последовательно подключенного с электродами-пуансонами и компактируемым порошком.

При длительности импульса тока более 300 мкс и токе разряда до 70кА компактирование порошковой композиции не дало положительных результатов. Давлением паров компактируемого порошка выбрасывало его в зазор между электродом-пуансоном и внутренней рабочей поверхностью керамической трубки.

При использовании индукционно-динамического привода удалось получить удовлетворительные экспериментальные образцы из HfC в диапазоне энергий 5,8-12,3кДж, длительности процесса 100-200мкс, токе разряда 100-180кА.

Проведенный микроструктурный анализ полученных соединений показал, что применение короткого импульса в сочетании с динамическим воздействием позволяют получить более плотную поковку порошкового материала (пористость снижается на 10-30% в зависимости от режима воздействия) по сравнению со статическим предварительным воздействием. При этом, в большинстве случаев, размер зерен в консолидированном материале соответствует размеру зерен в исходном порошке.

S.V. NESCOROMNIY, A. N. STROGANOV, E.G. GRIGORIEV,
E.L. STRIZHAKOV

Don State Technical University, Rostov-on-Don, ISMAN, Russia

E-mail: nescoromniy@mail.ru

FEATURES OF ELECTRIC PULSE CONSOLIDATION OF POWDER COMPOSITIONS FROM HAFNIUM CARBIDE

Abstract. The features of the tooling design and the results of experimental studies of the obtained hafnium carbide compositions are considered. The ranges of satisfactory production of samples under electrical impulse action in combination with static and dynamic action have been identified. Comparative metallographic analysis of the obtained compounds was carried out.

The need to operate aircraft at high temperatures determines the development of a technology for obtaining protective coatings with their subsequent application to the skin. Titanium carbides, hafnium carbides, zirconium nitrides and other powder compositions are offered as refractory coatings.

The use of traditional methods of sintering powder compositions of refractory carbides and nitrides is limited due to the need to use equipment with an operating temperature above 1800⁰C, as well as unfavorable changes in the structural-phase state of the samples obtained.

It is promising to use pulsed methods of consolidation of powder materials, in particular, electric pulse sintering, which allows localizing heat release at the boundaries of the particles in contact, while maintaining the original structure and physicochemical properties of the powder composition.

A pulse current generator with an energy capacity of 42 kJ and a natural discharge frequency of 20 kHz was used as an energy source.

To implement the static pressure on the powder to be compacted, a tooling was developed, which is a mechanical press with a screw clamp, which allows creating a static force of up to 30 kN.

To reduce the porosity of the compacted powder, it was proposed to apply a dynamic effect on the punch electrodes and the compacted powder under the pulsed action of a current pulse by means of an induction-dynamic drive.

Experimental studies were carried out on hafnium carbide powder, which was placed in a ceramic tube and pressed on both sides with molybdenum electrodes 9.4 mm in diameter. The inner diameter of the compacting zone was 9.8 mm. The tube was placed in a metal holder consisting of two semi-matrices.

The height of the filling of the compacted HfC powder was 3-4 mm, the size of the granules was 10-90 μm . The specific static pressure of the electrodes - punches was 1.4-2.2 N/m², the dynamic effect was up to 10⁵ N/m².

As a result of experimental studies, satisfactory experimental samples of HfC were obtained in the energy range of 5.8-12.3 kJ, the duration of the process is 150-200 μ s, and the discharge current is 170-210 kA.

To reduce the porosity of the compacted powder, it was proposed to apply dynamic pressure to the punch electrodes and the compacted powder under the pulsed action of a current pulse.

The induction-dynamic drive consists of a flat inductor with a pusher, connected in series with punch electrodes and compacted powder.

With a current pulse duration of more than 300 μ s and a discharge current of up to 70 kA, the compaction of the powder composition did not give positive results. The vapor pressure of the compacted powder threw it into the gap between the punch electrode and the inner working surface of the ceramic tube.

Using the induction-dynamic drive, it was possible to obtain satisfactory experimental samples from HfC in the energy range of 5.8-12.3 kJ, the duration of the process is 100-200 μ s, and the discharge current is 100-180 kA.

The performed microstructural analysis of the obtained compounds showed that the use of a short pulse in combination with a dynamic action makes it possible to obtain a denser forging of a powder material (the porosity decreases by 10-30% depending on the mode of action) in comparison with the static preliminary action. Moreover, in most cases, the grain size in the consolidated material corresponds to the grain size in the original powder.

Е.Г. ГРИГОРЬЕВ¹, В.Ю. ГОЛЫЦЕВ², А.В. ОСИНЦЕВ²,
А.С. ПЛОТНИКОВ¹, Е.Л. СТРИЖАКОВ³, С.В. НЕСКОРОМНЫЙ³,
В.Г. ВИНОГРАДОВ^{1,3}, С.О. АГЕЕВ^{1,3}

¹ИСМАН, Черногловка, Россия, ²НИЯУ МИФИ, Москва, Россия,

³ДГТУ, Ростов-на-Дону, Россия

E-mail: eugengrig@mail.ru

ПРЕИМУЩЕСТВА ВЫСОКОВОЛЬТНОЙ КОНСОЛИДАЦИИ ПОРОШКОВ ТУГОПЛАВКИХ МАТЕРИАЛОВ

Рассмотрены основные особенности высоковольтной электроимпульсной консолидации (ВЭК) порошковых тугоплавких материалов и обусловленные ими уникальные возможности метода. Проанализированы электротермические процессы ВЭК на контактах между частицами порошка и в макромасштабе всего консолидированного образца. Приведены результаты расчетов динамики закрытия (схлопывания) межчастичных пор в консолидированном материале. Представлены теоретические и экспериментальные результаты изучения процесса высоковольтной консолидации порошков. Приведены результаты исследования макро- и микроструктуры консолидированных материалов и испытаний на растяжение. Испытания на сжатие показали, что все испытанные сплавы без разрушения выдерживают напряжение сжатия при комнатной температуре. Пластичность тяжелого вольфрамового сплава является одной из задач настоящего исследования. Высоковольтная консолидация способствует сохранению исходной мелкозернистой структуры и почти полному отсутствию пористости. Получены оптимальные режимы высоковольтной консолидации порошковых огнеупорных материалов по результатам испытаний коротких цилиндров по схеме диаметрального сжатия. Экспериментально исследован процесс высоковольтной консолидации порошка карбида гафния. Установлен критерий, определяющий диапазон технологических параметров создания плотных консолидированных материалов. Представлена микроструктура консолидированного карбида гафния.

E.G. GRIGORYEV¹, V.YU. GOLTSEV², A.V. OSINTSEV²,
A.S. PLOTNIKOV¹, E.L. STRIZHAKOV³, S.V. NESCOROMNIY³,
V.G. VINOGRADOV^{1,3}, S.O. AGEEV^{1,3}

¹ISMAN, Chernogolovka, Russia, ²NRNU MEPhI, Moscow, Russia,

³DSTU, Rostov-on-Don, Russia

E-mail: eugengrig@mail.ru

ADVANTAGES HIGH VOLTAGE CONSOLIDATION OF POWDERS REFRACTORY MATERIALS

The main features of high-voltage electropulse consolidation (H-VEC) of powder refractory materials and the unique possibilities of the method caused by them are considered. The electro-thermal processes in the H-VEC at the contacts between the powder particles and in the macroscale of the whole consolidated sample are analyzed. The results of calculations of the dynamics of closure (collapse) of interparticle pores in the consolidated material are presented.

The experimental results of high voltage consolidation powder refractory materials are discussed and a theoretical analysis of the kinetics of compaction of powder materials is made. The results of investigation of the macro- and microstructure of consolidated materials and the stress - strain testing are presented. Compression testing showed that all tested alloys bear compressive stress at room temperature without failure. The plasticity of the heavy tungsten alloy is one of the objectives of the current research. The high-voltage consolidation contributes to maintaining a initial fine-grained structure and almost total absence of porosity. The optimal modes of high voltage consolidation powder refractory materials on the results of tests of short cylinders according to the Diametric compression scheme were obtained.

The process of high-voltage electropulse consolidation of hafnium carbide powder was experimentally studied. A criterion is established that defines the range of technological parameters for creating dense consolidated materials. The results of an experimental study of the microstructure of the obtained hafnium carbide are presented.

Т.Н. СМЕТЮХОВА, А.В. ИВАНОВ, Н.Н. СИТНИКОВ,
И.Н. ЛАПТЕВ

ГНЦ ФГУП “Центр Келдыша”, Москва, Россия

E-mail: smetyukhova.t.n@yandex.ru, nanocentre@kerc.msk.ru

ПОЛУЧЕНИЕ МЕТОДОМ ИСКРОВОГО ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ ПЛОТНОЙ КЕРАМИКИ ИЗ ПОРОШКОВ НИТРИДА И КАРБИДА КРЕМНИЯ

Методом искрового (электроимпульсного) плазменного спекания из порошков нитрида и карбида кремния в атмосфере азота были получены образцы композиционного материала с открытой пористостью до 1 %. Для получения образцов использовали порошки нитрида кремния с размером частиц до 10 мкм и (400 – 700) нм и карбида кремния с размером частиц до 8 мкм и (300 – 600) нм. Наноразмерные порошки использовали для повышения плотности и снижения пористости получаемых образцов. Смешение порошков производили в планетарной мельнице с применением изопропилового спирта. Образцы различного состава в виде таблеток диаметром 20 мм и высотой от 2 до 6 мм были получены при температуре спекания 1800 °С, 1900 °С и 1940 °С.

С помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ) установлено, что уплотнение керамики происходит за счёт заполнения наноразмерными частицами полостей (пор), образующихся между частицами порошков нитрида и карбида кремния микронного размера. Повышение доли наноразмерных порошков также повышает плотность и снижает пористость до 1,1 %. На РЭМ-изображениях поверхностей шлифов и изломов полученных образцов видно, что укрупнения исходных частиц порошка не происходит. Установлено, что повышение температуры спекания с 1800 °С до 1900 °С при одних и тех же сжимающем давлении и времени выдержки позволяет получить более плотную керамику с более высокими механическими характеристиками. Например, прочность на изгиб для образца, полученного при 1800 °С, составляет 116 МПа при открытой пористости 31,2 %, а при 1900 °С – 199 МПа и пористостью 2,0 %. Дальнейшее повышение температуры спекания до 1940 °С приводит к ухудшению физико-механических свойств и увеличению пористости образцов. Возможно, это связано с высокотемпературным разложением нитрида кремния.

T.N. SMETYUKHOVA, A.V. IVANOV, N.N. SITNIKOV,
I.N. LAPTEV

State Scientific Centre of Russian Federation – Federal State Unitary Enterprise “Keldysh Research Centre”, Moscow, Russia

E-mail: smetyukhova.t.n@yandex.ru, nanocentre@kerc.msk.ru

PRODUCTION OF DENSE CERAMICS FROM POWDERS OF SILICON NITRIDE AND CARBIDE USING A SPARK PLASMA SINTERING TECHNIQUE

The samples of composites with the open porosity up to 1 % were produced from powders of silicon nitride and carbide using the spark (electro-impulse) plasma sintering technique (SPS) in the nitrogen atmosphere. The particles of silicon nitride powder up to 10 μm and (400-700) nm were used to produce the samples. The particles of silicon carbide powder were up to 8 μm and (300-600) nm. Nanosized powders were used to increase density and to decrease porosity in resulting samples. The powders were mixed in a planetary mill using isopropyl alcohol. The samples of different compositions in the form of disks with a diameter of 20 mm were obtained at sintering temperatures of 1800 °C, 1900 °C, and 1940 °C. Depending on the composition and sintering temperature, the disk thickness is from 2 to 6 mm.

Using a scanning electron microscope it was found that ceramics becomes denser because of nanosized particles which fill cavities (holes) appearing between particles of powders of silicon nitride and carbide which were of a micron size. Increase of nanosized powder proportion also increases density and reduces porosity up to 1,1 %. The pictures of grinding surfaces and fracture samples taken from a scanning electron microscope show that original powder particles do not increase size. There was determined that increasing sintering temperature from 1800 °C to 1900 °C under the same compression pressure and holding time allows to produce the denser ceramics with higher mechanical properties. For example, resistance to bending was 116 MPa of a sample that was produced at the temperature of 1800 °C and at the open porosity of 31,2 %, but at the temperature of 1900 °C the resistance was 199 MPa at the porosity of 2,0 %. A further increasing sintering temperature to 1940 °C leads to physical and mechanical properties decrease and increases porosity of the sample. Possibly this is due to the high-temperature dissociation of silicon nitride to silicon and nitrogen.

В.А. ГЛУЩЕНКОВ, И.А.БЕЛЯЕВА, В.И. ПЕСОЦКИЙ,
В.А. МИРОНОВ, Ю.С. УШЕРЕНКО
*Самарский национальный исследовательский университет имени ака-
демика С.П. Королева, Самара, Россия*
E-mail: vgl@ssau.ru

ПЛАКИРОВАНИЕ РАСПЛАВОМ ЦИЛИНДРИЧЕСКИХ ДЕТАЛЕЙ ИЗ ПОРОШКОВОЙ КОМПОЗИЦИИ

Аннотация. Для придания изделиям из композиционного порошкового материала необходимых эксплуатационных свойств (трибологических, антикоррозионных, прочностных, износостойких и других) используется технология плакирования их слоем требуемого металла. Особая трудность при реализации технологии плакирования представляется для цилиндрических конструкций.

Для таких изделий авторы предлагают новый способ плакирования – принудительная пропитка наружного слоя изделия расплавом металла. При этом расплав заполняет поры порошковой композиции под давлением импульсного магнитного поля.

В статье приведена технологическая схема предлагаемой технологии плакирования и приведены результаты поисковых экспериментов, включая металлографический анализ.

Определена глубина проникновения плакирующего металла в изделие из порошковой композиции и её зависимость от величины энергии воздействия импульсного магнитного поля на расплав. Глубина проникновения составляет от десятых долей до целых миллиметров при энергии воздействия, не превышающей 1 кДж.

В заключении сформулированы направления дальнейших системных исследований.

V.A. GLUSHCHENKOV, I.A. BELYAEVA, V.I. PESOTSKY,
V.A. MIRONOV, JU.S. USHERENKO

Samara National Research University named by academician

S.P.Korolyev,

Samara, Russia

E-mail: vgl@ssau.ru

MELT CLADDING OF CYLINDRICAL PARTS MADE FROM POWDER COMPOSITIONS

Abstract. To give products made of powder composition materials the necessary operational properties (tribological, anticorrosive, strength, wear-resistant, and others), the technology of cladding them with a layer of the required metal is used. When implementing the cladding technology, a particular difficulty arises in the case of cylindrical structures

For such products, the authors propose a new method of cladding – forced impregnation of the outer layer of the product with molten metal. In this case, the melt fills the pores of the powder composition under the pressure of a pulsed magnetic field.

The article presents the technological scheme of the proposed cladding technology and results of exploration experiments, including metallographic analysis.

The depth of penetration of the cladding metal into the product from the powder composition and the dependence of this depth on the magnitude of the energy of action of the pulsed magnetic field on the melt are determined. The penetration depth is from tenths to several millimeters at an action energy not exceeding 1 kJ.

In conclusion, the directions of further system research have been formulated.

В.А. БОРОДИН, А.В. ТЕНИШЕВ, Д.П. ШОРНИКОВ
Национальный исследовательский ядерный университет "МИФИ"
(Московский инженерно-физический институт), Москва, Россия
E-mail: vaborodin@mephi.ru

ПОВЫШЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ КОМПАКТИРОВАНИЯ ТАБЛЕТОК ДИОКСИДА УРАНА МЕТОДОМ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО ПРЕССОВАНИЯ

Предварительное уплотнение порошков диоксида урана в таблетки является важной стадией цикла производства таблеток, в значительной степени влияющей на качество продукта, получаемого в результате последующего спекания. В рамках стандартной технологии компактирование проводится при комнатной температуре, что дает геометрическую плотность таблеток на уровне $\sim 50\%$ от теоретической плотности диоксида урана. Эффективность уплотнения может быть резко повышена, если компактирование проводится при повышенных, но остающихся ниже начала быстрого спекания, температур. Эксперименты по уплотнению порошка диоксида урана показали, что приложение даже относительно низких внешних давлений (20–40 МПа) при температурах выше $\sim 700^\circ\text{C}$ приводит к резкому увеличению эффективности уплотнения материала. Эффект становится более выраженным с увеличением температуры, что подразумевает запуск некоего чувствительного к температуре механизма ускоренного уплотнения. Как наблюдения с помощью сканирующей электронной микроскопии, так и моделирование методом молекулярной динамики указывают на то, что механизм повышения эффективности уплотнения порошка связан с активацией пластической деформации, причем скорее всего в режиме зернограницного проскальзывания.

V.A. BORODIN, A.V. TENISHEV, D.P. SHORNIKOV

*National Research Nuclear University MEPhI
(Moscow Engineering Physics Institute), Moscow, Russia*

E-mail: vaborodin@mephi.ru

INCREASING THE EFFICIENCY OF URANIUM DIOXIDE PELLET COMPACTION BY HIGH-TEMPERATURE PRESSING

The primary compaction of uranium dioxide powders into pellets is an important stage of the pellet production cycle, which largely determines the quality of the resulting product after subsequent sintering. Within standard procedures, the compaction is typically done at room temperature, leading to the geometric pellet density at the level of roughly 50% of the theoretical UO_2 density. The efficiency of compaction can be sharply increased when compaction is carried out at elevated, but remaining below the onset of rapid sintering, temperatures. Experiments on compaction of uranium dioxide powder have shown that the application of even relatively low external pressures (20–40 MPa) at temperatures above $\sim 700^\circ\text{C}$ leads to substantial increase in the efficiency of pellet densification. The effect becomes more pronounced with temperature increase, implying the launching of a certain temperature sensitive accelerated compaction mechanism. Both the scanning electron microscopy observations and the molecular dynamics modelling indicate that the mechanism behind the powder compaction efficiency increase is related to the activation of plastic strain, most probably the grain boundary sliding.

Н.В. ФИЛАТОВА, Н.Ф. КОСЕНКО, В.В. ХРАМОГИН, Д.В. ХРЕНОВ

Ивановский государственный химико-технологический университет,

г. Иваново, Россия

E-mail: zyanata@mail.ru

МЕТАСТАБИЛЬНЫЕ НЕОРГАНИЧЕСКИЕ ДИСПЕРСИИ КАК ЭФФЕКТИВНЫЕ СВЯЗУЮЩИЕ ДЛЯ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

К связующим относят составы, обладающие смачивающей способностью, адгезией и способные к самопроизвольной конденсации при нормальных условиях или при изменении условий.

Связки могут представлять собой как истинные растворы, так и ультрадисперсные, или коллоидные, системы – золи, гели на основе гидратированного кремнезема, глинозема, жидкого стекла и т.п. Затвердевшие связки составляют непрерывные матрицы композиционных материалов.

Большой интерес могут представлять комбинированные связующие, при термообработке которых образуются сложные оксидные соединения, обладающие набором ценных физико-химических и эксплуатационных характеристик. К ним, в частности, относятся различные шпинели и муллит $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$.

Нами разработано микрогетерогенное муллитобразующее связующее, получаемое совместным осаждением карбамидом гидратированных форм оксидов алюминия и кремния. Высокая прочность полученных материалов связана с присутствием активных компонентов $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ и $\text{SiO}_2 \cdot m\text{H}_2\text{O}$ в связующем, которые в процессе обжига формируют фазу муллита. Муллитовая матрица формируется не только на границе зерен, но и в порах и микротрещинах, что придает большую связанность и прочность конгломерату.

Синтезированы бруситалюмофосфатная и цинкалюмофосфатная связующие, которые были применены для получения спеченных оксидов магния и цинка соответственно. При обжиге материалов, содержащих такие связки, при высоких температурах следует учитывать образование магнезиальной MgAl_2O_4 и цинковой шпинели ZnAl_2O_4 , которые способны улучшить характеристики спеченных продуктов. Полученные данные свидетельствуют о положительном влиянии шпинелей. В наибольшей степени данное воздействие проявляется при высоких температурах.

Таким образом, метастабильные смешанные связующие, которые формируют в процессе высокотемпературной обработки равномерно распределенные по объему композита добавки шпинели или муллита, показали высокую эффективность.

N.V. FILATOVA, N.F. KOSENKO, V.V. KHRAMOGIN,
D.V. KHRENOV

*Ivanovo State University of Chemistry and Technology,
Ivanovo, Russia*

E-mail: zyanata@mail.ru

METASTABLE INORGANIC DISPERSIONS AS EFFECTIVE BINDERS FOR COMPOSITE MATERIALS

Binders are compounds which have wetting ability, adhesion and capacity for spontaneous condensation under normal conditions or under variable conditions.

Binders are known to be both true solutions, and super dispersed or colloidal systems such as sols, gels on the base of системы hydrated silica, alumina, liquid glass, etc. Hardened binders form continuous matrix of composite materials.

A question of great interest is the use of combined binders which form complex oxide compounds under thermal treatment. Such compounds have a set of important physicochemical and exploitation characteristics. Among them there are different spinels and mullite $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$.

We elaborated a microheterogeneous mullite-forming binder obtained by co-precipitation of alumina and silica hydrated forms with urea. High strength of obtained materials relates to the presence of active components $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ и $\text{SiO}_2 \cdot m\text{H}_2\text{O}$ in the binder which form mullite phase during burning. Mullite matrix come into being not only on the grain boundary but also in pores and microcracks. It provides the more cohesiveness and strength of a conglomerate.

Brucite-alumina-phosphate (BAPhB) and zinc-alumina-phosphate (ZAPhB) were synthesized. They were used for the obtaining of sintered magnesium oxide (periclase) and zinc oxide, respectively.

During burning of materials containing such binders under high temperatures it should be taken into consideration spinels formation, particularly magnesia spinel MgAl_2O_4 and zinc spinel (gahnite) ZnAl_2O_4 , which are able to improve characteristics of sintered products.

Obtained results confirmed the positive influence of spinels in the composition of composite materials. The most effect became apparent under high temperatures.

So, metastable mixed binders which form additives (spinel, mullite) uniformly distributed by volume during high-temperature treatment have high effectiveness.

Г.В. МАРКОВА, Д.М. ЛЕВИН
ФГБОУ ВО "Тульский государственный университет", Тула,
Российская Федерация
E-mail: galv.mark@rambler.ru

ЗАКОНОМЕРНОСТИ ИЗМЕНЕНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ СРЕДНЕМАРГАНЦЕВЫХ СПЛАВОВ Mn-Cu ПРИ ЕСТЕСТВЕННОМ СТАРЕНИИ

Среднемарганцевые сплавы системы Mn-Cu после закалки и старения при температурах расслоения метастабильного твердого раствора 200 – 600 °С обладают достаточно высоким уровнем диссипативных свойств и относятся к демпфирующим материалам. По сравнению с высокодемпфирующими высокомарганцевыми материалами, сплавы с содержанием Mn до 50 моль.% обладают рядом преимуществ: они более технологичны, имеют пониженную склонность к ликвации и более высокую технологическую деформируемость.

После закалки среднемарганцевые сплавы характеризуются структурой метастабильного ГЦК твердого раствора, в котором только после старения при 400 – 600 °С в результате мартенситного превращения формируется тетрагональная структура с легкоподвижными границами двойников. Масштабы развития мартенситного превращения зависят от степени стабильности ГЦК твердого раствора.

Целью данной работы является исследование изменения структуры и свойств закаленного среднемарганцевого сплава 36Mn64Cu при естественном старении в области климатических температур.

Закалку сплава проводили от температуры 830 °С, старение – при температурах -5 °С, 20 °С, + 40 °С в течение времени до 25 мес. Структуру и фазовый состав изучали методами металлографии и рентгеноструктурного анализа. Изменение механических свойств оценивали с применением дюрOMETрического анализа. В качестве меры изменения свойств после вылеживания принимали относительное изменение микротвердости $\Delta HV/HV$.

По данным металлографического анализа микроструктура сплава 36Mn64Cu, сформированная после закалки, не изменяется в течение всего времени старения. Данные рентгеноструктурного анализа также не обнаружили изменения фазового состава и параметра решетки γ -твердого раствора. Присутствие тетрагональной фазы не обнаружено. Вместе с тем, установлено, что на первых этапах вылеживания статистически значимо возрастает размер областей когерентного рассеяния и величина микрона-

пряжений, что связано с появлением концентрационных неоднородностей.

В процессе естественного старения микротвердость закаленного сплава монотонно повышается до предельного значения, величина которого увеличивается с ростом температуры старения (рис. 1). Обработку результатов измерения микротвердости проводили с использованием уравнения

Аврами в форме $\frac{\Delta HV / HV}{(\Delta HV / HV)_{\max}} = 1 - \exp(-(kt)^n)$, где $k = k_0 \exp(-E / kT)$ -

кинетический коэффициент, E – энергия активации процесса распада метастабильного твердого раствора, n – показатель степени Аврами.

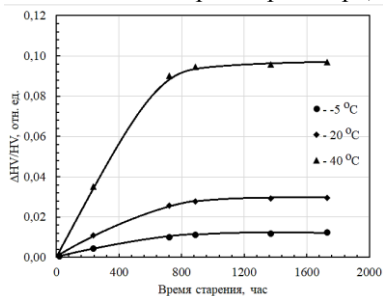


Рис. 1

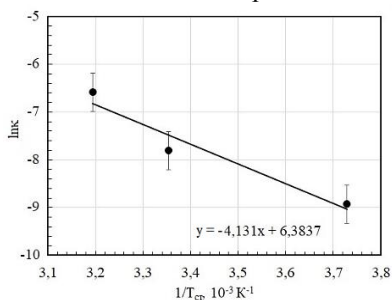


Рис. 2

С использованием стандартных методов обработки по результатам измерения зависимостей микротвердости от времени старения (рис. 1) получили значения коэффициентов уравнения Аврами n и k . Для всех температур старения величина показателя n практически одинакова и составляет $n \approx 0,25$, что соответствует случаю образования новой фазы в объеме исходной по механизму беззародышевого распада. Эти результаты в сочетании с наблюдаемым ростом микронапряжений показывают, что при старении происходят диффузионные процессы, связанные с самопроизвольным распадом твердого раствора. Процесс распада идет по спинодальному механизму, не требующему формирования зародыша.

На рис. 2 показана зависимость кинетического коэффициента k от температуры старения. Рассчитанное значение энергии активации процесса составило $E \approx 34 \pm 7$ кДж/моль, что близко к значениям энергии активации ускоренной диффузии марганца в марганец-медных сплавах.

Полученные результаты позволили заключить, что изменение микротвердости закаленного сплава 36Mn64Cu при вылеживании в диапазоне климатических температур обусловлено развитием спинодального распада γ -твердого раствора.

G.V. MARKOVA, D.M. LEVIN
Tula State University, Tula, Russian Federation
E-mail: galv.mark@rambler.ru

REGULARITIES OF STRUCTURE CHANGE AND PROPERTIES OF MEDIUM MANGANESE Mn-Cu ALLOYS DURING NATURAL AGEING

Medium manganese Mn-Cu alloys have a sufficiently high level of damping properties after quenching and ageing at temperatures 200 - 600 °C which are the temperatures of separation of a metastable solid solution. Compared with high-damping materials with high manganese content, the alloys with an Mn content of up to 50 mol.% have some advantages: they are more technological, have a reduced tendency to segregation and higher technological deformability.

The medium manganese alloys after quenching characterised by the structure of a metastable fcc solid solution, where a tetragonal structure with readily mobile twin boundaries forms after ageing at 400 - 600 °C as a result of martensitic transformation. The scale of the development of martensitic transformation depends on the degree of stability of the fcc solid solution.

This work aims to study changes in the structure and properties of the quenched medium manganese alloy 36Mn64Cu during natural ageing in the range of climatic temperatures.

The alloy was quenched from a temperature of 830 °C, ageing - at temperatures of -5 °C, 20 °C, 40 °C for up to 25 months. The structure and phase composition studied by metallography and X-ray structural analysis. The change in mechanical properties assessed using durometric analysis. The relative differences in microhardness $\Delta HV/HV$ was taken as a measure of the change in properties after ageing.

According to the data of metallographic analysis, the microstructure of the 36Mn64Cu alloy formed after quenching does not change during the entire ageing time. The X-ray structural analysis data also did not reveal changes in the phase composition and lattice parameter of the γ -solid solution. No tetragonal phase was found. At the same time, we found that at the first stages of ageing, the size of the coherent scattering regions increases statistically significant and the magnitude of microstresses increases, which is associated with the appearance of concentration inhomogeneities.

Microhardness measurements showed that the hardness increases during ageing to a limiting value, which growth with increasing ageing temperature (Fig. 1). The analysis of the results of the microhardness measuring was carried

out using the Avrami equation in the form $\frac{\Delta HV / HV}{(\Delta HV / HV)_{\max}} = 1 - \exp(-(\kappa t)^n)$,

where $\kappa = \kappa_0 \exp(-E / kT)$ is the kinetic coefficient, E is the activation energy of the decay process of a metastable solid solution, n is the Avrami exponent.

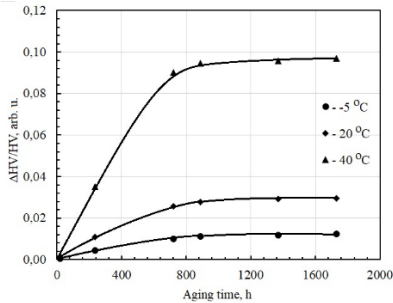


Fig.1

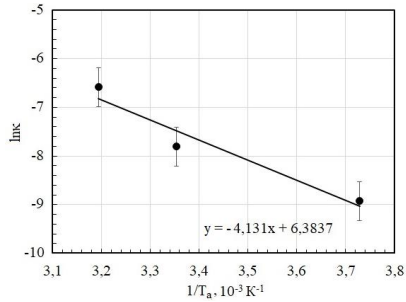


Fig.2

Using standard processing methods, according to the results of measuring the dependences of microhardness on the ageing time (Fig. 1), we obtained the values of the Avrami equation coefficients n and κ . For all temperatures of ageing, the value of the exponent n is practically the same. It is $n \approx 0,25$, which corresponds to the case of the bulk growth of a new phase in the volume of the initial one, i.e. the decay without nucleation of the new phase centers. These results, in combination with the observed growth of microstresses, show that diffusion processes occurred during ageing, associated with the spontaneous decomposition of the solid solution. The decay process follows the spinodal mechanism, which does not require the formation of a new phase nuclei.

In fig. 2 shows the dependence of the kinetic coefficient κ on the ageing temperature. The calculated value of the activation energy of the process was $E = 34 \pm 7$ kJ/mol, which is close to the activation energy for accelerated diffusion of manganese in manganese-copper alloys.

The results obtained allowed us to conclude that the change in the microhardness of the quenched 36Mn64Cu alloy upon ageing in the range of climatic temperatures is due to the development of spinodal decomposition of the γ -solid solution without passage to the next stage - the martensitic transformation.

Э.Б. ЗАВОЙЧИНСКАЯ

Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова

E-mail: elen@velesgroup.com

О МНОГО- И ГИГАЦИКЛОВОЙ УСТАЛОСТИ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ ПРИ ОДНООСНОМ НАГРУЖЕНИИ

Проблеме обеспечения безопасной эксплуатации конструкций с длительными сроками службы посвящено обширное количество публикаций последних лет [1–3]. В зарубежных работах построение кривой усталости в много- и гигацикловой областях при симметричном одноосном нагружении основывается на модели Х. Мутраби [2] с выделением двух механизмов зарождения усталостного разрушения: от очагов микроразрушения на поверхности образца с образованием устойчивых полос скольжения и от геометрических концентраторов структуры в объеме тела с формированием области мелкогранулированной структуры «рыбий глаз»). В [1] рассматривается бифуркационная кривая усталости с наличием области, в которой эти механизмы реализуются с разной вероятностью, возможен разрыв кривой усталости и несколько пределов выносливости. Различные ветви кривой описываются различными степенными зависимостями предельной амплитуды напряжения от числа циклов. Анализ экспериментальных исследований много- и гигацикловой усталости сталей, никелевых, алюминиевых и титановых сплавов при различных частотах нагружения [3,4] позволяет сделать вывод, что для материалов, усталостные свойства которых зависят от частоты, эти диаграммы представляют разные зависимости предельной амплитуды как функции двух переменных: числа циклов и частоты нагружения (и температуры как третьей переменной), а именно: в области многоциклового усталости – с одной, как правило звуковой частотой, в области гигацикловой усталости – с другой, ультразвуковой частотой. При этом и первый механизм вязкого разрушения, и второй – хрупкого разрушения, имеют место при нагружении с любой частотой в зависимости от числа циклов. В области ограниченной выносливости исследованных пластичных материалов [1–3] механизм вязкого разрушения был определяющим. Для никелевого сплава ЭИ437Б [4] и мартенситно-хромистой стали [3], усталостные свойства которых не зависят от частоты, по теории усталостного масштабно-структурного разрушения [5,6] построены области развития хрупкого микро-, мезо- и макроразрушения и кривая усталости по образованию макротрещины-лидера, получено удовлетворительное соответствие опытным данным. Если предельные состояния дефектов различных уровней [5,6] зависят от частоты, например, как для многих титановых сплавов, базовые характеристики

модели необходимо рассматривать как функции частоты нагружения.

1. Шанявский А.А., Солдатенков А.П. Масштабные уровни предела усталости металлов // Физическая мезомеханика. 2019. № 22(1). с. 44-53.

2. Mughrabi, H. On 'multi-stage' fatigue life diagrams and the relevant life-controlling mechanisms in ultrahigh-cycle fatigue // Fat. Fract. Eng. Mater. Struct. 2002. № 25. p.755-764.

3. Christ H. J.(Ed.) Fatigue of Materials at Very High Numbers of Loading Cycles. Springer: 2018. 627 p.

4. Доклады 2 и 3 Всесоюзных семинаров «Прочность материалов и элементов конструкций при звуковых и ультразвуковых частотах нагружения», Киев «Наукова Думка». 1980. 524 с., 1983. 348 с.

5. Завойчинская, Э.Б. О теории усталостного разрушения при сложном напряженном состоянии металлов с учетом структурных изменений //Вестник Моск. ун-та. Серия 1: Математика. Механика. 2019. № 2. с. 29–34.

6. Zavoychinskaya E.B. On the Theory of Scale Structural Fatigue of Metals at the Proportional Loading/ Journal of Physics. 2020. v. 1431. 012024-012032.

E.B. ZAVOYCHINSKAYA

Moscow State University named after M.V. Lomonosov

E-mail: elen@velesgroup.com

ON MULTI- AND GIGACYCLE FATIGUE OF METALS AND ALLOYS AT AXIAL LOADING

A large number of works in recent years [1-3] are devoted to the problem of safety operation of structures with long service life. In the foreign works the theoretical multi- and gigacycle fatigue curve at symmetric uniaxial loading is based on the H. Mughrabi's model [2] with the identification of two mechanisms of fatigue initiation: from microfailure on the sample surface with formation of stable slip bands and from the structure geometric concentrators in the body volume with the formation of fine-grained structure area "fish eye". In [1] there is considered the bifurcation fatigue curve with the area in which these mechanisms are realized with different probabilities, it is considered possible a fatigue curve break. Fatigue curve branches are described by different power functions of the failure amplitude and the cycle number. Analysis of experimental studies of high- and gigacycle fatigue of steels, nickel, aluminum and titanium alloys at different loading frequencies allows us to conclude that for materials whose the fatigue properties depend on frequency, these diagrams present different curves of the failure amplitude as a function of two variables: the number of cycles and the loading frequency (also the temperature as a third variable), namely, in the area of high-cycle fatigue - with one, as a rule, sonic frequency, in the area of gigacycle fatigue - with another, as a rule, ultrasonic frequency. In this case, both, namely, the first mechanism of viscous fracture,

and the second of the brittle failure take place at loading with any frequency, depending on the number of cycles. In the area of endurance of the investigated ductile materials [1-3], the viscous mechanism was basic. For the nickel alloy EI437B [4] and martensitic-chromium steel [3], whose fatigue properties don't depend on the frequency, according to the theory of scale structural fatigue [5,6], the areas of brittle micro-, meso- and macrofailure and fatigue curve on a leader macrocrack are determined, which satisfactorily agrees with the experimental data. If the failure of various level defects depends on frequency, for example, as for titanium alloys, the model basic characteristics [5,6] should be considered as a function of the frequency.

1. Shanyavsky A.A., Soldatenkov A.P. Scale levels of the fatigue limit of metals // Physical Mesomechanics. 2019. No. 22 (1). p.44-53.

2. Mughrabi, H. On 'multi-stage' fatigue life diagrams and the relevant life-controlling mechanisms in ultrahigh-cycle fatigue // Fat. Fract. Eng. Mater. Struct. 2002. № 25. p. 755-764.

3. Christ H. J.(Ed.) Fatigue of Materials at Very High Numbers of Loading Cycles. Springer: 2018. 627 p.

4. Reports of the 2nd and 3rd All-Union Seminars "Strength of materials and structural elements at sound and ultrasonic loading frequencies", Kiev "Naukova Dumka". 1980.524 p., 1983.348 p.

5. Zavoychinskaya, E.B. On the structural change theory of metal fatigue at complex stress state // Moscow University Mechanics Bulletin. (United States: Allerton Press Inc.). 2019. № 74 (2). p.36-40.

6. Zavoychinskaya E.B. On the Theory of Scale Structural Fatigue of Metals at the Proportional Loading/ Journal of Physics. 2020. v. 1431. 012024-012032.

Е.А. ЖАКАНБАЕВ, К.Б. САРСЕНБАЕВА
Институт ядерной физики МЭ РК, Алматы, Казахстан
E-mail: Kuralay1503@gmail.com

СТРУКТУРА И СВОЙСТВА СПЛАВА Hf-C-N ПОЛУЧЕННОГО МЕТОДОМ МАГНЕТРОННОГО ОСАЖДЕНИЯ

Сплавы на основе никелида титана (NiTi), за счет уникального комплекса физико-механических свойств –сверхэластичность, соблюдение закона запаздывания, эффект памяти формы, и д.р., достаточно широко используется в различных областях человеческой деятельности, в том числе и медицине [1].

Однако, высокая токсичность и канцерогенность никеля, входящего в состав сплавов с эффектом памяти формы, создает вероятность негативного воздействия материала на человеческий организм. Помимо этого, находясь в постоянном контакте с биологической жидкостью, которая является для данных сплавов агрессивной средой, на поверхности изделий из никелида титана протекают коррозионные процессы. Это способно привести к изменению химического состава поверхности, деградации физико-механических характеристик и нарушению функциональности изделий. Перспективным методом решения этой проблемы является синтезирование коррозионностойких металлических и керамических покрытий на поверхности изделий из NiTi. Наиболее эффективным способом создания подобных композитов, с учетом сохранения требуемых эксплуатационных характеристик, является технология магнетронного распыления.

В данной работе проведены исследования структуры и свойств сплавов Hf-C-N синтезированных методом магнетронного осаждения.

По результатам электронно-микроскопических исследований установлено что покрытия представляют собой мелкозернистую структуру со средним размером зерна от 30 до 40 нм и имеют равномерную плотность заполнения поверхности, крупных включений карбидов гафния и углерода зафиксировано не было, что подтверждает данные рентгеноструктурных исследований о наличии в покрытии монофазы Hf-C-N.

1. Petrini L., Migliavacca F. Biomedical Applications of Shape Memory Alloys // Journal of Metallurgy - 2011. - Vol. 2011. - P.1-15.

E.A. ZHAKANBAEV, K.B. SARSENBAYEVA
Institute of Nuclear Physics Ministry of Energy RK, Almaty, Kazakhstan
E-mail: Kuralay1503@gmail.com

STRUCTURE AND PROPERTIES OF Hf-C-N ALLOY PRODUCED BY MAGNETRON DEPOSITION

The alloys based on titanium nickelide (NiTi), due to unique complex of physical-mechanical properties such as superelasticity, observance of the retardation law, shape memory effect, etc. are widely used in various areas of human activity, including medicine [1].

However, high toxicity and carcinogenicity of nickel, which is part of the alloys with shape memory effect, creates possible negative impact of the material on the human body. In addition, being in constant contact with biological fluid, which is an aggressive environment for these alloys, the corrosion processes occur on the surface of titanium nickelide products. This can lead to a change in chemical composition of the surface, degradation of physical-mechanical characteristics and disturbance of the products functionality. The synthesis of corrosion-resistant metal and ceramic coatings on the surface of NiTi products is a promising method for solving this problem. The most effective way to produce such composites, taking into account the preservation of the required operational characteristics, is the technology of magnetron sputtering.

This paper provides the study of the structure and properties of Hf-C-N alloys synthesized by magnetron deposition.

According to the results of electron-microscopic studies, it was found that the coatings represent a fine-grained structure with the average grain size from 30 to 40 nm and have a uniform density of surface filling; no large inclusions of hafnium and carbon carbides were recorded, which confirms the data of X-ray diffraction studies on availability of the Hf-C-N monophase in the coating.

1. Petrini L., Migliavacca F. Biomedical Applications of Shape Memory Alloys // *Journal of Metallurgy* - 2011. - Vol. 2011. - P.1-15.

Е.Д. МЕРСОН¹, П.Н. МЯГКИХ¹, Г.В. КЛЕВЦОВ¹, Д.Л. МЕРСОН¹,
А.Ю. ВИНОГРАДОВ²

¹ *НИИ прогрессивных технологий, Тольяттинский государственный университет, г. Тольятти, Россия*

² *Норвежский технологический университет, г. Тронхейм, Норвегия*

E-mail: Mersoned@gmail.com

ВЛИЯНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ВОДОРОДА И СКОРОСТИ ДЕФОРМАЦИИ НА ОСОБЕННОСТИ ВОДОРОДНОГО ОХРУПЧИВАНИЯ УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОЙ НИЗКОУГЛЕРОДИСТОЙ СТАЛИ

Несмотря на то, что стали с ультрамелкозернистой (УМЗ) микроструктурой демонстрируют выдающиеся механические свойства, их устойчивость к воздействию окружающей среды и сопутствующим эффектам, например, к водородной хрупкости (ВХ), мало изучена. Основная цель настоящего исследования состояла в том, чтобы исследовать особенности ВХ низкоуглеродистой стали с УМЗ структурой, полученной методом равноканального углового прессования (РКУП). Образцы стали марки 09Г2С в исходном состоянии и после РКУП электролитически наводороживали при различных плотностях тока, а затем подвергали испытанию на растяжение при двух разных скоростях деформации. Концентрацию диффузионно-подвижного водорода в образцах до и после испытаний на растяжение анализировали методом горячей экстракции. Обнаружено, что после наводороживания образцы как с исходной, так с УМЗ структурой демонстрируют ВХ, степень которой растет с увеличением концентрации водорода и уменьшением скорости деформации. При одинаковых условиях наводороживания сталь, подвергнутая РКУП, поглощает значительно более высокую концентрацию водорода, чем та же сталь в исходном состоянии. При одной и той же концентрации водорода образцы после РКУП демонстрируют более сильную потерю пластичности по сравнению с образцами в исходном состоянии. Обнаружено, что поверхность разрушения образцов стали с УМЗ структурой является полностью хрупкой при всех концентрациях водорода и имеет смешанную морфологию скола / вязкого отрыва. Изломы образцов в исходном состоянии демонстрируют дефекты типа «рыбий глаз» с морфологией квазискола, окруженной классическим вязким ямочным рельефом. Сделан вывод о том, что сталь после РКУП с УМЗ структурой имеет более высокую восприимчивость к ВХ и более высокую способность поглощать водород по сравнению с той же сталью в исходном горячекатаном состоянии.

E. D. MERSON¹, P.N. MYAGKIKH¹, G.V. KLEVTSOV¹,
D. MERSON¹, A. VINOGRADOV¹

¹*Institute of Advanced Technologies, Togliatti State University,
Togliatti, Russian Federation*

²*Department of Mechanical and Industrial Engineering, Norwegian University
of Science and Technology – NTNU, Trondheim, Norway*

E-mail: Mersoned@gmail.com

EFFECT OF HYDROGEN CONCENTRATION AND STRAIN RATE ON THE HYDROGEN EMBRITTLEMENT FEATURES OF ULTRA-FINE GRAINED LOW CARBON STEEL

Although the steels with ultra-fine grain (UFG) microstructure demonstrate prominent mechanical properties, their resistance to the environmentally-induced effects such as hydrogen embrittlement (HE), has been just scarcely studied. The main aim of the present study was to investigate the HE features of the UFG low-carbon steel obtained by equal-channel angular pressing (ECAP). The specimens of both the ECAPed and the as-received steel grade 09G2S were cathodically hydrogen charged at different current densities and then subjected to tensile testing at two different strain rates. The diffusible hydrogen concentration in the specimens before and after tensile testing has been analyzed by the hot-extraction method. It is found that after hydrogen charging both the as-received and the ECAPed specimens demonstrate HE which extent increases with increasing hydrogen concentration and decreasing strain rate. The ECAPed steel occludes much higher hydrogen concentration than the as-received one at given charging conditions. At the same initial hydrogen concentration the ECAPed specimens demonstrate stronger hydrogen-induced ductility loss than their as-received counterparts. It is found that the fracture surface of the ECAPed specimens is completely brittle at all hydrogen concentrations studied and it has mixed tearing/cleavage morphology. The fracture surfaces of the as-received specimens demonstrate the fisheyes defects with quasi-cleavage topography surrounded by ductile dimpled relief. It is concluded that the ECAPed steel with the UFG microstructure has stronger susceptibility to the HE and higher hydrogen trapping capacity in comparison with its hot-rolled as-received counterpart.

В.П. БАГМУТОВ, И.Н. ЗАХАРОВ, В.И. ВОДОПЬЯНОВ,
Д.С. ДЕНИСЕВИЧ, М.Д. РОМАНЕНКО, А.А. СЕДОВ,
В.В. БАРИНОВ

ВолгГТУ, Волгоград, Россия

E-mail: romanenko.mihail2009@yandex.ru

ОСОБЕННОСТИ НЕРАВНОВЕСНОЙ СТРУКТУРЫ УГЛЕРОДИСТЫХ СТАЛЕЙ, СФОРМИРОВАННОЙ В ХОДЕ ВЫСОКОЭНЕРГЕТИЧЕСКОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ

В работе рассмотрены неравновесные структуры упрочненных слоев стали 45 и У8 после электромеханической обработки (ЭМО), отличающиеся когерентностью межфазных границ, специфической концентрационной неоднородностью структуры, высокой дисперсностью, значительными искажениями кристаллической решетки и др. параметрами.

В ходе высокоэнергетического термосилового воздействия, например при ЭМО, на поверхности металлических сплавов возникает высокопрочный слой, называемый «белый слой (БС)». Указанные воздействия, характеризующиеся высокими температурами (вплоть до плавления) и скоростями их изменения (10^5 - 10^6 °C/c), сопровождаются появлением специфических неравновесных структур БС. Особенности строения таких слоев для средне и высокоуглеродистых сталей в данной работе исследовались с помощью оптического, электронно-микроскопического анализа, рентгеноструктурного.

В результате металлографического анализа установлено, что на поверхности стальных образцов в результате ЭМО образуются треки и отдельные макрофрагменты неравновесной структуры, которая слабо поддается травлению и представляет собой ультрадисперсный или «бесструктурный» мартенсит (БМ). При электронной микроскопии область БМ наблюдается как сплошное поле, не имеющее кристаллического или иного строения, с отдельными «глобулярными» включениями, средний размер которых колеблется в пределах $2 \cdot 10^{-4}$ – 10^{-6} мм (рис. 1).

Рентгеноструктурный анализ показывает, что после ЭМО мартенсит БС характеризуется значительной тетрагональностью и высоким содержанием углерода по сравнению с мартенситом, полученным традиционной закалкой. На рентгенограмме высокоуглеродистой стали У8 после ЭМО, как и среднеуглеродистой стали также присутствуют интерференции оксидов железа Fe_3O_4 и Fe_2O_3 .

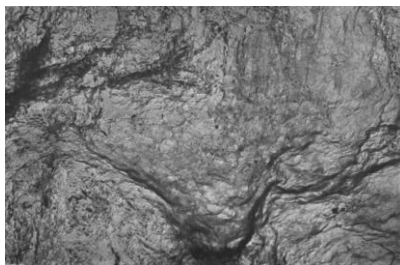


Рис. 1. Электронная микрофотография структуры БС (БМ), $\times 6200$

Линии рентгенограммы для образцов, упрочненных ЭМО, отличаются значительными уширениями (от 1,3 до 4,5 раз), не только в сравнении с отожженной сталью эталонного образца, но и по отношению к мартенситу печной закалки. Такое уширение связано с остаточными микродеформациями тонкой кристаллической структуры и с измельчением блоков мозаики (областей когерентного рассеяния) до 30–40 нм, что в 2,5 раза меньше по сравнению с мартенситом закалки) и возрастание (в 3 раза) микродеформаций в зоне термического влияния. При этом напряжения II рода достигают значительных величин (250–290 МПа). Установлена зависимость степени фрагментарности структуры от параметров ЭМО [1].

Таким образом, представленные экспериментальные данные указывают на отсутствие игольчатого строения БМ. Слабая травимость БМ (соответственно повышенная коррозионная стойкость), стабильность и высокая твердость связана с изменениями электронного строения и химических связей отдельных элементов в результате действия в зоне обработки экстремальных температур и давлений. Установление макро- и микроскопического термодинамического «квазиравновесия», которое в свою очередь за счет равенства химических потенциалов соседних фаз создает повышенный химический потенциальный барьер для диффузионных фазовых переходов, вызывающих деградацию и зарождение новых дислокаций.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 20-38-90295 Аспиранты).

Список литературы

1. Дудкина, Н.Г. Исследование структуры поверхностного слоя при электро-механическом упрочнении углеродистых сталей / Н.Г. Дудкина, В.Н. Арисова, И.Н. Захаров // Металлы. – 2003. – №1. – С. 78-83.

V.P. BAGMUTOV, I.N. ZAKHAROV, V.I. VODOPYANOV,
D.S. DENISEVICH, M.D. ROMANENKO, A.A. SEDOV,
V.V. BARINOV

VolgGTU, Volgograd, Russia

E-mail: romanenko.mihail2009@yandex.ru

FEATURES OF NON-EQUALIBLE STRUCTURE CARBON STEELS FORMED DURING HIGH ENERGY IMPACT

The paper considers non-equilibrium structures of hardened layers of steel GOST 45 and GOST Y8 after electromechanical treatment (EMT), characterized by coherence of interphase boundaries, specific concentration inhomogeneity of the structure, high dispersion, significant distortions of the crystal lattice, and other parameters.

In the course of high-energy thermo-force action, for example, during EMT, a high-strength layer, called "white layer (WL)", appears on the surface of metal alloys. These effects, characterized by high temperatures (up to melting) and rates of their change (10^5 - 10^6 °C/s), are accompanied by the appearance of specific non-equilibrium structures of WL. Features of the structure of such layers for medium and high carbon steels in this work were studied using optical, electron microscopic analysis, X-ray diffraction.

As a result of metallographic analysis, it was found that on the surface of steel samples as a result of EMT, tracks and separate macrofragments of a nonequilibrium structure are formed, which is weakly etched and is an ultradispersed or "structureless" martensite (SM). In electron microscopy, the SM region is observed as a continuous field that does not have a crystalline or other structure, with individual "globular" inclusions, the average size of which ranges from 2×10^{-4} - 10^{-6} mm (Fig. 1).

X-ray structural analysis shows that after EMT, WL martensite is characterized by significant tetragonality and a high carbon content in comparison with martensite obtained by traditional quenching. The X-ray diffraction pattern of high-carbon steel GOST Y8 after EMT, as well as medium-carbon steel, also shows the interference of iron oxides Fe_3O_4 and Fe_2O_3 .

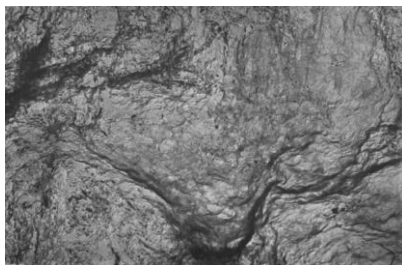


Figure 1. Electron micrograph of the WL (SM) structure, x6200

The lines of the X-ray diffraction pattern for the samples hardened by EMT are distinguished by significant broadening (from 1.3 to 4.5 times), not only in comparison with the annealed steel of the reference sample, but also in relation to the furnace hardened martensite. This broadening is associated with residual microdeformations of the fine crystal structure and with the refinement of mosaic blocks (coherent scattering regions) to 30–40 nm, which is 2.5 times less than in quenched martensite) and an increase (3 times) of microstrains in the heat affected zone. In this case, stresses of the second kind reach significant values (250–290 MPa). The dependence of the degree of fragmentation of the structure on the parameters of the EMO has been established [1].

Thus, the presented experimental data indicate the absence of a needle-like structure of SM. The low etchability of SM (correspondingly increased corrosion resistance), stability and high hardness are associated with changes in the electronic structure and chemical bonds of individual elements as a result of exposure to extreme temperatures and pressures in the processing zone. The establishment of macro- and microscopic thermodynamic "quasi-equilibrium", which in turn, due to the equality of the chemical potentials of neighboring phases, creates an increased chemical potential barrier for diffusion phase transitions that cause degradation and nucleation of new dislocations.

This work was financially supported by the RFBR (project No. 20-38-90295 Postgraduates).

List of references

1. Dudkina, N.G. Issledovanie struktury poverhnostnogo sloya pri elektromekhanicheskom uprochnenii uglerodistykh stalej / N.G. Dudkina, V.N. Arisova, I.N. Zakharov // *Metally*. – 2003. – №1. – С. 78-83.

РОМАН ВОСКОБОЙНИКОВ

*Национальный исследовательский ядерный университет МИФИ,
Москва 115409 Россия*

E-mail: roman.voskoboynikov@gmail.com

ЖАРОПРОЧНЫЕ НИКЕЛЕВЫЕ СПЛАВЫ ДЛЯ ИНЖЕНЕРНЫХ ПРИЛОЖЕНИЙ В АКТИВНОЙ ЗОНЕ ЭНЕРГЕТИЧЕСКИХ ЯДЕРНЫХ РЕАКТОРОВ ЧЕТВЕРТОГО ПОКОЛЕНИЯ

Наряду с экологической чистотой, безопасностью и надежностью, обеспечением нераспространения делящихся материалов и физической защитой, высокая экономическая эффективность по сравнению с альтернативными способами выработки электроэнергии/ технологического тепла является ключевой технической задачей создания ядерных энергетических систем поколения IV. С инженерной точки зрения повышение эффективности конверсионной энергетической установки в большинстве случаев означает повышение её рабочей температуры. Ожидаемый общий тепловой КПД энергетических реакторов IV поколения варьируется от ~ 43% до > 55%. Для создания таких реакторов необходимо использовать конструкционные материалы, способные выдерживать одновременное воздействие высоких температур, знакопеременных нагрузок, химически активных/ окислительных сред и нейтронного облучения без заметной деградации эксплуатационных свойств и сокращения срока службы. Благодаря своей исключительной стойкости к термической ползучести и сопротивлению коррозии, жаропрочные никелевые сплавы превосходят ферритно-мартенситные и аустенитные стали в экстремальных условиях эксплуатации и рассматриваются в качестве перспективных конструкционных материалов для изготовления элементов конструкций в половине из шести существующих дизайнов реакторов IV поколения.

Жаропрочные никелевые сплавы содержат значительное количество легирующих элементов, включая Fe, Cr, Al, Ti, Nb, Ta, Mo, W, Re и т.д., обеспечивая широкий выбор вариантов твердорастворного и дисперсионного упрочнения и контролируемого формирования микроструктуры. Во введении приводится краткое описание металлургии жаропрочных никелевых сплавов, основных фаз, методов изготовления и термомеханической обработки, распределения легирующих элементов, микроструктуры и механических свойств. Обзор посвящен обсуждению современных представлений о механизмах деградации жаропрочных никелевых сплавов в условиях эксплуатации в активной зоне высокотемпературных газовых реакторов, жидкосолевых реакторов и легководных реакторов со сверхкритическим давлением пара. Основное внимание уделяется химиче-

ской совместимости никелевых сплавов с теплоносителем, радиационному дефектообразованию, газообразованию и трансмутации Ni, изменениям микроструктуры, радиационному набуханию, упрочнению и охрупчиванию, ползучести под облучением и релаксации напряжений, коррозии и коррозионному растрескиванию под облучением.

ROMAN VOSKOBOINIKOV

National Research Nuclear University MEPhI, Moscow 115409 Russia

E-mail: roman.voskoboynikov@gmail.com

Ni-BASE REFRACTORY ALLOYS FOR IN-CORE GENERATION IV REACTOR APPLICATIONS

Alongside with environmental sustainability, safety and reliability, proliferation resistance and physical protection, a clear lifecycle cost advantage over alternative power/ process heat generation routes has been defined as a key technology goal for Generation IV nuclear power systems. From an engineering perspective, raising efficiency of an energy conversion device in most cases means increasing its operating temperature. Expected gross thermal efficiency of Generation IV nuclear power plants varies from ~43% up to >55%. In order to reach this objective, it is necessary to employ structural materials capable of withstanding simultaneous impact of heat fluxes, alternate loading, chemically active/ oxidation environment and neutron irradiation without noticeable degradation of service properties and reduction of design lifetime. Owing to their exceptional creep and corrosion resistance, Ni-base refractory alloys outperform ferritic-martensitic and austenitic steels in high temperature engineering applications and are considered as the main candidate structural materials for application in a half of the six existing Generation IV reactor designs.

Based upon nickel, Ni-base refractory alloys contain significant amounts of other elements including Fe, Cr, Al, Ti, Nb, Ta, Mo, W, Re *etc.* providing a broad range of possibilities for solid solution strengthening, precipitation hardening and microstructure tailoring. Physical metallurgy of Ni-base refractory alloys, major phases, fabrication and thermomechanical treatment, partitioning of alloying elements, microstructure and mechanical properties are briefly described in the introduction. The review is centred on the current understanding of the governing degradation mechanisms of candidate Ni-base refractory alloys for Generation IV high temperature gas reactors, molten salt reactors and supercritical water-cooled reactors under the desired operating conditions. It is focussed on the chemical compatibility of Ni-base alloys with coolants, radiation damage, gas production and nuclear transmutation of Ni, microstructure evolution, swelling, radiation hardening and embrittlement, irradiation creep and stress relaxation, corrosion and ion assisted stress corrosion cracking.

АТОМНО-ЗОНДОВАЯ ТОМОГРАФИЯ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ХИМИЧЕСКИХ ЭЛЕМЕНТОВ В НАНОСТРУКТУРАХ МАТЕРИАЛОВ

В настоящее время наиболее перспективные разрабатываемые материалы и системы имеют особенности структуры на уровне размеров в несколько нанометров. Продвижение этих разработок в значительной мере сопряжено с развитием методик, позволяющих контролировать состояние материалов на этих масштабах. Наиболее сложной проблемой является одновременная характеристика пространственных особенностей и химического состава на масштабах близких к атомным. Именно в этой области размеров наиболее совершенной методикой является атомно-зондовая томография (АЗТ) [1]. Английское название этой методики: atom probe tomography (APT). АЗТ включает в себя проекционный микроскоп (аналогичный автоионному микроскопу) и времяпролетный масс-спектрометр. Принцип проекционного микроскопа, использующийся в данном приборе, основан на по-атомном испарении образцов-игл с радиусом при вершине примерно 50 нм, что позволяет достичь полей, необходимых для испарения атомов с поверхности при положительном напряжении на образце менее 10 кВ. Напряжение на образце поддерживается на уровне, недостаточном для самопроизвольного испарения. Контролируемое испарение для реализации времяпролетной масс-спектрометрии атомов достигается за счет приложения импульсного воздействия – кратковременного увеличения потенциала на образце или воздействия лазерным импульсом. Испаренные атомы поочередно летят на позиционно-чувствительный детектор, и по координатам прилета на детектор и по времени их пролета можно восстановить распределение элементов в образце и их химическую природу.

Длительное время основным направлением развития этой методики было использование импульсного электрического испарения атомов на поверхности образца-иглы. Существенным ограничением этого направления является невозможность его применения для анализа полупроводников и диэлектриков, а также ограничения в применении к исследованию металлов из-за образования оксидной пленки на образцах при их приготовлении и последующей загрузке в вакуумную камеру томографа. Применение лазерного испарения в атомно-зондовой томографии началось только с появлением лазерных систем с длительностью импульса менее

наносекунды, способных с высокой точностью сохранять параметры пучка в течении длительного времени [2]. Активация процесса полевого испарения с помощью лазера производится через возбуждение импульсом лазера электронной подсистемы поверхностного слоя и последующей передачи энергии атомам поверхности.

Несмотря на интенсивное распространение АЗТ в мире, в России эти исследования были сосредоточены в ИТЭФ, где с 2003 года эксплуатируется энерго-компенсированный оптический томографический атомный зонд ЕСОТАР (CAMECA), использующий электрическое испарение, позиционно-чувствительный детектор на основе оптической камеры и рефлектрон (для компенсации энергии вылетающих с запаздыванием ионов и улучшения разрешения по массе). В 2015 г. в ИТЭФ был разработан и запущен атомно-зондовый томограф с фемтосекундным лазерным испарением ПАЗЛ-3D [3,4].

Целью настоящей работы является демонстрация возможностей атомно-зондовой томографии, уже реализованных в настоящее время в ИТЭФ [5-13], в том числе на АЗТ с лазерным испарением [14, 15].

В работе демонстрируются применения атомно-зондовой томографии для анализа высокоэнтропийного сплава AlCoCrFeNi, где были обнаружены две фазы, одна из которых обогащена Fe и Cr, а другая Ni и Al [16]. Показано, что фаза Fe-Cr имеет сотовую структуру, содержащую частицы Co с характерным размером порядка 10 нм. Обогащение границ сот атомами Fe и Cr достигает 50 ат. %. В свою очередь фаза Al-Ni обогащена каждым из данных элементов до 30 ат. % и содержит в себе наноразмерные выделения атомов Fe и Cr. Объемная плотность этих кластеров составляет $5 \times 10^{22} \text{ см}^{-3}$.

АЗТ анализ заготовок дисков для газотурбинных двигателей из гранулируемого жаропрочного никелевого сплава BV751П показывает [17], что в материале содержатся частицы γ - и γ' -фаз размером от 10 до 70 нм. Внутри частиц γ' -фазы, обнаружены однородно распределённые равноосные скопления γ -стабилизирующих элементов размером 1-4 нм и уплощённые скопления того же размера и химического состава, выстроенные в строчки.

Также в работе продемонстрирован ряд других примеров анализа распределения атомов химических элементов в наноразмерных особенностях материалов: наноразмерных оксидных включений в ДУО сталях, атмосфер Коттрелла в облученных ферритно-мартенситных сталях, зон Гинье-Престона в сплавах алюминия и др.

1. M.K Miller. Atom Probe Tomography. New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2000, 239 p.

2. B. Gault et al. Atom Probe Microscopy. Springer Series in Materials Science, 2012, V. 160, 396 p.

3 С.В. Рогожкин, А.А. Алеев, А.А. Лукьянчук, и др., Прототип атомного зонда с лазерным испарением, Приборы и техника эксперимента, 2017, №3, С. 129-134.

4. О.А. Разницын, А.А. Лукьянчук, А.С. Шутлов, и др., Оптимизация параметров анализа материалов методами атомно-зондовой томографии с лазерным испарением атомов // Масс-спектрометрия. 2017. Т. 14, № 1. С. 33-39.

5. С.В. Рогожкин, А.А. Никитин, А.А. Алеев, и др., Исследование тонкой структуры материала сварного шва с высоким содержанием фосфора корпуса реактора ВВЭР-440 после облучения, отжига и повторного облучения. Ядерная физика и инжиниринг, 2013, Т. 4, №1, С. 73-82

6. С.В. Рогожкин, Н.А. Искандаров, А.А. Алеев, и др., Исследование наномасштабного состояния ферритно-мартенситной стали ЭК-181 после различных термических обработок, Перспективные материалы, 2011, № 5, С. 29 - 36.

7. С.В. Рогожкин, А.А. Богачев, Д.И. Кириллов, и др., Влияние легирования титаном на микроструктуру дисперсно-упрочненной оксидами 13.5% хромистой стали. Физика металлов и металловедение, 2014, том 115, № 12, с. 1328-1335.

8. S.V. Rogozhkin, A.A. Aleev, A.G. Zaluzhnyi, et al, Atom probe characterization of nano-scaled features in irradiated ODS Eurofer steel, Journal of Nuclear Materials, 409 (2011) 94–99.

9. С.В. Рогожкин, А.А. Алеев, А.Г. Залужный, и др., Влияние тяжелоионного облучения на наноструктуру перспективных материалов ядерных энергетических установок. Физика металлов и металловедение, 2012, Т. 113, № 2, С. 212-224.

10. С.В. Рогожкин, Н.Н. Орлов, А.А. Алеев, и др. Перестройка наноструктуры стали ODS Eurofer после облучения до дозы 32 сна. Физика металлов и металловедение 2015, Т. 116, №1, С. 76-82.

11. С.В. Рогожкин, О.А. Корчуганова, А.А. Алеев, Кинетика зарождения α' фазы при термическом старении сплава Fe-22%Cr, Перспективные материалы, 2015, № 12, С. 34-39.

12. S. Rogozhkin, A. Bogachev, O. Korchuganova, et al. Nanostructure evolution in ODS steels under ion irradiation. Nuclear Materials and Energy, 2016, V. 9, P. 66-74

13. S. Rogozhkin, A. Nikitin, N. Orlov, et al. Evolution of microstructure in advanced ferritic-martensitic steels under irradiation: the origin of low temperature radiation embrittlement, MRS Advances, Volume 2, Issue 21-22 (Energy and Sustainability) 2017, V. 2, pp. 1143-1155.

14. С.В.Рогожкин, А.А. Никитин, Н.Н. Орлов, и др., Микроструктура титанового сплава Ti-5Al-4V-2Zr в исходном состоянии и после облучения ионами титана. Перспективные материалы, 2016, №12, с. 5-15.

15. С.В. Рогожкин, А. А. Лукьянчук, О. А. Разницын, и др., Томографический атомно-зондовый анализ материалов с применением фемтосекундного лазерного испарения. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2018, № 5, с. 47-55.

16. С.В. Рогожкин, Л.Б. Бер, А.А. Никитин, и др., Исследование гранулируемого жаропрочного никелевого сплава методом атомно-зондовой томографии, Физика металлов и металловедение, 2020, том 121, № 1, с. 60–71.

S.V. ROGOZHKIN^{1,2}

¹*National Research Nuclear University “MEPhI”, Moscow, Russia*

²*Institute for Theoretical and Experimental Physics named by A.I. Alikhanov of
National Research Centre «Kurchatov Institute», Moscow, Russia*

E-mail: SVRogozhkin@mephi.ru; Sergey.Rogozhkin@itep.ru

ATOM PROBE TOMOGRAPHY OF THE DISTRIBUTION OF CHEMICAL ELEMENTS IN THE NANOSTRUCTURES OF MATERIALS

At present, the most promising materials and systems under development have structural features at the size level of several nanometers. The advancement of these developments is largely associated with the development of techniques that allow monitoring of materials at these scales. The most difficult problem is the simultaneous characterization of spatial features and chemical composition on scales close to atomic. It is in this scale the most perfect technique is atom probe tomography (APT) [1]. APT includes a projection microscope (similar to a field ion microscope) and a time-of-flight mass spectrometer. The principle of the projection microscope used in this device is based on the atom evaporation of needle-shape samples with a tip radius of about 50 nm, which makes it possible to achieve the fields required for the evaporation of atoms from the surface at a positive voltage on the sample of less than 10 kV. The voltage on the sample is maintained at a level insufficient for spontaneous evaporation. Controlled evaporation for the implementation of time-of-flight mass spectrometry of atoms is achieved by applying a pulsed action - a short-term increase in the potential on the sample or exposure to a laser pulse. The evaporated atoms alternately fly to the position-sensitive detector, and the distribution of elements in the sample and their chemical nature can be reconstructed from the coordinates of arrival at the detector and from the time of their flight.

For a long time, the main direction in the development of this technique was the use of pulsed electric evaporation of atoms on the surface of APT sample. A significant limitation of this direction is the impossibility of its application for the analysis of semiconductors and dielectrics, as well as limitations in its application to the study of metals due to the formation of an oxide film on the samples during their preparation and subsequent loading into the APT vacuum chamber. The use of laser evaporation in atom probe tomography began only with the advent of laser systems with a pulse duration of less than a nanosecond, capable of maintaining the beam parameters with high accuracy for a long time [2]. The activation of the process of field evaporation a laser is carried out

through the excitation of the electron subsystem of the surface layer by a laser pulse and the subsequent transfer of energy to the surface atoms.

Despite the intensive spread of APT in the world, in Russia these studies were concentrated at ITEP, where the energy-compensated optical tomographic atom probe ECOTAP (CAMECA) has been in operation since 2003, which uses electric evaporation, a position-sensitive detector based on an optical camera and a reflectron (for compensation of the energy of delayed ions and improvement of the mass resolution). In 2015, a APPLE-3D atomic probe tomograph with femtosecond laser evaporation was developed and launched at ITEP [3,4].

The aim of this work is to demonstrate the capabilities of atom probe tomography, which have already been implemented at the ITEP [5-13], including on APT with laser evaporation [14, 15].

The work demonstrates the application of atom probe tomography for the analysis of the high-entropy alloy AlCoCrFeNi, where two phases were found, one of which is enriched in Fe and Cr, and the other in Ni and Al [16]. It was shown that the Fe-Cr phase has a honeycomb structure containing Co particles with a characteristic size of about 10 nm. The enrichment of honeycomb boundaries with Fe and Cr atoms reaches 50 at. %. In turn, the Al-Ni phase is enriched with each of these elements up to 30 at. %, and contains nanoscale precipitates of Fe and Cr atoms. The number density of these clusters is $5 \times 10^{22} \text{ cm}^{-3}$.

APT analysis of blanks of disks for gas turbine engines made of granulated high-temperature nickel alloy BB751P shows [17] that the material contains particles of γ - and γ' -phases ranging in size from 10 to 70 nm. Inside the particles of the γ' -phase, uniformly distributed equiaxed pre-precipitates of γ -stabilizing elements 1-4 nm in size and flattened clusters of the same size and chemical composition, arranged in lines, were found.

The work also demonstrates a number of other examples of the analysis of the distribution of atoms of chemical elements in the nanoscale features of materials: nanosized oxide inclusions in ODS steels, Cottrell atmospheres in irradiated ferritic-martensitic steels, Guinier-Preston zones in aluminum alloys, etc.

1. M.K Miller. Atom Probe Tomography. New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2000, 239 p.

2. B. Gault et al. Atom Probe Microscopy. Springer Series in Materials Science, 2012, V. 160, 396 p.

3. S.V. Rogozhkin, A.A. Aleev, A.A. Lukyanchuk, et al, Atom probe tomography prototype with laser evaporation, Instruments and Experimental Techniques, 2017, Vol. 60, No. 3, pp. 428–433.

4. O.A. Raznitsyn, A.A. Lukyanchuk, A.S. Shutov, et al, Optimization of Material Analysis Conditions for Laser-Assisted Atom Probe Tomography Characterization, Journal of Analytical Chemistry, 2017, Vol. 72, No. 14, pp. 1404–1410.

5. S.V. Rogozhkin, A.A. Nikitin, A.A. Aleev, et al, Study of the fine structure of a

phosphor-enriched material of weld joints of the case of a VVER-440 reactor after irradiation, annealing, and repeated irradiation. Nuclear physics and engineering, 2013, Vol. 4, №1, pp. 73-82 (in Russian).

6. S.V. Rogozhkin, A.A. Aleev, A.G. Zaluzhnyi, et al, Nanoscale study of ferritic-martensitic steel Rusfer EK-181 after various thermal treatments, Inorganic Materials: Applied Research, 2012, Vol. 3, No. 2, pp. 129–134.

7. S.V. Rogozhkin, A.A. Bogachev, D.I. Kirillov, et al, Effect of alloying with titanium on the microstructure of an oxide dispersion strengthened 13.5% Cr steel, The Physics of Metals and Metallography, 2014, Vol. 115, No. 12, pp. 1259–1266.

8. S.V. Rogozhkin, A.A. Aleev, A.G. Zaluzhnyi, et al, Atom probe characterization of nano-scaled features in irradiated ODS Eurofer steel, Journal of Nuclear Materials, 409 (2011) 94–99.

9. S.V. Rogozhkin, A.A. Aleev, A.G. Zaluzhnyi, et al, Effect of irradiation by heavy ions on the nanostructure of perspective materials for nuclear power plants, The Physics of Metals and Metallography, 2012, Vol. 113, No. 2, pp. 200–211.

10. S.V. Rogozhkin, N.N. Orlov, A.A. Aleev, et al. Nanostructure evolution in ODS Eurofer steel under irradiation up to 32 dpa. The Physics of Metals and Metallography, 2015, V. 116, 1, pp. 72-78.

11. S.V. Rogozhkin, O.A. Korchuganova, A.A. Aleev, Kinetics of α' phase nucleation during thermal ageing of Fe – 22 % Cr alloy. Inorganic Materials: Applied Research, 2016, Vol. 7, No. 2, pp. 210–213.

12. S. Rogozhkin, A. Bogachev, O. Korchuganova, et al. Nanostructure evolution in ODS steels under ion irradiation. Nuclear Materials and Energy, 2016, V. 9, P. 66-74

13. S. Rogozhkin, A. Nikitin, N. Orlov, et al. Evolution of microstructure in advanced ferritic-martensitic steels under irradiation: the origin of low temperature radiation embrittlement, MRS Advances, Volume 2, Issue 21-22 (Energy and Sustainability) 2017, V. 2, pp. 1143-1155.

14. S.V. Rogozhkin, A.A. Nikitin, N.N. Orlov, et al, Microstructure of Ti–5Al–4V–2Zr alloy in the initial condition and after irradiation with titanium Ions, Inorganic Materials: Applied Research, 2017, Vol. 8, No. 2, p. 279–285.

15. S.V. Rogozhkin, A.A. Lukyanchuk, O.A. Raznitsyn, et al, Atom Probe Tomography Analysis of Materials using Femtosecond-Laser Assisted Evaporation. Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques, 2018, Vol. 12, No. 3, pp. 452–459.

16. S.V. Rogozhkin, L.B. Ber, A.A. Nikitin, et al, Atom Probe Tomography of the VV751P Nickel-Based Superalloy, Physics of Metals and Metallography, 2020, Vol. 121, No. 1, pp. 53–64.

В.В. УГЛОВ^{1,2}, К. ДЗИН², С.В. ЗЛОЦКИЙ¹, И.В. САФРОНОВ¹

¹Белорусский государственный университет, Минск, Беларусь

²НИЯУ МИФИ, Москва, Россия

³Пекинский технологический институт, Пекин, Китай

E-mail: Uglov@bsu.by

СТРУКТУРНО-ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ ВЫСОКОЭНТРОПИЙНОЙ СИСТЕМЫ Ni-Co-Fe-Cr-Mn, ОБЛУЧЕННОЙ ИОНАМИ

В настоящее время однофазные высокоэнтروпийные сплавы (ВЭА), состоящие из нескольких элементов с высокой концентрацией или близких к эквиаtomному составу, привлекают большое внимание из-за возможности уникальных комбинаций и эффекта сочетаемости различных свойств многокомпонентных сплавов [1-2]. Многочисленные исследования показали, что ВЭС обладают уникальным компромиссом между прочностью и пластичностью, усталостными свойствами и ползучестью, а также устойчивостью к износу, коррозии и облучению [3-4].

Высокоэнтропийные сплавы NiCoFeCrMn и NiCoFeCr были синтезированы с использованием металлов высокой чистоты ($> 99,9\%$) путем дуговой плавки и капельного литья в медные формы и последующей гомогенизацией при 1200°C в течение 24 часов [5]. В качестве эталонного образца также был синтезирован Ni.

Облучение высокоэнтропийных сплавов и Ni проводилось низкоэнергетическими ионами гелия (40 кэВ), высокоэнергетическими ионами криптона (145 МэВ) и последовательным облучением ионами He и Kr на ускорителе тяжелых ионов ДЦ-60 (Институт ядерной физики, Астана, Казахстан). Облучения ионами гелия проводились при флюенсах $3 \cdot 10^{17}$ и $5 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$, а ионами криптона при флюенсах $1 \cdot 10^{12}$ и $1 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$. Температура облучения не превышала 300 К.

Структура, элементный и фазовый состав исходных и облученных образцов исследовалась методами сканирующей электронной микроскопии, рентгеноспектрального микроанализа и рентгеноструктурного анализа.

Анализ фазового состава необлученных образцов показал, что сплавы представляют собой однофазные твердые растворы с гранецентрированной кубической решеткой. Уровень растягивающих напряжений составляет 0,90 и 0,64 ГПа для сплавов NiCoFeCr и NiCoFeCrMn, соответственно. Состав синтезированных сплавов эквимоларный. Полученные сплавы крупнозернистые. Размер зерен в них составляет 100-300 мкм.

Обнаружено, что облучение низкоэнергетическими ионами He (максимальная концентрация имплантированного гелия – 40-43 ат.%, флюенс $3 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$) или высокоэнергетическими ионами Kr (повреждающая доза –

0,52-0,59 сна, флюенс $1 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$) не приводит к радиационной эрозии поверхности высокоэнтропийных сплавов. Не выявлено формирование блистеров. При этом в образце-спутнике (Ni) уже при максимальной концентрации имплантированного гелия 23,9 ат.% (флюенс $3 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$) образуются блистеры диаметром 5-7 мкм. Подавление блистерообразования в ВЭСах может быть связано, во-первых, с отсутствием выделенной миграции междоузлий и их кластеров [6], которая характерна для Ni, а во-вторых в достижении перекрытия диапазонов энергии миграции между внедренными атомами и вакансиями [7], что повышает рекомбинацию и подавляет образование дефектных кластеров. Химически неупорядоченное расположение атомов металлов с различными радиусами в решетке твердого раствора обеспечивает значительные локальные искажения, которые влияют на миграцию радиационных дефектов.

Более того, проведенный эксперимент по облучению высокоэнтропийных сплавов, содержащих имплантированный гелий с максимальной концентрацией 40-43 ат.%, высокоэнергетическими ионами Kг показал высокую стойкость поверхности сплавов к радиационной эрозии, а также стабильность твердого раствора ВЭСов при радиационных повреждениях до 0,52-0,59 сна.

В данной статье обсуждается структурно-фазовая стабильность облученных высокоэнтропийных сплавов и влияние состава на повышение радиационной стойкости НЕАов.

Работа выполнена в рамках проекта БРФФИ № T20ПТИ-009 (BITBLR2020019).

1. B. Cantor, I.T.H. Chang, P. Knight et al. // Mater Sci Eng A. 375–377 (2004) 213–218.
2. J.W. Yeh, S.K. Chen, S.J. Lin et al. // Adv Eng Mater. 6 (2004) 299–303.
3. M.-H. Tsai, J.-W. Yeh // Mater. Res. Lett. 2 (2014) 107-123.
4. D.B. Miracle, O.N. Senkov // Acta Materialia 122 (2017) 448 -511.
5. F. Otto, Y. Yang et al. // Acta Mater. 61 (2013) 2628-2638.
6. T. Yang, C. Li et al. // J. Mater. Res. 33,19 (2018) 3077-3091.
7. Sh. Zhao, T. Egami et al. // Phys. Rev. Materials 2 (2018) 013602.

V.V. UGLOV^{1,2}, K. JIN², S.V. ZLOTSKI¹, I.V. SAFONOV¹

¹*Belarusian state university, Minsk, Belarus*

²*NRNU MRPhI, Moscow, Russia*

³*Beijing Institute of Technology, Beijing, China*

E-mail: Uglov@bsu.by

STRUCTURAL-PHASE STATE OF A HIGH-ENTROPY SYSTEM Ni-Co-Fe-Cr-Mn IRRADIATED WITH IONS

Currently, single-phase high-entropy alloys (HEAs), consisting of several elements with high concentrations or close to equiatomic composition, are attracting much attention due to the possibility of unique combinations and the cocktail effects of various properties of multicomponent alloys [1-2]. Numerous studies have shown that HEAs have outstanding strength-ductility trade off, fatigue and creep properties, as well as the resistance to wear, corrosion, and irradiation [3-4].

NiCoFeCrMn and NiCoFeCr high-entropy alloys were synthesized using high-purity elemental metals (>99.9%) by arc melting and drop casting into copper molds followed by homogenization at 1200 °C for 24 hours [5]. Ni samples were also prepared as a reference.

High-entropy alloys and Ni were irradiated with low-energy helium ions (40 keV), high-energy krypton ions (145 MeV), and sequential irradiation with He and Kr ions at a DC-60 heavy ion accelerator (Institute of Nuclear Physics, Astana, Kazakhstan). The helium ion irradiations were carried out at fluences of $3 \cdot 10^{17}$ and $5 \cdot 10^{17}$ cm⁻², and the krypton ion irradiations were performed at fluences of $1 \cdot 10^{12}$ and $1 \cdot 10^{14}$ cm⁻². The irradiation temperature was controlled under 300 K.

The structure, elemental and phase composition of the initial and irradiated samples were investigated by scanning electron microscopy, X-ray spectral microanalysis, and X-ray structural analysis.

The analyses of phase composition on the unirradiated samples showed that the alloys are all single-phase solid solutions with a face-centered cubic lattice. The tensile stresses are 0.90 and 0.64 GPa for NiCoFeCr and NiCoFeCrMn alloys, respectively. The resulting alloys are coarse-grained. The grain size is 100-300 microns.

It was found that irradiation with low-energy He ions (maximum concentration of implanted helium of 40-43 at.%, at a fluence of $3 \cdot 10^{17}$ cm⁻²) or high-energy Kr ions (radiation damage of 0.52-0.59 dpa, at a fluence of $1 \cdot 10^{14}$ cm⁻²) does not lead to radiation erosion of the surface of high-entropy alloys. No blister formation was detected. At the same time, blisters 5-7 μm in diameter are formed in the satellite sample (Ni) even at a maximum of implanted helium concentration of 23.9 at.% (fluence of $3 \cdot 10^{17}$ cm⁻²). Blisters with a diameter of

6-10 microns are formed mainly along the grain boundaries as for krypton ions irradiation (maximum radiation damage - 0.59 dpa). The suppression of blister formation in HEAs is associated, firstly, with the absence of preferential migration of interstitials and their clusters [6], unlike what's going on for Ni, and, secondly, with the overlap of migration energy between interstitials and vacancies [7], which enhances the recombination and suppresses the formation of defective clusters. The chemically disordered arrangement of metal atoms with different radii in the lattice of a solid solution provides significant local distortion that affects the migration of radiation defects.

Furthermore, the conducted experiments on the irradiation of high-entropy alloys containing implanted helium with a maximum concentration of 40-43 at.% with high-energy Kr ions showed a high resistance of the alloy surface to radiation erosion, as well as the stability of a solid solution of HEAs with radiation damage up to 0.52-0.59 dpa.

This paper discusses the structural-phase stability of irradiated high-entropy alloys and the impact of high compositional complexity on increasing radiation resistance of HEAs.

The work was carried out within the framework of the BRFFR project № T20BIT-009 (BITBLR2020019).

1. B. Cantor, I.T.H. Chang, P. Knight et al. // Mater Sci Eng A. 375–377 (2004) 213–218.
2. J.W. Yeh, S.K. Chen, S.J. Lin et al. // Adv Eng Mater. 6 (2004) 299–303.
3. M.-H. Tsai, J.-W. Yeh // Mater. Res. Lett. 2 (2014) 107-123.
4. D.B. Miracle, O.N. Senkov // Acta Materialia 122 (2017) 448 -511.
5. F. Otto, Y. Yang et al. // Acta Mater. 61 (2013) 2628-2638.
6. T. Yang, C. Li et al. // J. Mater. Res. 33, 19 (2018) 3077-3091.
7. Sh. Zhao, T. Egami et al. // Phys. Rev. Materials 2 (2018) 013602.

Б.А. КАЛИН¹, М.С. СТАЛЬЦОВ¹, И.И. ЧЕРНОВ¹, А.С. ДИКОВ²,
И.А. ИВАНОВ², П.Б. ЛАГОВ³, С.Н. КОРШУНОВ⁴

¹Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,

²Институт ядерной физики РК; ³Национальный

исследовательский технологический университет «МИСиС»;

⁴НИЦ «Курчатовский институт»

E-mail: i_chernov@mail.ru

РАДИАЦИОННЫЕ ЭФФЕКТЫ В МЕТАЛЛАХ И СПЛАВАХ, ВЫЗВАННЫЕ ОБЛУЧЕНИЕМ ВЫСОКОЭНЕРГЕТИЧЕСКИМИ ТЯЖЕЛЫМИ ИОНАМИ

В работах с использованием имитационных экспериментов часто основной целью является изучение закономерностей развития вакансионной пористости различных конструкционных материалов применительно к использованию их в реакторах на быстрых нейтронах (а возможно и в реакторах синтеза вследствие отсутствия в настоящее время установок термоядерного синтеза). Изучение других макроэффектов, таких как радиационно-ускоренная ползучесть, радиационное упрочнение и охрупчивание, влияние облучения на коррозионное поведение и водородное охрупчивание материалов в имитационных экспериментах практически невозможно из-за кратковременности облучения и вызванной этим высокой скоростью набора дозы и т.д.

В настоящей работе рассмотрены эффекты, наблюдаемые в имитационных экспериментах при облучения тяжелыми ионами до высоких повреждающих доз, которые имеют место за относительно короткие времена – от десятков до нескольких сотен часов. Это сегрегационные явления на поверхности и в объеме облучаемого материала, изменение элементного и фазового состава облучаемых материалов, динамическая полигонизация, радиационное распухание облучаемого материала, в том числе в присутствии газовых примесей – гелия и водорода.

В работе приведены, в основном, экспериментальные данные, полученные авторами в разные годы.

Показано, что облучение аустенитной стали X18H10T высокоэнергетическими ионами железа и никеля вызывает травление границ зерен на поверхности мишени при одновременном обеднении их хромом и кислородом, обогащении никелем, марганцем и некоторыми другими элементами. В зоне (в слое) интенсивного радиационного воздействия перераспределение элементов наблюдается и в глубине облучаемых образцов в локальных объемах, а именно – сегрегация никеля на неких структурных дефектах и обеднение этих же областей хромом и железом. Обнаружена

радиационно-стимулированная диссоциация первичных карбидов (карбонитридов) титана. На границах зерен и двойников обнаружены прослойки, богатые хромом и обедненные железом и никелем. Они идентифицированы как α' -фаза, образовавшаяся под облучением.

Протекание динамической полигонизации установлено в ванадии с исходным размером зерен в десятки микрометров: после облучения высокоэнергетическими ионами никеля зерна в зоне радиационного воздействия составили всего 50–150 нм в диаметре. При этом обнаружено, что экспериментально установленный максимум внедренного никеля находится на глубине 2,6 мкм, что значительно меньше, чем дают расчеты по программе SRIM (2,9 мкм). Соответственно, реальное распределение радиационных вакансий по глубине облучаемых мишеней должно быть ближе к поверхности в отличие от расчетного.

При изучении распределения вакансионной пористости вдоль траектории пробега внедренных ионов установлено, что в случае облучения стали ионами железа наблюдается двугорбое распухание по глубине мишени, причем «провал» распухания находится на глубине максимума концентрации ионно-внедренных атомов железа (с учетом разницы глубин максимумов реального распределения имплантированных атомов от расчетного по программе SRIM распределения). В случае имплантации в ванадий малорастворимого никеля максимум распухания наблюдается на глубине максимального радиационного повреждения структуры, а внедренный никель выпадает в твердом растворе в виде кластеров, а возможно – в виде мелкодисперсных частиц интерметаллидной NiV_3 фазы. На основе результатов собственных исследований и результатов исследований других научных групп сделан вывод о том, что для формирования вакансионной пористости в зоне максимального повреждения структуры следует выбирать такой тип ионов, атомы которых не растворимы или малорастворимы в твердом состоянии в материале облучаемой мишени.

B.A. KALIN¹, I.I. CHERNOV¹, M.S. STALTSOV¹, A.S. DIKOV²,
I.A. IVANOV², P.B. LAGOV³, S.N. KORSHUNOV⁴
¹*National Research Nuclear University "MEPhI";* ²*Institute of Nuclear Physics
of the Kazakhstan Republic;*
³*National Research Technological University "MISiS";* ⁴*National Research
Center "Kurchatov Institute"*
E-mail: i_chernov@mail.ru

RADIATION EFFECTS IN METALS AND ALLOYS CAUSED BY HIGH-ENERGY HEAVY IONS IRRADIATION

The main goal is often to study the regularities of vacancy porosity development in various structural materials for fast neutron reactors (possibly, in materials for fusion reactors due to the lack of fusion installations at present) in researches using simulation experiments. In simulation experiments, it is impossible practically to study the macro effects, such as radiation-induced creep, radiation hardening and embrittlement, the effect of irradiation on corrosion behavior and hydrogen embrittlement etc. of materials due to the short time of the irradiation and high dose rate.

In this work, we consider the effects observed in simulation experiments under irradiation by heavy ions to high damaging doses which take place in relatively short times from tens to several hundred hours of irradiation. These are segregation phenomena on the surface and in volume of irradiated material, changes in elemental and phase composition of the irradiated materials, dynamic polygonization, radiation swelling of the irradiated materials including in the presence of gaseous impurities, namely, helium and hydrogen.

The work presents the experimental data obtained by the authors in different years mainly.

It is shown that irradiation of austenitic steel 18Cr10NiTi by high-energy iron and nickel ions causes etching of grain boundaries on the target surface with their simultaneous depletion in chromium and oxygen, enrichment in nickel, manganese and some other elements. As on the surface, the redistribution of elements was observed in the depth of the irradiated samples in local volumes, namely, the segregation of nickel on some structural defects and the depletion of these regions by chromium and iron in the zone (in the layer) of intense radiation exposure. The radiation-stimulated dissociation of primary titanium carbides (carbonitrides) was discovered. Enriched by chromium and depleted in iron and nickel interlayers were found at the boundaries of grains and twins. They are identified as the α' -phase formed under irradiation.

The dynamic polygonization has been established in vanadium irradiated by high-energy nickel ions. Namely, the grain size in the radiation-affected zone has decreased to 50–150 nm after irradiation compared with tens micrometers

of grain size of initial samples. At the same time, it was found that the experimentally established maximum of injected nickel is at a depth of 2.6 μm , which is much less than the calculations using the SRIM program (2.9 μm) depth. Accordingly, the real distribution of radiation vacancies over the depth of the irradiated targets should be closer to the surface, in contrast to the calculated one.

When studying the vacancy porosity distribution along the path of the implanted ions, it was found that in the case of irradiation of steel by iron ions, a double-peaked swelling is observed along the target depth. Swelling “dip” is at the depth of the maximum concentration of ion-implanted iron atoms (taking into account the difference of real atoms distribution from the distribution calculated using the SRIM program). The maximum swelling is observed at the depth of maximum radiation damage of the structure in the case of poorly soluble nickel implantation into vanadium. The injected nickel precipitates in the solid solution in the form of clusters and possibly in the form of fine particles of the intermetallic NiV_3 phase. Based on the results of their own research and the results of other scientific groups, it was concluded that for formation of vacancy porosity in the zone of maximum damage of the structure, one should choose the type of ions whose atoms are insoluble or slightly soluble in the solid state in the target material being irradiated.

С.В. РОГОЖКИН^{1,2}, Т.В. КУЛЕВОЙ^{1,2}, А.Г. ЗАЛУЖНЫЙ^{1,2},
А.А. НИКИТИН^{1,2}, Н.А. ИСКАНДАРОВ², А.А. ХОМИЧ²,
П.А. ФЕДИН², В.В. ХОРОШИЛОВ², А.А. БОГАЧЕВ²,
А.А. ЛУКЬЯНЧУК², О.А. РАЗНИЦЫН², А.С. ШУТОВ²,
А.Л. ВАСИЛЬЕВ³, М.Ю. ПРЕСНЯКОВ³

¹Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия

²НИЦ «Курчатовский институт» – ИТЭФ, Москва, Россия

³НИЦ «Курчатовский институт», Москва, Россия

E-mail: SVRogozhkin@mephi.ru; Sergey.Rogozhkin@itep.ru

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРИЧИН НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО РАДИАЦИОННОГО УПРОЧНЕНИЯ ФЕРРИТНО- МАРТЕНСИТНЫХ СТАЛЕЙ В ИМИТАЦИОННЫХ ЭКСПЕРИМЕНТАХ НА ПУЧКАХ ИОНОВ

Ферритно-мартенситные (ФМ) стали в настоящее время рассматриваются в качестве материалов для перспективных ядерных энергетических установок из-за их низкого распухания при облучении до доз более 150 сна. Традиционные стали с содержанием 9-12% Cr FM - это материалы ближайшей перспективы для активной зоны быстрых реакторов. Малоактивируемые ФМ стали являются перспективными конструкционными материалами для термоядерных реакторов. Серьезной проблемой радиационной стойкости ФМ сталей является низкотемпературное радиационное охрупчивание (НТРО), которое сопровождается их упрочнением, снижением пластичности и повышением температуры вязко-хрупкого перехода. Заметное радиационное упрочнение и охрупчивание происходит в пределах доз повреждения ~ 10-30 сна при температурах ниже 450 ° С. Температурный диапазон НТРО ФМ сталей перекрывается с диапазоном рабочих температур оболочек твэлов в реакторах на быстрых нейтронах, а также попадает в диапазон расчетных рабочих температур первой стенки перспективных термоядерных реакторов. Поэтому исследования в этом диапазоне параметров облучения остаются актуальными.

В настоящее время прилагаются значительные усилия для выявления микроскопических причин НТРО ФМ сталей. Считается, что НТРО ФМ сталей обусловлено механизмом упрочнения. Образование дислокационных петель считается одним из основных механизмов упрочнения при НТРО. Другой причиной радиационно-индуцированного упрочнения являются кластеры и предвыделения. Их наличие и характеристики заметно зависят от химического состава сталей.

Целью данной работы является комплексное исследование микроскопических причин радиационного упрочнения Стали Eurofer 97, ЭК-181, ЧС-139, и некоторых других при облучении ионами Fe 5,6 МэВ при температурах 250–500 °С до повреждающих доз до 30 сна.

Микроструктуру сталей исследовали с помощью просвечивающего электронного микроскопа Titan 80-300 ТЕМ / STEM с использованием методов электронной дифракции, просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения, просвечивающей растровой электронной микроскопии. Для облученных ФМ сталей в исследованном интервале температур 250-500 °С основными радиационными дефектами, обнаруженными методом ПЭМ, были дислокационные петли типа $\langle 100 \rangle$ с плотностью $(1-7) \times 10^{21} \text{ м}^{-3}$ и размерами 2-11 нм.

Для изучения локальных перестроек химического состава облучаемых материалов использовался атомно-зондовый томограф (АЗТ) с лазерным испарением ПАЗЛ-3D. Показано, что твердый раствор Eurofer 97 достаточно стабилен при облучении. В облученной стали ЭК-181 обнаружены небольшие продолговатые кластеры, обогащенные Si. В облученной стали ЧС-139 обнаружено образование кластеров с высокой концентрацией ($\sim 10^{24} \text{ м}^{-3}$), обогащенных Ni, Si и Mn.

Образцы, облученные ионами, были также исследованы с помощью наноиндентирования для прямого измерения упрочнения слоя, облученного ионами. Полученные данные показали хорошую корреляцию с упрочнением, которое было рассчитано в рамках модели упрочняющих дисперсионных барьеров с использованием результатов, полученных с помощью ПЭМ и АЗТ. В целом малоактивируемые ФМ стали показали меньшее радиационное упрочнение по сравнению с традиционными ФМ сталями.

S.V. ROGOZHNIK^{1,2}, T.V. KULEVOY^{1,2}, A.G. ZALUZHNY^{1,2}
A.A. NIKITIN^{1,2}, N.A. ISKANDAROV¹, A.A. KHOMICH¹,
P.A. FEDIN², V.V. KHOROSHILOV², A.A. BOGACHEV²,
A.A. LUKYANCHUK², O.A. RAZNITSYN², A.S. SHUTOV²,
A.L. VASILIEV, M.Yu. PRESNUAKOV

¹ *National Research Nuclear University "MEPhI", Moscow, Russia*

² *Institute for Theoretical and Experimental Physics named by A.I. Alikhanov
of National Research Centre «Kurchatov Institute», Moscow, Russia*

³ *National Research Centre «Kurchatov Institute», Moscow, Russia*

E-mail: SVRogozhkin@mephi.ru; Sergey.Rogozhkin@itep.ru

STYDY OF THE ORIGIN OF LOW TEMPERATURE RADIATION HARDENING OF FARRITIC-MARTENSITIC STEELS BY EMULATION EXPERIMENTS WITH ION BEAMS

Ferritic-martensitic (FM) steels are currently considered as materials for advanced nuclear power plants due to their low swelling under irradiation up to doses of more than 150 dpa. Conventional 9-12 % Cr FM steels are the nearest future solution for fast reactor core material. Reduced activation FM steels are promising structural materials for fusion reactors. A serious problem of radiation resistance of FM steels is low-temperature radiation embrittlement (LTRE), which is accompanied by their hardening, decrease in ductility, and increase in the temperature of the ductile-brittle transition. Noticeable radiation hardening and embrittlement occur within the limits of damage doses of ~10-30 dpa at temperatures below 450 °C. The LTRE temperature range of FM steels is overlapped with the operating temperature range of fast neutron fuel rod claddings and also falls into the range of estimated operating temperatures of the first wall of fusion power plants. That is why research in this range of irradiation parameters remains important. Currently, considerable efforts are being made to reveal the microscopic causes of LTRE of FM steels. It is believed that LTRE of FM steels is caused by a hardening mechanism. The formation of dislocation loops is considered to be one of the main hardening LTRE mechanisms. Some other radiation induced hardening features are clusters and precipitates. Their presence and characteristics noticeably depend on the chemical composition of steels.

The purpose of this work is a comprehensive study of the microscopic causes of radiation hardening of

Eurofer 97, EK-181, ChS-139, and others steels under 5.6 MeV Fe ion irradiation at temperatures of 250–500°C to damage doses up to 30 dpa.

The steel microstructure was studied with a Titan 80-300 TEM/STEM

transmission electron microscope using electron diffraction techniques, high resolution transmission electron microscopy, transmission scanning electron microscopy and the weak beam method. For the irradiated FM steels in the investigated temperature range of 250 - 500 °C, the main radiation-induced defects detected by TEM were dislocation loops of type $\langle 100 \rangle$ with number density of $(1-7) \times 10^{21} \text{ m}^{-3}$ and sizes of 2-11 nm.

To study the local rearrangements of chemical composition of irradiated materials, an atom probe tomography (APT) with laser evaporation APPLE-3D was used. The solid solution of Eurofer 97 was stable enough under the irradiation. In the irradiated EK-181 steel, small elongated clusters enriched in Si were detected. In the irradiated ChS-139 steel, the formation of a high number density of clusters ($\sim 10^{24} \text{ m}^{-3}$) enriched in Ni, Si and Mn was found.

Ion-irradiated samples were also studied with nanoindentation for direct measurement of the hardening of the ion-irradiated layer. The obtained data showed a good correlation with the hardening which was calculated within the dispersed-barrier hardening model using the results obtained by TEM and APT. In general, the reduced activation FM steels demonstrated a decreased radiation hardening in comparison with the conventional FM steels.

А.В. КЛАУЗ, А.Г. ЗАЛУЖНЫЙ, С.В. РОГОЖКИН, А.А. ХОМИЧ
НИЯУ «МИФИ», Москва, Россия
E-mail: artem.klauz@gmail.com

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ОБЛУЧЕНИЯ ТЯЖЁЛЫМИ ИОНАМИ НА НАНОСТРУКТУРУ ДИСПЕРСНО- УПРОЧНЕННЫХ ОКСИДАМИ СТАЛЕЙ СОВРЕМЕННЫМИ МЕТОДАМИ УЛЬТРАМИКРОСКОПИИ

В настоящей работе методами атомно-зондовой томографии и просвечивающей электронной микроскопии проводилось исследование влияния облучения тяжёлыми ионами на микроструктуру дисперсно упрочнённой стали (10Cr ODS ДУО). Дисперсно-упрочненные оксидами стали, полученные методами порошковой металлургии, являются кандидатными конструкционными материалами активной зоны следующего поколения реакторов на быстрых нейтронах. Предполагается, что они будут выдерживать радиационную нагрузку до повреждающих доз порядка 200 сна (смещений на атом) при температурах 400-700 °С.

Образцы ДУО стали 10Cr ODS облучались ионами Fe^{2+} с энергией 5.6 МэВ до повреждающих доз 3, 6 и 30 сна при температуре 350 °С.

Методом атомно-зондовой томографии получено, что в образцах исследуемого материала кроме частиц оксидов типа $\text{Y}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ и Y_2TiO_5 (3 ± 1 нм), присутствует большое число мелких оксидов (1-6 нм) плотностью 10^{23} м^{-3} , а также нанокластеры, обогащённые Y, Cr, Ti, O, являющиеся предвыделением оксидных частиц и недоступных для наблюдения с помощью ПЭМ из-за низкого контраста ($\sim 4 \text{ нм}$, $\sim 10^{22} \text{ м}^{-3}$).

Обнаружено, что при ионном облучении происходит частичное растворение кластеров. Определены зависимости изменений их размеров и количества от дозы облучения. Так, средний диаметр кластера с (4 ± 1) нм в исходном состоянии уменьшается до (2 ± 1 нм) при облучении до максимальной дозы в 30 сна. При этом плотность кластеров уменьшилась в ~ 2 раза с ($9 \pm 1 \times 10^{22} \text{ м}^{-3}$) до ($4 \pm 2 \times 10^{22} \text{ м}^{-3}$).

Анализ химического состава кластеров показал, что с увеличением дозы облучения существенно уменьшается содержание Cr и V в кластерах, при этом количество Ti, Y, O сохраняется в пределах погрешности.

A.V. KLAUZ, A.G. ZALUZHNYI, S.V. ROGOZHNIK,

A.A. KHOMICH

NRNU «MEPhI», Moscow, Russia

E-mail: artem.klauz@gmail.com

INVESTIGATION OF INFLUENCE OF HEAVY ION IRRADIATION ON THE NANOSTRUCTURE OF DISPERSION- STRENGTHENED OXIDE STEELS BY MODERN ULTRAMICROSCOPY METHODS

In this work the influence of heavy ion irradiation on microstructure of dispersion-strengthened steel (10Cr ODS) was investigated using the methods of atom-probe tomography and transmission electron microscopy.

Dispersion-strengthened oxide steels obtained by powder metallurgy are candidate structural materials for the next generation of fast reactors. It is assumed that they will withstand radiation loads up to damaging doses of about 200 dpa (displacements per atom) at temperatures of 400-700 °C.

Samples of 10Cr ODS steel were irradiated with Fe²⁺ ions at 5.6 MeV to damaging doses of 3, 6 and 30 dpa at 350 °C.

Atom-probe tomography showed that in the samples of the investigated material, besides the particles of Y₂Ti₂O₇ and Y₂TiO₅ (3±1 nm), there was a large number of small oxides (1-6 nm) with the density of 10²³ m⁻³, as well as nanoclusters enriched by Y, Cr, Ti, O, which are precursors of oxide particles and are inaccessible to TEM observation because of their low contrast (~4 nm, ~10²² m⁻³).

It was discovered that during ion irradiation the clusters partially dissolved. The correlation between changes in their size and quantity to the dose of irradiation was determined. Thus, the average diameter of the cluster with (4±1 nm) in the initial state decreased to (2±1 nm) at the maximum dose of 30 dpa. At the same time, the cluster density decreased by about twice from (9±1 × 10²² m⁻³) to (4±2 × 10²² m⁻³).

Chemical composition analysis of clusters showed that the amount of Cr and V in the clusters significantly decreased with increase of irradiation dose, while the amount of Ti, Y, O remains within the error margins.

М.А. ПЕНЯЗЬ¹, Й.Л. ОТТО², А.А. ИВАННИКОВ¹, А. ШМИДТ-КАЛЕБОРН², М. КНЯЗЕВА², Б.А. КАЛИН¹, Ф. ВАЛЬТЕР²

¹Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»

²ТУ Университет Дортмунда, Дортмунд, Германия

E-mail: MAPenyaz@mephi.ru

ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРНО-ФАЗОВОГО СОСТОЯНИЯ ПАЯНЫХ СОЕДИНЕНИЙ AISI 304/NiCrSiB НА КОРРОЗИОННУЮ УСТАЛОСТЬ

Благодаря высокой коррозионной стойкости в сочетании с хорошими механическими свойствами, даже при высоких рабочих температурах, стальные соединения, полученные с помощью высокотемпературной вакуумной пайки никелевыми припоями, подходят для использования в сложнапряженных конструкциях: теплообменники выхлопных газов для автомобилей или компоненты турбин для самолетов, где применение сварки невозможно. В зависимости от элементного состава присадочного никелевого сплава и параметров процесса пайки могут образовываться хрупкие фазы, влияющие на механические характеристики соединения, так как локальные фазовые неоднородности в зоне соединения зачастую являются местом появления дефектов и образования трещин.

Целью исследования являлось определение влияния структурно-фазового состояния паяного соединения из аустенитной стали AISI 304, аналогом которой является сталь 08X18H9, на коррозионную усталость. В качестве сплава-припоя рассмотрен экспериментальный состав с высоким содержанием хрома и легированный молибденом Ni-20Cr-7,5Si-4Fe-4Mo-1,5B мас.%. Данный сплав получен в виде аморфно-кристаллической ленты толщиной 45 ± 5 мкм по технологии сверхбыстрого затвердевания плоской струи расплава на установке Кристалл – 702.

Для анализа влияния процесса изотермического затвердевания на коррозионную усталость соединения использовали время выдержки 15 мин (режим 1) и 40 мин (режим 2) при температуре 1160 °C.

С помощью энергодисперсионной спектроскопии (EDS) и дифракции отраженных электронов (EBSD) исследовано структурно-фазовое состояние паяного соединения, получаемого по двум режимам пайки, и установлено следующее. В середине шва наблюдалось превращение строчечной структуры, являющейся вырожденной эвтектикой, состоящей из боридов и силицидов, в отдельные крупные фазы при увеличении времени выдержки. Исследование фаз показало, что это сложные соединения $(Cr, Fe, Ni, Mo)_3B_2$ и $(Cr, Fe, Ni, Mo)_3Si$.

Испытания на многоамплитудную усталость были выполнены с помо-

щью серво-гидравлической испытательной системы Instron, 8801 с постоянной частотой испытаний $f = 10$ Гц и коэффициентом напряжений $R = 0,1$. Амплитуда увеличивалась ступенчато на $\Delta\sigma_{\max} = 5$ МПа до разрушения образца. Шаги определялись количеством циклов нагружения $\Delta N = 10^4$. Испытания проводились в синтетическом выхлопном конденсате K2.2 согласно стандарту VDA-230-214 внутри коррозионной ячейки.

Получены следующие результаты: разрушение образца, паянного по режиму 1, произошло после $37,0 \times 10^4$ циклов при $\sigma_{\max} = 235$ МПа; разрушение образца, паянного по режиму 2, произошло после $46,2 \times 10^4$ циклов при $\sigma_{\max} = 280$ МПа. Таким образом, большее время выдержки при пайке позволяет достигать более высокого уровня напряжений до разрушения, что объясняется структурно-фазовым состоянием соединения. В случае режима 2, когда количество хрупких фаз уменьшено, трещине требуется дополнительная энергия для ее роста в твердом растворе никеля до следующей хрупкой фазы. Это приводит к значительному улучшению сопротивления усталости. Также для двух режимов пайки не было обнаружено коррозионного повреждения, что связано с высоким содержанием хрома в сплаве-припое.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ и Немецким исследовательским фондом (DFG) в рамках научных проектов № 19-52-12030 и № 408904168.

M. PENYAZ¹, J. L. OTTO², A. IVANNIKOV¹, A. SCHMIEDT-KALENBORN², M. KNYAZEVA², B. KALIN¹, F. WALTHER²

¹National Research Nuclear University "MEPHI", Moscow, Russia

²TU Dortmund University, Department of Materials Test Engineering, Dortmund, Germany

E-mail: MAPenyaz@mephi.ru

INFLUENCE OF THE STRUCTURAL-PHASE STATE OF AISI 304 / NiCrSiB BRAZED JOINTS ON CORROSION FATIGUE

Due to their high corrosion resistance combined with good mechanical properties, even at high operating temperatures, steel joints, obtained by vacuum brazing with nickel-based filler metals, are suitable for use under superimposed loadings. Therefore, they are used in various applications such as exhaust gas heat exchangers for automobiles or turbine components for aircraft where welding would not be possible for joining. But depending on the chemical composition of the filler metal and the brazing process parameters, brittle phases can be formed which influence on mechanical properties, since local phase inhomogeneities in the joint zone are often the place of defect occurrence and

the crack formation.

The aim of the study was to determine the effect of the structural-phase state of a brazed AISI 304 austenitic steel joint, on corrosion fatigue. An experimental composition with a high chromium content and alloyed with molybdenum Ni-20Cr-7.5Si-4Fe-4Mo-1.5B wt.% was considered as a filler metal. This alloy was obtained in the form of an amorphous-crystalline foil with a thickness of $45 \pm 5 \mu\text{m}$ using the technology of rapidly solidification of a plane melt jet on a Kristall-702 installation.

To analyze the effect of the isothermal solidification process on the corrosion fatigue of the joint, a holding time of 15 min (mode 1) and 40 min (mode 2) at a temperature of 1160°C was used.

Using energy dispersive spectroscopy (EDS) and electron backscatter diffraction (EBSD), the structural-phase state of the brazed joint obtained by two brazing modes was investigated, and the following was established. The transformation of chain-like cluster of degenerated eutectics, consisting of borides and silicides in the middle of the seams, into separated phases was observed with an increased holding time. The study of the phases showed that these are complex compounds $(\text{Cr, Fe, Ni, Mn, Mo})_3\text{B}_2$ and $(\text{Cr, Fe, Ni, Mo})_3\text{Si}$.

Multiple amplitude fatigue tests (MAT) were performed with a servo-hydraulic testing-system (Instron, 8801) with a constant test frequency $f = 10 \text{ Hz}$ and stress ratio $R = 0.1$. The amplitude increased stepwise by $\Delta\sigma_{\text{max}} = 5 \text{ MPa}$ until the destruction of the specimen. The steps were determined by the number of loading cycles $\Delta N = 10^4$. The tests were carried out in synthetic exhaust condensate K2.2 according to VDA-230-214 standard inside a corrosion cell.

The following results were obtained: the fracture of the specimen, brazed according to mode 1, occurred after 37.0×10^4 cycles with $\sigma_{\text{max}} = 235 \text{ MPa}$; the fracture of the specimen, brazed according to mode 2, occurred after 46.2×10^4 cycles at $\sigma_{\text{max}} = 280 \text{ MPa}$. Thus, a longer holding time during brazing makes it possible to reach a higher stress level before failure, which is explained by the structural-phase state of the joint. In the case of mode 2, when the amount of brittle phases is reduced, the crack requires additional energy for its growth in a solid solution of nickel to the next brittle phase. This results in a significant improvement in fatigue resistance. Also, for the two modes of brazing, no corrosion damage was found, which is associated with the high chromium content in the filler metal.

Acknowledgment: The reported study was funded by the Russian Foundation for Basic Research (RFBR) according to the research project № 19-52-12030 and German Research Foundation (Deutsche Forschungsgemeinschaft, DFG) according to the research project № 408904168.

А.Е. ХВОРОСТОВА, И.В. ФЕДОТОВ, А.Н. СУЧКОВ,
О.Н. СЕВРЮКОВ, М.А. ПЕНЯЗЬ, П.С. ДЖУМАЕВ
*Национальный Исследовательский Ядерный Университет МИФИ,
Москва, Россия*
E-mail: nastia164@mail.ru

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ ПАЯНОГО СОЕДИНЕНИЯ АЛЮМООКСИДНОЙ КЕРАМИКИ С ТИТАНОМ, ПОЛУЧЕННОЙ С ПРИМЕНЕНИЕМ ПРИПОЯ Ti-Zr-Co

Целью данной работы является изучение микроструктуры и элементного состава паяного соединения керамики на основе оксида алюминия с титаном для создания металлокерамической головки эндопротеза тазобедренного сустава с повышенной надежностью.

В настоящее время эндопротезы тазобедренного сустава получили широкое распространение для людей с заболеваниями опорно-двигательного аппарата. Наиболее распространены эндопротезы с керамо-керамической парой трения, однако их применение для людей с активным образом жизни не находит широкого применения из-за хрупкости керамических головок и их возможного разрушения при ударных нагрузках. В работе предложена конструкция головки эндопротеза тазобедренного сустава с впаянной металлической втулкой. Методом конечно-элементного анализа, показано, что напряжения в керамическом элементе при помещении туда втулки из сплава ВТ1-0 снижаются, что может повысить надежность всей конструкции.

На основании анализа литературных данных разработан биосовместимый сплав-припой Ti-Zr-Co для пайки алюмооксидной керамики с титаном. Изучена микроструктура и проведен микрорентгеноспектральный анализ паяных соединений Ti/Al₂O₃. Осуществлены коррозионные испытания в течении 680 часов, при температуре 38 °С разработанной ленты припоя и фрагмента паяного соединения в водном растворе хлорида натрия (0,9 %), хлорида калия (0,03%) и хлорида кальция (0,03%). Показано отсутствие взаимодействия разработанного припоя и паяного соединения с коррозионной средой.

[1] J. Lemus-Ruiz, A. O. Guevara-Laureano, J. Zarate-Medina, A. Arellano-Lara, and L. Ceja-Cárdenas, "Interface behavior of Al₂O₃/Ti joints produced by liquid state bonding," Appl. Radiat. Isot., vol. 98, pp. 1–6, 2015, doi: 10.1016/j.apradiso.2015.01.010.

[2] Q. Qiu, Y. Wang, Z. Yang, and D. Wang, "Microstructure and mechanical properties of Al₂O₃ ceramic and Ti6Al4V alloy joint brazed with inactive Ag-Cu and Ag-Cu + B," J. Eur. Ceram. Soc., vol. 36, no. 8, pp. 2067–2074, 2016, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2016.02.033.

[3] K. M. Hafez, M. H. El-Sayed, and M. Naka, "Joining of alumina ceramics to metals," *Sci. Technol. Weld. Join.*, vol. 10, no. 2, pp. 125–130, 2005, doi: 10.1179/174329305X19312.

[4] S. Mandal, V. Rao, and A. K. Ray, "Characterization of the brazed joint interface between Al_2O_3 and (Ag-Cu-Ti)," in *Journal of Materials Science*, 2004, vol. 39, no. 16–17, pp. 5587–5590, doi: 10.1023/B:JMSC.0000039295.03229.25.

[5] W. R. Lacefield, "Materials characteristics of uncoated/ceramic-coated implant materials," *Adv. Dent. Res.*, vol. 13, no. 1, pp. 21–26, Jun. 1999, doi: 10.1177/08959374990130011001.

[6] R. S. Bedi, D. E. Beving, L. P. Zanello, and Y. Yan, "Biocompatibility of corrosion-resistant zeolite coatings for titanium alloy biomedical implants," *Acta Biomater.*, vol. 5, no. 8, pp. 3265–3271, 2009, doi: 10.1016/j.actbio.2009.04.019.

A.E. KHVOROSTOVA, I.V. FEDOTOV, A.N. SUCHKOV,
O.N. SEVRYUKOV, M.A. PENYAZ, P.S.DZHUMAEV
National Research Nuclear University "MEPHI", Moscow, Russia
E-mail: nastia164@mail.ru

INVESTIGATION OF THE $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}$ JOINT, BRAZED WITH Ti-Zr-Co FILLER METAL

The aim of this work is microstructure study, elemental analysis and corrosion test of alumina/titanium joint brazed with Ti-Zr-Co filler metal in order to propose a new design of femoral head with increased reliability for hip joint endoprosthesis.

Currently, hip joint endoprostheses are widely used for people with diseases of the musculoskeletal system. The most common endoprostheses – with a ceramic-ceramic friction pair or with metal-ceramic friction pair. However, for people with an active lifestyle the usage is not widely distributed due to the fragility of ceramic femoral head and their possible destruction under shock loads. The new design of the femoral head with brazed metal inlet proposed in this work. With the method of finite element analysis, it is shown, that stress in femoral head with metal inlet are lower in compare with standard design head for hip joint endoprostheses.

Based on the analysis of literature data, a biocompatible Ti-Zr-Co filler metal was developed for brazing alumina ceramics with titanium. The microstructure of $\text{Ti}/\text{Al}_2\text{O}_3$ brazed joints has been studied, as well as EDX microanalysis has been performed. Corrosion tests of filler metal strip and fragment of brazed joint were carried out for 680 hours, at a temperature of 38°C , in an aqueous solution of sodium chloride (0.9%), potassium chloride (0.03%) and calcium chloride (0.03%). The absence of filler metal and brazed joint interaction with the corrosive environment is shown.

ПРИМЕНЕНИЕ БЫСТРОЗАКАЛЕННЫХ ПРИПОЕВ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ПАЯНЫХ СОЕДИНЕНИЙ КЕРАМИКИ ВК94-1 СО СПЛАВОМ 29НК

Пайка широко применяется для получения неразъёмных соединений разнородных материалов. Такие соединения часто используются в различных областях промышленности и позволяют объединить полезные свойства керамики и металлов. В вакуумной технике используют вакуумно-плотную керамику, из которой создать габаритное изделие с определённой формой не всегда возможно, поскольку при производстве используют процесс спекания. Поэтому керамику соединяют с более технологичными металлами. При создании согласованных спаев особенное внимание уделяют близости коэффициентов термического расширения деталей, в связи с чем широкое распространение получил сплав 29НК.

Исследование посвящено решению проблемы получения паяного соединения алюмооксидной керамики ВК94-1 со сплавом 29НК при помощи активных припоев с добавками титана и циркония.

С помощью оптической микроскопии рассмотрено растекание разных припоев по керамике ВК94-1 при нескольких температурах. Выбраны хорошо смачивающие керамику активные припои, которые затем использованы для получения паяного соединения ВК94-1/29НК. Несколько образцов исследованы с помощью оптической и электронной микроскопии, в результате чего обнаружено, что в сплаве 29НК на стыке паяного шва зарождаются трещины, которые распространяются в радиальном направлении дальше по паяному шву. Причина возникновения этих трещин заключается в высоких термических напряжениях, возникающих в шве в процессе пайки, и в том, что при пайке вблизи шва выделяются хрупкие фазы (по типу FeTi), которые могут являться центрами зарождения трещин. Рассмотрено влияние толщины зазора между паяемыми деталями на величину внутренних термических напряжений с помощью проведения расчётов в программе Ansys, которая осуществляет вычисления с использованием метода конечных элементов (МКЭ). Расчёты показали, что уменьшение толщины зазора между паяемыми деталями со 150 до 100 мкм на диаметр и, следовательно, толщины припоя, приводит к снижению термических напряжений на краю шва.

1. Николаев Г., Петрунин И. Е., Лоцманов С.Н. Пайка Металлов. М.: Металлургия, 1973. 280 с.

2. Батыгин В.Н., Метелкин И.И., А.М. Р. Вакуумно-плотная керамика и её

спаи с металлами. Москва: Энергия, 1973. 408 с.

3. Ruys A. Introduction to alumina ceramics // *Alumina Ceramics*. 2019. 1–37 с.

4. Болтон У. Конструкционные материалы: металлы, сплавы, полимеры, керамика, композиты. Карманный справочник /Пер. с англ. Москва: Додэка, 2004. 320 с.

5. Ruys A. Processing, structure, and properties of alumina ceramics // *Alumina Ceramics*. Elsevier Ltd., 2019. № 1. С. 71–121.

6. Wang Y. и др. Effects of Cu interlayers on the microstructure and mechanical properties of Al₂O₃/AgCuTi/Kovar brazed joints // *Int. J. Appl. Ceram. Technol*. 2019. Vol. 16, № 3. С. 896–906.

7. Wang Y. и др. Microstructure of alumina ceramic/Ag-Cu-Ti brazing alloy/Kovar alloy joint // *Mater. Sci. Technol*. 2007. Vol. 23, № 3. С. 320–323.

8. Ali M. и др. Evolution of the interfacial phases in Al₂O₃–Kovar® joints brazed using a Ag–Cu–Ti-based alloy // *Philos. Mag. Taylor & Francis*, 2017. Vol. 97, № 10. С. 718–742.

9. Qiao G.J., Zhang C.G., Jin Z.H. Thermal cyclic test of alumina/Kovar joint brazed by Ni-Ti active filler // *Ceram. Int*. 2003. Vol. 29, № 1. С. 7–11.

10. Ali M. и др. Active metal brazing of Al₂O₃ to Kovar® (Fe–29Ni–17Co wt.%) using Copper ABA® (Cu–3.0Si–2.3Ti–2.0Al wt.%) // *Philos. Mag. Taylor & Francis*, 2018. Vol. 98, № 3. С. 182–202.

11. Григорьев И.С., Мейлихова Е.З. Физические величины. Справочник. М.: ЭНЕРГОАТОМ, 1991. 1234 с.

A.I. GABOV, A.A.IVANNIKOV, O.N. SEVRYUKOV

National Research Nuclear University MEPhI

E-mail: artem.g1297@yandex.ru

APPLICATION OF FAST SOLIDIFIED BRAZING ALLOYS TO OBTAIN BRAZED JOINTS OF VK94-1 CERAMICS WITH KOVAR

Brazing is widely used to obtain permanent joints of dissimilar materials. Such compounds are often used in various fields and allow combining the beneficial properties of ceramics and metals. In vacuum technology, vacuum-dense ceramics are used, from which it is not always possible to create a dimensional product with a certain shape, since the sintering process is used in production. Therefore, ceramics are combined with more technological metals. When creating matched joints, special attention is paid to the proximity of the coefficients of thermal expansion of parts, in connection with which alloy Kovar is widely used.

The study is devoted to solving the problem of obtaining a brazed joint of VK94-1 alumina ceramics with Kovar using active brazing alloys with additions of titanium and zirconium.

Using optical microscopy, the spreading of different brazing alloys over VK94-1 ceramics at several temperatures is considered. Active brazing alloys that wet ceramics well were selected and then used to obtain a VK94-1 / Kovar

brazed joint. Several samples were examined using optical and electron microscopy, as a result of which it was found that in the Kovar at the interface with the brazed joint, cracks originate, which propagate in the radial direction further along the brazed joint.

The reason for the appearance of these cracks lies in the high thermal stresses arising in the brazed seam during the process, and in the fact that brittle phases (like FeTi) are precipitated during brazing in the seam, which can be centers of crack initiation. The influence of the thickness of the gap between the parts to be brazed on the value of internal thermal stresses is considered using the calculations in the Ansys program, which performs calculations using the finite element method (FEM). Calculations have shown that a decrease in the thickness of the gap between the parts from 150 to 100 microns per diameter and, therefore, the thickness of the brazed seam, leads to a decrease in thermal stresses at the edge of the seam.

1. Nikolaev G., Petrulin I. and Lotsmanov S. 1973 Brazing of metals (Moscow: Metalurgia) p 275 (in Russian)
2. Batygin V.N., Metelkin I.I.. Vacuum-dense ceramics and its joints with metals. Moscow: Energy, 1973.408 p. (in Russian)
3. Ruys A. Introduction to alumina ceramics // Alumina Ceramics. 2019. 1–37 p.
4. Bolton W. Structural materials: metals, alloys, polymers, ceramics, composites. Pocket Guide / Per. from English Moscow: Dodeka, 2004.320 p.5. (in Russian)
5. Ruys A. Processing, structure, and properties of alumina ceramics // Alumina Ceramics. Elsevier Ltd., 2019. № 1. 71–121 p.
6. Wang Y. et al. Effects of Cu interlayers on the microstructure and mechanical properties of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{AgCuTi}/\text{Kovar}$ brazed joints // Int. J. Appl. Ceram. Technol. 2019. Vol. 16, № 3. P. 896–906.
7. Wang Y. et al. Microstructure of alumina ceramic/Ag-Cu-Ti brazing alloy/Kovar alloy joint // Mater. Sci. Technol. 2007. Vol. 23, № 3. P. 320–323.
8. Ali M. et al. Evolution of the interfacial phases in Al_2O_3 –Kovar® joints brazed using a Ag–Cu–Ti-based alloy // Philos. Mag. Taylor & Francis, 2017. Vol. 97, № 10. P. 718–742.
9. Qiao G.J., Zhang C.G., Jin Z.H. Thermal cyclic test of alumina/Kovar joint brazed by Ni-Ti active filler // Ceram. Int. 2003. Vol. 29, № 1. P. 7–11.
10. Ali M. et al. Active metal brazing of Al_2O_3 to Kovar® (Fe–29Ni–17Co wt.%) using Copper ABA® (Cu–3.0Si–2.3Ti–2.0Al wt.%) // Philos. Mag. Taylor & Francis, 2018. Vol. 98, № 3. P. 182–202.
11. Grigoriev I.S., Meilikhov E.Z. Physical quantities. Directory. Moscow: Energoatom, 1991.1234 p. (in Russian)

М.А. ПЕНЯЗЬ, А.А. ИВАННИКОВ, Н.С. ПОПОВ,
А.В. АБРАМОВ, О.Н. СЕВРЮКОВ

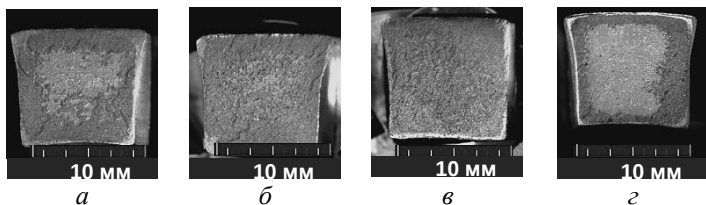
Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»

E-mail: MAPenyaz@mephi.ru

УДАРНАЯ ВЯЗКОСТЬ ПАЯНЫХ СОЕДИНЕНИЙ ИЗ СТАЛИ 08X18H9, ПОЛУЧЕННЫХ С ПОМОЩЬЮ АМОРФНО- КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ПРИПОЕВ СИСТЕМЫ NiCrSiB

Целью исследования являлось определение ударной вязкости соединений из коррозионностойкой стали 08X18H9, паянной аморфно-кристаллическими припоями системы Ni-Cr-Si-B. В качестве выбранных сплавов использованы экспериментальные Ni-7/15/20Cr-7,5Si-4Fe-0/4/4Mo-1,5B в мас.% и один для сравнительного анализа наиболее близкий по составу промышленный сплав Ni-20Cr-7,5Si-4Fe-1,5B, известный как BNi-5a[®]. Аморфно-кристаллические припои толщиной 45 ± 5 мкм получены по технологии сверхбыстрого затвердевания плоской струи расплава на установке Кристалл – 702.

Для пайки использовали образцы квадратной формы из аустенитной стали 08X18H9, со стороны сечения 10 мм и высотой 27,5 мм. Для анализа влияния процесса изотермического затвердевания на ударную вязкость соединения использовали время выдержки 15 мин (режим 1) и 40 мин (режим 2) при температуре 1160 °C. Испытания на ударную вязкость проводили согласно ГОСТ 9454-78, однако, для паяного соединения не наносился концентратор в виде пропила, так как сам паяный шов является концентратором напряжений и дефектной областью. Испытание проводилось на маятниковом копре JB-300B. На каждое сочетание режим/припой испытывали серию из 3х образцов. На рисунке 1 показаны фрактографии образцов в поляризационном оптическом микроскопе МЕТАМ РВ-21-1 для режима 2.



а – Ni-7Cr-7,5Si-4Fe-1,5B; б – Ni-15Cr-7,5Si-4Fe-4Mo-1,5B;
в – Ni-20Cr-7,5Si-4Fe-4Mo-1,5B; г – BNi-5a[®]

Рисунок 1. Фрактографии паяных образцов из стали 08X18H9 после
испытания на ударную вязкость

Для стали 08X18N9 также было проведено испытание на ударную вязкость. Для исходного состояния ударная вязкость составила 145 ± 5 Дж и >300 Дж (образцы не разрушились) для состояния после термообработки по режиму пайки.

Все паяные образцы со временем выдержки 40 мин при 1160°C показали лучшие значения, чем образцы со временем выдержки 15 мин при 1160°C , имеющие в центре шва вырожденную эвтектику, состоящую из хрупких боридов $(\text{Cr, Fe, Ni, Mn, Mo})_3\text{B}_2$ и силицидов $(\text{Cr, Fe, Ni, Mo})_3\text{Si}$.

Из экспериментальных составов наилучший результат 86 ± 3 Дж и 90 ± 2 Дж показали сплавы с меньшим содержанием хрома Ni-7Cr-7,5Si-4Fe-1,5B и Ni-15Cr-7,5Si-4Fe-4Mo-1,5B (режим 1160°C 40 мин), что подтверждается исследованием поверхности изломов: данные образцы имеют преимущественно вязкое разрушение. Наихудший результат $2 \pm 0,5$ Дж показал состав с повышенным содержанием хрома и легированный молибденом Ni-20Cr-7,5Si-4Fe-4Mo-1,5B (режим 1160°C 15 мин). Таким образом, повышение содержание хрома и добавка молибдена снижают пластичность соединения, увеличивают склонность к хрупкому разрушению, а увеличение времени выдержки гомогенизирует паяное соединение, увеличивая пластичность.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 19-32-90092.

M. PENYAZ, A. IVANNIKOV, N. POPOV, A. ABRAMOV,
O. SEVRYUKOV

National Research Nuclear University "MEPHI", Moscow, Russia

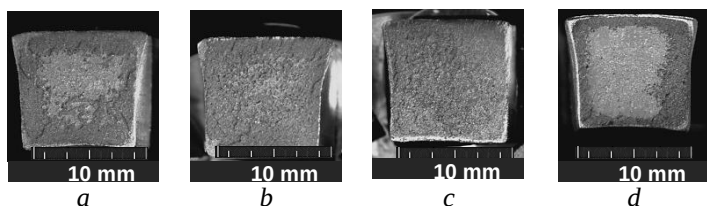
E-mail: MAPenyaz@mephi.ru

IMPACT TOUGHNESS OF AUSTENITIC STEEL JOINTS BRAZED BY AMORPHOUS-CRYSTALLINE NiCrSiB FILLER METALS

The aim of the study was to determine the impact toughness of joints made of austenitic stainless steel 08Cr18Ni9 brazed with amorphous-crystalline filler metals of the Ni-Cr-Si-B system. Experimental compositions Ni-7/15/20Cr-7.5Si-4Fe-0/4/4Mo-1.5B wt.% and one industrial alloy Ni-20Cr-7,5Si-4Fe-1,5B, known as BNi-5a[®], which is the closest in composition for comparative analysis, were used. Amorphous-crystalline filler metals with a thickness of $45 \pm 5 \mu\text{m}$ were obtained using the technology of rapidly solidification of a plane melt jet on a Kristall-702 installation.

Specimens from 08Cr18Ni9 austenitic steel with a square cross-section, with a side section of 10 mm and a height of 27.5 mm were used for brazing. To analyze the effect of the isothermal solidification process on the impact

toughness of joints, a holding time of 15 min (mode 1) and 40 min (mode 2) at a temperature of 1160 ° C was used. Tests for impact toughness were carried out in accordance with Russian State Standard 9454-78; however, for superfine joint after transient liquid phase bonding, a concentrator in the form of a cut was not applied, since the brazed seam itself is a stress concentrator and a defective area. The test was carried out on a JB-300B pendulum tester. A series of 3 specimens was tested for each mode / filler metal combination. Figure 1 shows the fractography of specimens (brazed on mode 2) in the METAM PB-21-1 polarizing optical microscope.



*a – Ni-7Cr-7.5Si-4Fe-1.5B; b – Ni-15Cr-7.5Si-4Fe-4Mo-1.5B;
c – Ni-20Cr-7.5Si-4Fe-4Mo-1.5B; d – BNi-5a®*

Figure 1. Fractography of brazed 08Cr18Ni9 specimens after impact testing

Impact toughness test was also carried out for steel 08Cr18Ni9. For the initial state, the impact toughness was 145 ± 5 J and > 300 J (the specimens did not fail) for the state after heat treatment according to the brazing mode.

All brazed specimens with a holding time of 40 min at 1160 ° C showed better results than specimens with a holding time of 15 min at 1160 ° C, containing a degenerate eutectic in the center of the seam, consisting of brittle borides $(Cr, Fe, Ni, Mn, Mo)_3B_2$ and silicides $(Cr, Fe, Ni, Mo)_3Si$.

From experimental compositions, the best results 86 ± 3 J and 90 ± 2 J were shown by alloys with a lower chromium content Ni-7Cr-7.5Si-4Fe-1.5B and Ni-15Cr-7.5Si-4Fe-4Mo-1.5B (mode 2), which is confirmed by the study of the fracture surface: these specimens have predominantly ductile fracture. The worst result of 2 ± 0.5 J was shown by a composition with increased chromium content and alloyed with molybdenum Ni-20Cr-7.5Si-4Fe-4Mo-1.5B (mode 1). Thus, an increase in the chromium content and the addition of molybdenum reduce the ductility of the joint, increase the tendency to brittle fracture, and an increase in the holding time homogenizes the brazed joint, increasing the ductility.

The reported study was funded by RFBR according to the research project № 19-32-90092.

Ю.А. ГУРОВА, Д.М. БАЧУРИНА, А.Н. СУЧКОВ,
О.Н. СЕВРЮКОВ

*Национальный Исследовательский Ядерный Университет «МИФИ»,
Москва*

E-mail: violinarus@inbox.ru

ВЛИЯНИЕ РЕЖИМА ПАЙКИ НА МИКРОСТРУКТУРУ ПАЯНЫХ СОЕДИНЕНИЙ ВОЛЬФРАМА И СТАЛЕЙ ФЕРРИТНО-МАРТЕНСИТНОГО КЛАССА РАЗЛИЧНЫХ МАРОК

В настоящий момент идет сборка международного экспериментального термоядерного реактора ИТЭР, затем начнется строительство демонстрационного реактора ДЕМО, который будет направлен на отработку процессов конвертации термоядерной энергии в электрическую. В ДЕМО предъявляют более высокие требования к материалам разрядной камеры реактора, следовательно, решения, применяемые в ИТЭР, не могут быть напрямую перенесены в ДЕМО. В первую очередь необходима замена материалов Первой Стенки реактора.

В ДЕМО материалом, обращенным к плазме, будет вольфрам, конструкционным материалом выбрана малоактивируемая ферритно-мартенситная сталь. При этом коэффициенты термического расширения данных материалов значительно различаются, что приводит к разрушению их прямого соединения уже в процессе производства. Поэтому для компенсации напряжений предложено применение проставки из тантала, а в качестве метода получения неразъемного соединения – высокотемпературная пайка.

В процессе соединения необходимо сохранить заданные свойства материалов. При этом в композиции вольфрам/тантал/сталь ограничивающим фактором является температура пережога стали. Одним из путей решения такой проблемы является объединение процесса термообработки стали с процессом пайки. В России разработана сталь Rusfer (Fe–12Cr–2W–V–Ta–B мас.%) [1], в Европейском Союзе – Eurofer (Fe – 9Cr–W–V–Ta–C, мас.%) [2], режимы термообработки которых различны.

Поэтому в данной работе рассмотрено сравнение паяных соединений, полученных по соответствующим режимам термообработки. В качестве припоя выбран быстрозакаленный аморфный сплав Ti-Zr-4Be мас.% [3], т.к. он удовлетворяет ряду необходимых требований: малоактивируемый состав, температура плавления ниже 1100°C , склонность к аморфизации, высокая температура распайки. Таким образом получены следующие паяные соединения:

- RUSFER/ TiZr4Be /Ta/ TiZr4Be /W – режим 1100°C 60 мин + 720°C 180 мин,
- EUROFER/ TiZr4Be /Ta/ TiZr4Be /W – режим 980°C 30 мин + 750°C 90 мин,

скорость нагрева $40^{\circ}\text{C}/\text{мин}$, скорость охлаждения $20^{\circ}\text{C}/\text{мин}$.

В работе представлено сравнение структурно-фазового состояния данных паяных соединений. Показано, что фазовое состояние паяных швов идентичны, однако отмечается количественное различие образующихся фаз. Кроме того, сравнительный анализ микроструктуры сталей говорит, что в процессе пайки происходит термообработка Rusfer с образованием мартенситной структуры, в то время как при термообработке Eurofer мартенситная структура не образуется, что говорит о недостаточной скорости охлаждения. Это приводит к формированию 100 мкм слою крупного феррита вблизи паяного шва, в то время как при пайке Rusfer толщина ферритной области меньше более чем в 2 раза. Также различие режимов приводит к более высоким значениям микротвердости в паяных швах с Rusfer, что может быть связано с меньшим эффектом твердорастворного упрочнения.

Исследование выполнено при финансовой поддержке Российского Научного Фонда проект № 17-72-20191

Список использованных литературных источников

- [1] I.Y. Litovchenko, N.A. Polekhina, A.N. Tyumentsev, E.G. Astafurova, V.M. Chernov, M. V. Leontyeva-Smirnova, The effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of heat-resistant ferritic-martensitic steel EK-181, J. Nucl. Mater. 455 (2014) 665–668. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2014.08.056>.
- [2] B. Van der Schaaf, F. Tavassoli, C. Fazio, E. Rigal, E. Diegele, R. Lindau, G. LeMarois, The development of EUROFER reduced activation steel, Fusion Eng. Des. 69 (2003) 197–203. [https://doi.org/10.1016/S0920-3796\(03\)00337-5](https://doi.org/10.1016/S0920-3796(03)00337-5).
- [3] I. V. Fedotov, A.N. Suchkov, V.T. Fedotov, O.N. Sevryukov, B.A. Kalin, A.A. Ivannikov, Brazing of hexagonal boron-nitride ceramics with VT1-0 titanium alloy using a rapidly quenched titanium-based brazing alloy, Weld. Int. 29 (2015) 222–226. <https://doi.org/10.1080/09507116.2014.911424>.

INFLUENCE OF THE BRAZING MODE ON THE MICROSTRUCTURE OF TUNGSTEN/RAFM STEEL BRAZED JOINTS

At the moment the assembly of the international experimental thermonuclear reactor ITER is underway, then construction of the DEMO – demonstration reactor will begin which will be aimed at testing the processes of converting thermonuclear energy into electrical energy. In DEMO higher requirements are imposed on the materials of the reactor discharge chamber; therefore, the solutions used in ITER cannot be directly transferred to DEMO. First of all it is necessary to replace the materials of the First Wall of the reactor.

In DEMO the material facing the plasma will be tungsten the structural material chosen is low-activated ferritic-martensitic steel. At the same time, the coefficients of thermal expansion of these materials differ significantly, which leads to the destruction of their direct connection already during the production process. Therefore, to compensate for stresses, it was proposed to use a tantalum spacer, and high-temperature brazing as a method for obtaining a permanent connection.

In the process of joining it is necessary to preserve the specified material properties. In this case, in the tungsten / tantalum / steel composition the temperature of the steel burnout is the limiting factor. One of the ways to solve this problem is to combine the process of heat treatment of steel with the process of brazing.

Steel developed in Russia Rusfer (Fe–12Cr–2W–V–Ta–B mac.%) [1], in the European Union – Eurofer (Fe – 9Cr–W–V–Ta–C, mac.%) [2], which heat treatment modes are different.

Therefore, in this work, the comparison of the brazed joints obtained by the corresponding heat treatment modes is considered. Fast-quenched amorphous alloy was selected as the brazer Ti–Zr–4Be mac.% [3], since it meets a number of necessary requirements: low-activated composition, melting point below 1100°C , tendency to amorphization, high debrazing temperature. Thus, the following brazed joints are obtained:

- RUSFER/ TiZr4Be /Ta/ TiZr4Be /W –mode 1100°C 60 min + 720°C 180 min,
 - EUROFER/ TiZr4Be /Ta/ TiZr4Be /W – mode 980°C 30 min + 750°C 90 min,
- heating rate 40°C/min , cooling rate 20°C/min .

This work presents a comparison of the structural-phase state of these brazed joints. It is shown that the phase state of the brazed joints is identical, however, there is a quantitative difference in the formed phases. In addition, a comparative analysis of the microstructure of steels indicates that during the brazing process Rusfer is heat treated with the formation of a martensitic structure while during the heat treatment of Eurofer no martensite structure is formed which indicates an insufficient cooling rate. This leads to the formation of a 100 μm layer of coarse ferrite near the brazed seam, while in Rusfer brazing, the thickness of the ferrite region is more than 2 times less. Also, the difference in modes leads to higher microhardness values in brazed joints with Rusfer which may be associated with a lesser effect of solid solution hardening.

The work was supported by the Russian Science Foundation project № 17-72-20191

[1] I.Y. Litovchenko, N.A. Polekhina, A.N. Tyumentsev, E.G. Astafurova, V.M. Chernov, M. V. Leontyeva-Smirnova, The effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of heat-resistant ferritic-martensitic steel EK-181, J. Nucl. Mater. 455 (2014) 665–668. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2014.08.056>.

[2] B. Van der Schaaf, F. Tavassoli, C. Fazio, E. Rigal, E. Diegele, R. Lindau, G. LeMarois, The development of EUROFER reduced activation steel, Fusion Eng. Des. 69 (2003) 197–203. [https://doi.org/10.1016/S0920-3796\(03\)00337-5](https://doi.org/10.1016/S0920-3796(03)00337-5).

[3] I. V. Fedotov, A.N. Suchkov, V.T. Fedotov, O.N. Sevryukov, B.A. Kalin, A.A. Ivannikov, Brazing of hexagonal boron-nitride ceramics with VT1-0 titanium alloy using a rapidly quenched titanium-based brazing alloy, Weld. Int. 29 (2015) 222–226. <https://doi.org/10.1080/09507116.2014.911424>.

К.Е. КЛЮКОВА*, М.Г. ИСАЕНКОВА, О.А. КРЫМСКАЯ,
В.А. ФЕСЕНКО

Национальный исследовательский ядерный университет МИФИ, Москва

E-mail: tinakyukova@gmail.com

ЗАВИСИМОСТЬ ТИПА КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКОЙ ТЕКСТУРЫ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ ОТ СООТНОШЕНИЯ ТЕКСТУРНЫХ КОМПОНЕНТ В ПРОКАТАННОМ СПЛАВЕ Zr-2,5%Nb

Проведены исследования закономерностей развития кристаллографической текстуры и структуры на начальных этапах рекристаллизации прокатанных пластин из сплава Zr-2,5%Nb. Варьировали степени деформации листов, направление прокатки (НП) и скорости нагрева образцов до температуры рекристаллизации 580 °С. Прокатка пластин вдоль или поперек первоначального $НП_0$ проводилась на лабораторном прокатном стане с диаметром валков 5 см. Пластины были раскатаны до степеней деформации 50, 70 и 90%. Прокатанные образцы отжигали в печи с динамическим вакуумом при температуре 580 °С в течение 1 часа. При этом образцы нагревали до температуры отжига с разными скоростями: 10, 20 и 100 °С/мин. На каждом этапе обработки пластин проводили исследование структуры, текстуры и механических свойств. Анализировали фазовый состав, профиль рентгеновских линий для определения параметров кристаллической структуры фаз и внутреннего структурного состояния зёрен. Методом непрерывного индентирования измеряли микротвердость, модуль упругости и коэффициент пластичности материала.

Установлено, что в результате прокатки пластин из сплава Zr-2,5%Nb вдоль $НП_0$ сохраняется устойчивая кристаллографическая текстура $(0001)\pm 20-40^\circ НН-ПН <10\bar{1}0>$, а при прокатке поперек $НП_0$ текстура меняется с увеличением степени деформации на $(0001)\pm 15-20^\circ НН-НП <11\bar{2}L>$, где НН и ПН - нормальное и поперечное направления в листе. Обнаружено, что уже на начальных этапах рекристаллизации происходит перераспределение текстурных компонент, обусловленное неоднородностью субструктурного состояния зёрен разных ориентаций. Падение полюсной плотности вблизи нормального направления свидетельствует, что области матрицы α -Zr, деформированной с участием двойникования, характеризуются низкой вероятностью образования зародышей рекристаллизации, способных к последующему росту. В результате рекристаллизации появляются зерна, разориентированные относительно деформированной матрицы на угол 30° вокруг базисных нормалей. Поворот призматических нормалей происходит по-разному в зависимости от степени деформации пластин и их скорости нагрева.

K.E. KLYUKOVA*, M.G. ISAENKOVA, O.A. KRYMSKAYA,
V.A. FESENKO

National Research Nuclear University MEPhI, Moscow, Russia

E-mail: tinakyukova@gmail.com

DEPENDENCE OF THE TYPE OF CRYSTALLOGRAPHIC TEXTURE OF RECRYSTALLIZATION ON THE RATIO OF TEXTURE COMPONENTS IN THE ROLLED Zr-2.5% Nb ALLOY

Investigations of the regularities of the development of the crystallographic texture and structure at the initial stages of recrystallization of rolled plates from the Zr-2.5%Nb alloy have been carried out. The degree of sheet deformation, the direction of rolling (RO), and the heating rate of the samples to the recrystallization temperature of 580 °C were varied. The rolling of the plates along or across the original RD_0 was carried out on a laboratory rolling mill with a roll diameter of 5 cm. The plates were rolled to degrees of deformation of 50, 70, and 90%. The rolled samples were annealed in a dynamic vacuum furnace at a temperature of 580 °C for 1 hour. In this case, the samples were heated to the annealing temperature at different rates: 10, 20, and 100 °C/min. At each stage of processing the plates, the structure, texture, and mechanical properties were studied. The phase composition and the X-ray line profile were analyzed to determine the parameters of the crystal structure of the phases and the internal structural state of grains. The microhardness, elastic modulus, and plasticity coefficient of the material were measured by continuous indentation.

It has been established that, as a result of rolling plates of Zr-2.5% Nb alloy along the initial rolling direction (RD_0), a stable crystallographic texture $(0001)\pm 20\text{--}40^\circ ND\text{--}TD\langle 10\bar{1}0 \rangle$ remains, and when rolling across RD_0 , the texture changes with increasing the degree of deformation on $(0001)\pm 15\text{--}20^\circ ND\text{--}RD\langle 11\bar{2}L \rangle$, where ND and TD are the normal and transverse directions of a rolled sheet respectively). It was found that already at the initial stages of recrystallization, a redistribution of textural components occurs, due to the inhomogeneity of the substructural state of grains with different orientations. The drop in the pole density near the normal direction indicates that the regions of the α -Zr matrix deformed with the participation of twinning are characterized by a low probability of the formation of recrystallization nuclei capable to subsequent growth. As a result of recrystallization, grains appear that are misoriented relative to the deformed matrix by an angle of 30° around the basal axes, which indicates the mobility of high-angle boundaries with an angle of 30°. The rotation of the prismatic axes occurs in different ways depending on the degree of deformation of the plates and their heating rate.

М.М. ЗАРИПОВА*, М.Г. ИСАЕНКОВА, В.А. ФЕСЕНКО,
А.В. ОСИНЦЕВ

*Национальный исследовательский ядерный университет МИФИ,
Москва, Россия*

E-mail: MMZaripova@mephi.ru

ЗАКОНОМЕРНОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКОЙ ТЕКСТУРЫ В СВЕРХУПРУГИХ СПЛАВАХ НА ОСНОВЕ Ti-Zr-Nb ПРИ ПРОКАТКЕ И ПОСЛЕДУЮЩЕМ ОТЖИГЕ

В настоящее время перспективными материалами медицинского назначения являются сплавы на основе Ti-Nb, легированные дополнительными элементами, биосовместимыми с человеческим организмом: Zr, O, N, Ta и другие. Учитывая, что при прокатке материалов, обладающих эффектом памяти формы и сверхупругостью, существенная доля пластической деформации может происходить в дополнительной фазе, которая образуется в сплаве за счет мартенситного превращения, необходимо проанализировать закономерности текстурообразования в таких сплавах.

В работе проведено сравнение механизмов формирования кристаллографической текстуры пяти сплавов Ti-(17–19)Zr-(14–16)Nb (ат.%), близких по составу, и ее влияние на механические свойства изученных сплавов. Выяснено, что наличие мартенситных превращений в процессе прокатки обуславливает особенности формирующейся текстуры.

На начальном этапе деформации ($\varepsilon = 50\%$) во всех пяти сплавах формируется текстура $\{112\}<011>$. При увеличении степени деформации до 92–93% текстура несколько рассеивается, что обусловлено повышением доли мартенситной фазы в деформированной фольге.

Рекристаллизация прокатанных (до $\varepsilon = 92\%$) фольг при температуре 650°C (0,5 ч) способствует обострению текстурной компоненты близкой к $\{110\}<001>$, размытие которой варьируется в различных сплавах. Отжиг при температуре 900°C в течение 0,5 ч приводит к формированию острой кристаллографической текстуры $\{100\}<011>$, чем обусловлена сильная анизотропия механических свойств, особенно под углом 45° к направлению прокатки.

Показано, что эффект сверхупругости зависит от ориентации и структуры, а также от анизотропии механических свойств.

Работа проведена с целью выбора сплава с функциональными свойствами, стабильными по отношению к изменяющемуся химическому составу, для последующей реализации соответствующего состава порошка в изделиях, получаемых методами аддитивных технологий.

M.M. ZARIPOVA*, M.G. ISAENKOVA, Yu.A. PERLOVICH,
V.A. FESENKO, A.V. OSINTSEV, L.A. DEGADNIKOVA
National Research Nuclear University MEPhI, Moscow, Russia
E-mail: MMZaripova@mephi.ru

REGULARITIES OF THE FORMATION OF CRYSTALLOGRAPHIC TEXTURE IN SUPERELASTIC ALLOYS BASED ON Ti-Zr-Nb DURING ROLLING AND FOLLOWING ANNEALING

Currently, promising materials for medical purposes are Ti-Nb-based alloys alloyed with additional elements biocompatible with the human body: Zr, O, N, Ta and others. Considering that during rolling of materials with shape memory effect and superelasticity, a significant portion of plastic deformation can occur in an additional phase, which is formed in the alloy due to martensitic transformation, it is necessary to analyze the patterns of texture formation in such alloys.

In this work, we compared the mechanisms of the formation of the crystallographic texture of five alloys Ti-(17–19)Zr-(14–16)Nb (at.%) close in composition. It was found that the presence of martensitic transformations during the rolling process determines the features of the formed texture.

At the initial stage of deformation ($\varepsilon=50\%$), the texture $\{112\}<011>$ is formed in all five alloys. With an increase of the degree of deformation to 92–93%, the texture is slightly diffused, which is due to an increase in the fraction of the martensitic phase in the foils.

Recrystallization of rolled foils ($\varepsilon = 92\%$) at 650°C (0.5 h) contributes to an exacerbation of the texture component close to $\{110\}<001>$, the blurring of which varies in different alloys.

Annealing at a temperature of 900°C for 0.5 h leads to the formation of a sharp crystallographic texture $\{100\}<011>$, which causes a strong anisotropy of mechanical properties, especially at an angle of 45° to the direction of rolling.

It is shown that the effect of superelasticity depends on the orientation and structure, as well as on the anisotropy of mechanical properties.

The work was carried out with the aim of choosing an alloy with functional properties that are stable with respect to a changing chemical composition, for the subsequent implementation of the corresponding powder composition in products obtained by additive technologies.

Д.А. САФОНОВ, Б.А. КАЛИН, П.С. ДЖУМАЕВ, А.С. ЯШИН,
Е.Л. КОРЕНЕВСКИЙ, Р.Ш. ИСАЕВ, В.А. ЧУРСИН
НИЯУ «МИФИ», Каширское ш., 31, Москва, Россия
E-mail: weggstar@mail.ru

ИССЛЕДОВАНИЕ ХРОМОСОДЕРЖАЩИХ ПОКРЫТИЙ НА СПЛАВЕ Э110 С БАРЬЕРНЫМ СЛОЕМ

Одной из актуальных проблем сегодня, является коррозия циркониевых оболочек при нештатных режимах эксплуатации, к которым относятся различного рода аварийные ситуации. Для снижения последствий подобных аварий предложена и широко исследована концепция аварийно-устойчивых видов топлива. Одним из направлений создания устойчивого топлива является модифицирование существующих сплавов циркония, например, нанесение на поверхность циркониевой оболочки защитного хромового покрытия. Однако, хромовое покрытие имеют ряд существенных недостатков при взаимодействии с цирконием, таких как образование хрупкой фазы — $ZrCr_2$ и эвтектическая реакция при температуре 1332 °C [1,2,3]. Поэтому для исключения взаимодействия хрома с цирконием при повышенных температурах предлагается создание на поверхности оболочек из сплава Э110 диффузионных барьеров из тугоплавких материалов.

В качестве образцов использовались фрагменты твэльных трубок из сплава Э110 диаметром 9,15 мм длиной до 50 мм. Модифицирование поверхности образцов производилось на установке ИЛУР-03 методом магнетронного распыления, при следующих режимах: напряжение разряда 1-6 кВ, ток разряда в аргоне 1-100 мА, ток магнетронов до 500 мА, давление рабочего газа до 1 Па.

В качестве материалов мишеней для магнетронов использовались Cr, Ti, Zr. Были изготовлены покрытия: хромовое покрытие на сплаве Э110 без барьера; хромовое покрытие с барьерным слоем из Ti-Zr. Коррозионные испытания проводились в высокотемпературном паре при температуре 1200°C в течении 8 минут. Состояние оксидов и поверхности модифицированных образцов изучалось на растровом электронном микроскопе EVO 50 XVP.

Результаты исследований покрытий без барьера показали, что с ростом толщины покрытия нарастает пористость и дефекты в строении столбчатой структуры. Дефекты в покрытии являются каналами активного поступления кислорода к металлу оболочки, его насыщению, упрочнению и снижению пластичности. Кроме этого, образуется интерметаллидный слоя $ZrCr_2$.

В случае применения пластичного барьера из Ti-Zr в хромовом слое обнаруживается меньшее количество дефектов. После окисления образуется более плотный оксид хрома. Однако, в этом случае также произошло проникновение хрома в оболочку с образованием слоя интерметаллида $ZrCr_2$, но уже в меньших количествах. Однако, применение титана в качестве барьера приводит к тому, что после ВТО слой оксида титана обнаружен на поверхности хромового покрытия. Более того, вследствие высокой диффузионной подвижности титана в хrome на границе раздела "барьер-хром" образуются скопления вакансий в виде пор. Это увеличивает диффузию не только кислорода, но и Zr через барьерный слой в хром.

На основе анализа полученных экспериментальных данных был сделан вывод о том, что пластичные барьерные прослойки изменяют состояние хромового покрытия, уменьшая дефектность строения. Вместе с тем показано то, что титаносодержащие барьеры не пригодны для высокотемпературного использования вследствие высокой диффузионной хрома подвижности в β -Ti.

Список источников

1. Krejčí J., Ševeček M., Kabátová J. Experimental behavior of chromium based coatings// Conference: TopFuel 2018.
2. J.C. Brachet, T. Guilbert, M. Le Saux, et Al. Behavior of Cr-coated M5 claddings during and after high temperature steam oxidation from 800 °C up to 1500 °C // Conference: Topfuel 2018.
3. Крицкий В.Г., Калинин Б.А. Коррозия оболочек твэлов в жизненном цикле ТВС легководных реакторов: Монография. М.: НИЯУ МИФИ. 2020.-200с.

А.В. СУМАРОКОВА, В.М. АНАНЬИН, Б.А. КАЛИН
Национальный Исследовательский Ядерный Университет МИФИ,
Москва, Россия
E-mail: asumarokova@mail.ru

АНАЛИЗ ДИФфуЗИОННОЙ ПОДВИЖНОСТИ ПРИМЕСЕЙ ВНЕДРЕНИЯ В СПЛАВЕ Zr - 1 %Nb ПО ДАННЫМ ИЗМЕРЕНИЙ ВНУТРЕННЕГО ТРЕНИЯ

Одним из основных механизмов перехода сплавов из неравновесного состояния в равновесное с пониженным уровнем свободной энергии является *диффузия* атомов. Уникальным методом изучения состояния примесей в твердом теле и их диффузионной подвижности является метод внутреннего трения, который позволяет измерять параметры диффузии в широком интервале температур, включая низкие температуры.

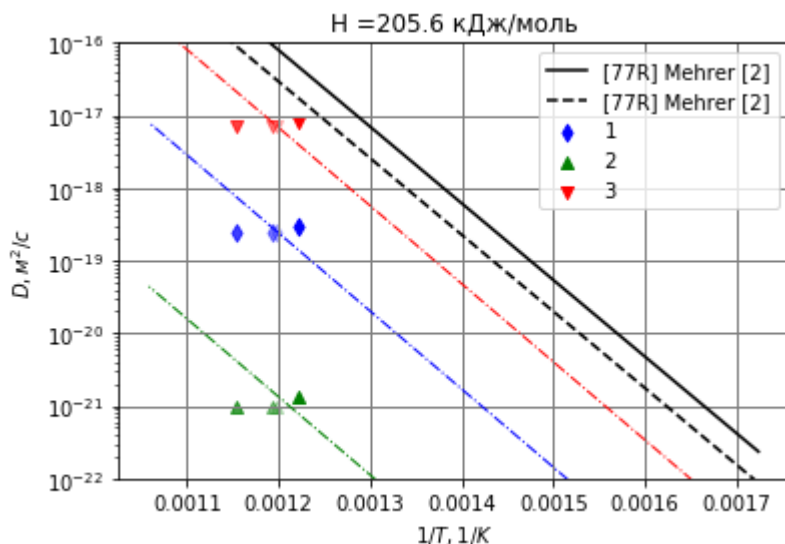
Целью настоящего исследования является анализ способов расчёта коэффициентов диффузии примесей внедрения в сплав Zr - 1 %Nb по данным измерений внутреннего трения.

В работе на основе обобщения литературных данных выбран способ расчета коэффициентов диффузии для ГПУ металлов с использованием времени релаксации примеси в решетке сплава. Получены температурные зависимости внутреннего трения (ТЗВТ) сплава Zr - 1 %Nb на установке с прямым изгибным маятником, с паромасляной диффузионной откачкой. В сериях измерений одного и того же образца последний насыщался кислородом и азотом за счёт натекания атмосферного воздуха, а также науглероживался, вследствие разложения паров масла на поверхности образца после нагрева до температуры 700 - 750 °С в ходе экспериментов.

Путем разделения температурных зависимостей внутреннего трения на парциальные максимумы установлено положение релаксационных максимумов углерода, кислорода и азота; по формуле Верта-Маркса [1] вычислены энергии активации диффузии атомов кислорода, азота и углерода; получены зависимости от условий опыта и способа расчёта.

Коэффициенты диффузии рассчитывались по формуле $D = c^2/(16 \cdot \tau_r)$ (время релаксации, τ_r , измерялось 2-мя способами), а также по формуле $D = (Hd^2)/(N_a h) \cdot \exp(-H/RT)$ (формула выведена В.П.Гладковым).

Численные значения коэффициентов диффузии получены тремя способами и, как образец, представлены для кислорода на рисунке ниже. Видно, что в зависимости от способа расчета наблюдаются значительные различия.



1 – $\tau = \tau_m/2\pi$; 2 – $\tau = \tau_m/\delta_m$ (период и декремент при температуре максимума);
3 – по формуле (см. в тексте)

Рисунок 1. Способы расчёта коэффициента диффузии (кислород)

Ниже приведены уравнения Аррениуса для каждой примеси:

$$D_C = 1,45 \cdot 10^{-6} \cdot \exp(-157,6/RT) \text{ (1 способ)}$$

$$D_O = 5,30 \cdot 10^{-5} \cdot \exp(-205,6/RT) \text{ (3 способ)}$$

$$D_N = 1,02 \cdot 10^{-5} \cdot \exp(-229,0/RT) \text{ (1 способ)}$$

1. Wert C. and Marx J. //A new method for determining the heat of activation for relaxation processes. Acta Metallurgica, vol.1, 1953, p.113-115.

2. Mehrer H. Diffusion in Solids Metals and Alloys. Springer- Verlag, 1990, p.747.

A.V. SUMAROKOVA, V.M. ANAN`IN, B.A. KALIN
National Research Nuclear University MEPhI, Moscow, Russia
E-mail: asumarokova@mail.ru

ANALYSIS OF DIFFUSION MOBILITY OF INTEGRATED IMPURITIES IN ALLOY Zr - 1% Nb ACCORDING TO THE DATA OF INTERNAL FRICTION MEASUREMENTS

One of the main mechanisms for the transition of alloys from a nonequilibrium state to an equilibrium state with a reduced level of free energy is the diffusion of atoms. A unique method for studying the state of impurities in a solid and their diffusion mobility is the method of internal friction, which makes it possible to measure diffusion parameters over a wide range of temperatures, including low temperatures.

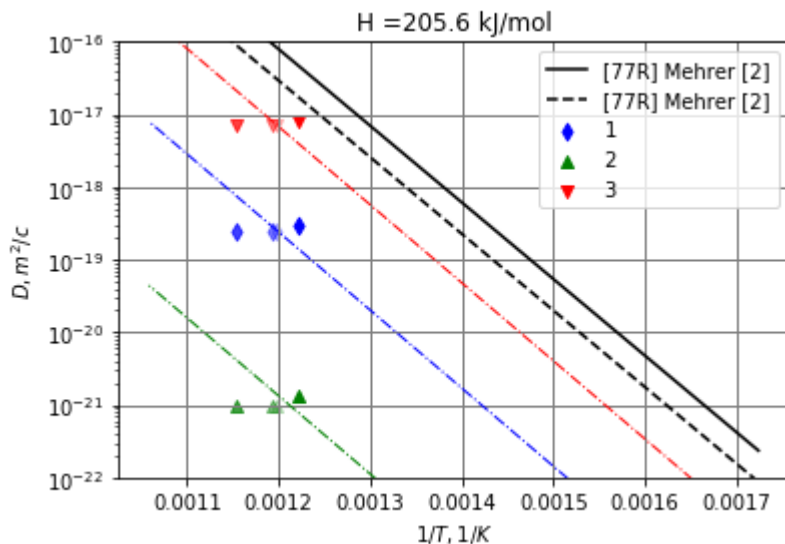
The purpose of this study is to analyze the methods for calculating the diffusion coefficients of interstitial impurities in the Zr - 1% Nb alloy from the data of measurements of internal friction.

The temperature dependences of the internal friction (TDIF) of the Zr - 1% Nb alloy have been obtained on an installation with a straight bending pendulum, with vapor-oil diffusion pumping. In a series of measurements of the same sample, the latter was saturating with oxygen and nitrogen due to the leakage of atmospheric air, and also carburized due to the decomposition of oil vapor on the surface of the sample after heating to a temperature of 700 - 750 °C during the experiments. After dividing the TDIF into partial maxima, the position of the relaxation maxima of carbon, oxygen and nitrogen was established; the activation energies were calculated by the Wert-Marks formula [1].

The position of the relaxation maxima of carbon, oxygen, and nitrogen was established by dividing the temperature dependences of internal friction into partial maxima; according to the Werth-Marx formula [1], the activation energies of the diffusion of oxygen, nitrogen and carbon atoms were calculated; depending on the conditions of the experiment and the method of calculation was also obtained.

The diffusion coefficients were calculated by the formula $D = c^2 / (16 \cdot \tau_r)$ (the relaxation time, τ_r , was measured in 2 ways), as well as by the formula $D = (Hd^2) / (N_a h) \cdot \exp(-H / RT)$ (the formula was derived by V.P. Gladkov).

The numerical values of the diffusion coefficients were obtained in three ways and, as a sample, are presented for oxygen in the figure below. It can be seen that there are significant differences depending on the calculation method.



1 - $\tau = \tau_m / (2\pi)$; 2 - $\tau = \tau_m / \delta_m$ (period and decrement at the maximum temperature);
3 —by the formula (see text)

Figure 1. Methods for calculating the diffusion coefficient (oxygen)

Below are the Arrhenius equations for each impurity:

$$D_C = 1,45 \cdot 10^{-6} \cdot \exp (-157,6/RT) \text{ (1st way)}$$

$$D_O = 5,30 \cdot 10^{-5} \cdot \exp (-205,6/RT) \text{ (3rd way)}$$

$$D_N = 1,02 \cdot 10^{-5} \cdot \exp (-229,0/RT) \text{ (1st way)}$$

1. Wert C. and Marx J. //A new method for determining the heat of activation for relaxation processes. Acta Metallurgica, vol.1, 1953, p.113-115.

2. Mehrer H. Diffusion in Solids Metals and Alloys. Springer- Verlag, 1990, p.747.

А.А. УРУСОВ¹, К.К. ПОЛУНИН¹, И.Э. ГАЛЕВ¹,

А.А. МОКРУШИН¹, В.Д. РИСОВАНЫЙ²

¹ ФГУП «НИИ НПО «ЛУЧ», г. Подольск, Россия

² АО «Наука и инновации», г. Москва, Россия

E-mail: UrusovAA@sialuch.ru

ПОГЛОЩАЮЩИЕ МАТЕРИАЛЫ НОВОГО ПОКОЛЕНИЯ ДЛЯ ЭНЕРГЕТИЧЕСКИХ ЯДЕРНЫХ РЕАКТОРОВ НА ТЕПЛОВЫХ НЕЙТРОНАХ

В энергетических ядерных реакторах российского дизайна в качестве поглощающих материалов стержней регулирования наиболее широко применяется карбид бора (B_4C), который характеризуется низкой радиационной стойкостью [1]. Время их эксплуатации в стационарных условиях ограничено выгоранием 45–50 % изотопа бор-10. При постоянном нахождении изделий в активной зоне реактора ВВЭР-1000 это достигается за 2–3 года. Использование комбинированного поглощающего сердечника с размещением в активной зоне титаната диспрозия на длине 300 мм от низа и B_4C в верхней части позволило увеличить время работы стержней регулирования ВВЭР-1000 до 10 лет. При этом, на сегодня не обосновано их поведение в случае возможных аварийных ситуаций, связанных с перегревом [1].

В настоящее время продолжается изучение высокоэффективных поглощающих материалов на основе оксидов редкоземельных элементов и гафния, которые включают разработку материала на основе гафната диспрозия с добавками 5 % оксида гадолиния. Их целью является увеличение физической эффективности таблеток, получение флюоритной структуры поглощающего материала, увеличение плотности минимум до 8 г/см³. Высокая плотность необходима для кластерных сборок, которые опускаются в активную зону реактора под собственным весом.

В работе представлены основные результаты разработки нового класса поглощающих материалов на основе оксидов редкоземельных элементов и гафния. Приведены сравнительные характеристики гафнатов редкоземельных элементов с другими поглощающими материалами и обоснование их использования в стержнях регулирования ядерных реакторов.

Список литературы:

1. Поглощающие материалы стержней управления и защиты ядерных реакторов: моногр. / В.Д. Рисованый, А.В. Захаров, Е.П. Клочков и др. – Ульяновск: УлГУ, 2013. – 575 с.

A.A. URUSOV¹, K.K. POLUNIN¹, I.E. GALEV¹,

A.A. MOKRUSHIN¹, V.D. RISOVANY

¹ LUCH FSUE, Podolsk, Russia

² Science and Innovations, JSC, Moscow, Russia

E-mail: UrusovAA@sialuch.ru

NEW GENERATION ABSORBING MATERIALS FOR THERMAL-NEUTRON POWER REACTORS

In power nuclear reactors of Russian design, boron carbide (B_4C) is most widely used as absorbing materials for control rods, which is characterized by low radiation resistance [1]. The time of their operation under stationary conditions is limited by the burnup of 45–50% of the boron-10 isotope. With the constant presence of products in the core of the VVER-1000 reactor, this is achieved in 2–3 years. The use of a combined absorbing core with dysprosium titanate placed in the core at a length of 300 mm from the bottom (10 % of the entire height) and B_4C in the upper part made it possible to increase the operating time of the VVER-1000 control rods to 10 years. At the same time, their behavior in the event of possible emergency situations associated with overheating has not been substantiated today [1].

At present, the study of highly efficient absorbing materials based on rare earth and hafnium oxides continues, which includes the development of a material based on dysprosium hafnate with the addition of 5 % gadolinium oxide. Their goal is to increase the physical efficiency of the tablets, to obtain a fluorite structure of the absorbing material, and to increase the density of the tablets to at least 8 g/cm^3 . High density is required for cluster assemblies that are lowered into the reactor core under their own weight.

This paper presents the main results of the development of a new class of absorbing materials based on oxides of rare earth elements and hafnium ($nLn_2O_3mHfO_2$). Comparative characteristics of hafnates of rare-earth elements with other absorbing materials and justification of their use in control rods of nuclear reactors are given.

References:

1. Risovanyj V.D., Zaharov A.V., Klochkov E.P. [i dr.] Pogloshhajushhie materialy sterzhnej upravlenija i zashhity jadernyh reaktorov: monogr. [Absorbing materials for control and protection rods of nuclear reactors: monograph]. Ulyanovsk: USU, 2013, 575 p.

И.М. ЕРМОЧЕНКОВ, Ю.Д. ЗАВАРЦЕВ, А.И. ЗАГУМЕННЫЙ,
А.А. ГАСАНОВ, О.В. ЮРАСОВА, Д.А. САМИЕВА

*Государственный научно-исследовательский и проектный институт
редкометаллической промышленности "Гиредмет". 111524, Российская
Федерация, г.Москва, ул. Электродная, д.2.*

E-mail: [ermochenkov i m@mail.ru](mailto:ermochenkov_i_m@mail.ru)

МОНОИЗОТОПНЫЕ СКАНДИЙ СОДЕРЖАЩИЕ КРИСТАЛЛЫ ДЛЯ ЛАЗЕРНЫХ, СЦИНТИЛЛЯЦИОННЫХ ПРИМЕНЕНИЙ И КВАНТОВОЙ ПАМЯТИ

Кристаллы редкоземельных оксиортосиликатов RE_2SiO_5 , содержащие ионы скандий Sc^{3+} являются новыми эффективными материалами (средой) для лазеров, квантовой памяти и сцинтилляционных кристаллов, используемых в медицинских позитрон-эмиссионных томографах [1, 2].

Температуры плавления исходных веществ Y_2SiO_5 и Sc_2SiO_5 составляют 1980°C и 1890°C , соответственно. Авторами данной работы открыто новое скандий содержащее химическое соединение $\{\text{Y}_2\text{Sc}_1\}_{0.3}(\text{Sc})[\text{Si}]\text{O}_5$ [3]. Температура плавления $\{\text{Y}_2\text{Sc}_1\}_{0.3}(\text{Sc})[\text{Si}]\text{O}_5$, ниже, чем температура плавления Sc_2SiO_5 на 60°C . Минимальная температура плавления является значимым технико-экономическим параметром.

Из-за высокой стоимости исходных реактивов выращивание моно изотопных кристаллов, на основе диоксида кремния SiO_2 с изотопом кремния Si-28, моноизотопного оксида Sc_2O_3 и моноизотопного Y_2O_3 , проводили из иридиевых тиглей с диаметром 40 мм и высотой 40 мм в защитной атмосфере $99.5\%\text{Ar}+0.5\%\text{O}_2$. Кристаллы выращивали на затравки с ориентацией параллельной кристаллофизической оси b. Поскольку данные кристаллы являются перспективными для технологии квантовой памяти, в настоящее время проводятся измерения спектров парамагнитного резонанса и определение времён спин-спиновой релаксации различных активаторов переходных металлов, например, Co, Cr, V, Cu.

[1] A.A. Sukhanov, R.F. Likarov, R.M. Eremina, I.V. Yatsyk, T.P. Gavrilo, V.F. Tarasov, Yu.D. Zavartsev, S.A. Kutovoi. Crystal environment of impurity Nd^{3+} ion in yttrium and scandium orthosilicate crystals. JOURNAL OF MAGNETIC RESONANCE Vol. 295 (2018) p.12-16.

[2] A. A. Sukhanov, V. F. Tarasov, Yu. D. Zavartsev, A. I. Zagumennyi, and S. A. Kutovoi. EPR Spectroscopy of Impurity Thulium Ions in Yttrium Orthosilicate Single Crystals. JETP Letters, 2018, Vol. 108, No. 3, pp. 210–214.

[3] Liudmila D. Iskhakova, Andrey B. Ilyukhin, Sergey A. Kutovoi, Victor I. Vlasov, Yuri D. Zavartsev, Valerii F. Tarasov and R. M. Eremina. The crystal structure of new quantum memory-storage material $\text{Sc}_{1.368}\text{Y}_{0.632}\text{SiO}_5$. Acta Cryst. (2019). C75, 1202–1207.

I.M. ERMOCHENKOV, YU.D. ZAVARTSEV,
A.I. ZAGUMENNYI, A.A. GASANOV, O.V. YURASOVA,
D.A. SAMIEVA

*State Scientific-Research and Design Institute of Rare-Metal Industry
"Giredmet" JSC, Elektrodnyaya st. 2, Moscow, Russia.*

E-mail: ermochenkoy i m@mail.ru

MONOISOTOPIC SCANDIUM CONTAINING CRYSTALS FOR LASERS, SCINTILLATORS AND QUANTUM MEMORY

Crystals of rare earth oxyorthosilicates RE_2SiO_5 containing scandium ions Sc^{3+} are new effective materials (matrix) for quantum memory and scintillators crystals used in PET tomographs [1, 2].

The melting points of the initial materials Y_2SiO_5 and Sc_2SiO_5 are 1980°C and 1890°C, respectively. The authors of this work discovered a new scandium containing chemical compound $\{\text{Y}_2\text{Sc}_1\}_{0.3}(\text{Sc})[\text{Si}]\text{O}_5$ [3]. The melting point of $\{\text{Y}_2\text{Sc}_1\}_{0.3}(\text{Sc})[\text{Si}]\text{O}_5$ is 60°C lower than the melting point of Sc_2SiO_5 . The minimum melting point is a significant techno-economic parameter.

Due to the high cost of the initial reagents, the growth of monoisotopic crystals based on silicon dioxide SiO_2 with silicon isotope Si-28, monoisotopic Sc_2O_3 and Y_2O_3 was carried out from iridium crucibles with a diameter of 40 mm and a height of 40 mm in a protective atmosphere 99.5% Ar + 0.5% O_2 . The crystals were grown on seeds with an orientation parallel to the crystallo-physical axis b. Since these crystals are promising for quantum memory technology, measurements of the paramagnetic resonance spectra and determination of the spin-spin relaxation times of various transition metal activators, for example, Co, Cr, V, Cu, are currently being carried out.

[1] A.A. Sukhanov, R.F. Likierov, R.M. Eremina, I.V. Yatsyk, T.P. Gavrilova, V.F. Tarasov, Yu.D. Zavartsev, S.A. Kutovoi. Crystal environment of impurity Nd^{3+} ion in yttrium and scandium orthosilicate crystals. JOURNAL OF MAGNETIC RESONANCE Vol. 295 (2018) p.12-16.

[2] A. A. Sukhanov, V. F. Tarasov, Yu. D. Zavartsev, A. I. Zagumennyi, and S. A. Kutovoi. EPR Spectroscopy of Impurity Thulium Ions in Yttrium Orthosilicate Single Crystals. JETP Letters, 2018, Vol. 108, No. 3, pp. 210–214.

[3] Liudmila D. Iskhakova, Andrey B. Ilyukhin, Sergey A. Kutovoi, Victor I. Vlasov, Yuri D. Zavartsev, Valerii F. Tarasov and R. M. Eremina. The crystal structure of new quantum memory-storage material $\text{Sc}_{1.368}\text{Y}_{0.632}\text{SiO}_5$. Acta Cryst. (2019). C75, 1202–1207.

С.В. ЗАСЫПКИН¹, А.И. БРИЛЕВСКИЙ¹, А.И. ИРТЕГОВ²,
Д.Л. МЕРСОН¹

¹Тольяттинский государственный университет, Тольятти, Россия

²ООО «СОМЗ», Соликамск, Россия

E-mail: zvs181@mail.ru

МАГНИЕВЫЕ СПЛАВЫ С ПОВЫШЕННОЙ ТЕМПЕРАТУРОЙ ВОСПЛАМЕНЕНИЯ

Магниевые сплавы, благодаря своей высокой удельной прочности, наиболее перспективны в авиакосмическом и транспортном машиностроении. Одним из сдерживающих факторов более широкого применения магниевых сплавов является их низкая температура воспламенения ($T_{\text{вп}}$). В связи с этим целью настоящей работы являлось разработать магниевый литейный сплав(ы), существенно превышающий по температуре воспламенения базовый сплав МЛ10 и не уступающий ему по прочностным характеристикам. Согласно справочным данным сплав МЛ10 после термообработки по режиму Т61 имеет [1]: $T_{\text{вп}}=550$ °С и предел прочности $\sigma_{\text{в}}=240$ МПа.

В качестве системы легирования выбрана Mg-Y-Zn-Zr, основной задачей которой является формирование LPSO структуры с мелким зерном [2], в которую для достижения поставленной цели добавляли Gd или Yb.

Микроструктура сплава МЛ10 в литом состоянии представляет собой относительно однородные зёрна α -Mg, и сконцентрированную по границам зёрен фазы $(\text{MgZn})_{12}\text{Nd}$, $(\text{MgZr})_{12}\text{Nd}$, Mg_{12}Nd . После гомогенизации и закалки структура состоит из пресыщенного твёрдого раствора редкоземельных металлов (РЗМ) в α -Mg с некоторым количеством выделившихся из α -Mg глобулярных частиц фаз $(\text{MgZn})_{12}\text{Nd}$, $(\text{MgZr})_{12}\text{Nd}$, после последующего старения количество глобулярных частиц значительно возрастает, а зёрна состоят преимущественно из α -Mg (рис. 1а). Как следствие, значительно возрастает твердость: с $\text{HB}=57$ в литом состоянии до $\text{HB}=73$ после старения, т.е. реализуется механизм дисперсионного упрочнения. $T_{\text{вп}} \approx 630$ °С.

Сплав системы Mg-Y-Zn-Zr в литом состоянии имеет неравномерную структуру, с большим содержанием РЗМ в зёрнах, после гомогенизации и закалки размер зерна значительно увеличивается, зёрна состоят из α -Mg с некоторым количеством выделившихся глобулярных частиц, по границам зёрен сформировалась термостабильная LPSO фаза Mg_{12}YZn , последующее старение на структуру и твердость сплава влияния не оказало: $\text{HB}=70$; $T_{\text{вп}} \approx 730$ °С.

Сплав системы Mg-Y-Zn-Zr-Yb в литом состоянии имеет неравномерную структуру с большим содержанием РЗМ в зёрнах, после гомогениза-

ции и закалки зёрна состоят из α -Mg, по границам зёрен сформировалась термостабильная LPSO фаза $Mg_{12}YZn$ с трудно идентифицируемым Yb, последующее старение на структуру сплава влияния не оказало (рис. 1б). Наличие Yb в совокупности с LPSO фазой значительно повысило температуру воспламенения $T_{вп} \approx 960^\circ C$; HB=68.

Сплав системы Mg-Y-Zn-Zr-Gd в литом состоянии имеет неравномерную структуру, с большим содержанием РЗМ в зёрнах, после гомогенизации и закалки размер зерна значительно увеличивается, зёрна состоят из α -Mg с некоторым количеством выделившихся глобулярных частиц, предположительно Mg_5Gd , по границам зёрен сформировалась термостабильная LPSO фаза $Mg_{12}YZn$, последующее старение привело к образованию игловидных включений в зёрнах α -Mg (рис. 1с) и увеличения твердости до HB=75. $T_{вп} \approx 730^\circ C$. Предположительно при большем содержании Gd в этом сплаве может быть реализован механизм дисперсионного упрочнения.

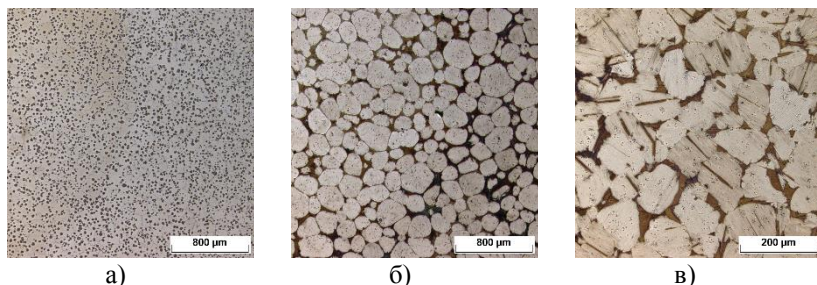


Рисунок 1 – Микроструктура магниевых сплавов после гомогенизации, закалки и старения: а – сплав МЛ10; б – сплав Mg-Y-Zn-Zr-Yb; в – сплав Mg-Y-Zn-Zr-Gd

На основании выполненных исследований можно ожидать, что совместное введение в сплав Mg-Y-Zn-Zr, образующий LPSO фазу, Yb и Gd будет способствовать существенному возрастанию температуры воспламенения и прочности.

Работа выполнена в рамках Госзадания № FEMR-2020-0003

Список источников

- ГОСТ 2856-79 Сплавы магниевые литейные.
- Kawamura Y., Hayashi K., Inoue A., Masumoto T.//Materials Transactions. – 2001. – Т. 42, № 7. – С. 1172-1176

SERGEY ZASYPKIN¹, ALEXANDER BRILEVSKY¹, ALEXEY
IRTEGOV², DMITRY MERSON¹

¹*Togliatti State University, Togliatti, Russia*

²*LLC "SOMZ", Solikamsk, Russia*

E-mail: zvs181@mail.ru

FLAME-RESISTANT MAGNESIUM ALLOYS

Magnesium alloys, due to its high weight-to-strength ratio, are among the most promising for aerospace and transport engineering. One of the limiting factors for the wider use of magnesium alloys is its low kindling temperature (T_{kind}). In this regard, the goal of this work was to develop the magnesium casting alloy which would significantly exceed the reference one ML10 in terms of ignition temperature at equally high strength characteristics. According to the reference data, the ML10 alloy after the T61 heat treatment mode has [1]: $T_{\text{kind}} = 550$ OC and ultimate strength $F_{\text{tu}} = 240$ MPa.

To achieve this goal the alloying system Mg-Y-Zn-Zr with additions of Gd or Yb was chosen to obtain the fine-grained LPSO structure [2].

The microstructure of the ML10 alloy in the cast state is presented by the relatively homogeneous α -Mg grains with the $(\text{MgZn})_{12}\text{Nd}$, $(\text{MgZr})_{12}\text{Nd}$ and Mg_{12}Nd phases concentrated along the grain boundaries. After diffusion annealing and quenching, the structure consists of the supersaturated solid solution of rare earth metals (REM) in α -Mg with a certain amount of $(\text{MgZn})_{12}\text{Nd}$ and $(\text{MgZr})_{12}\text{Nd}$ globular particles released from α -Mg; after subsequent age-hardening, the number of globular particles increases significantly and the grains consist mainly of α -Mg (Fig. 1a). As a consequence, their hardness increases significantly: from HB = 57 in the cast state to HB = 73 after age-hardening, i.e. the mechanism of precipitation hardening is realized. $T_{\text{kind}} \approx 630^{\circ}\text{C}$.

The alloy of the Mg-Y-Zn-Zr system in the cast state has a heterogeneous structure with a high content of rare-earth metals in the grains. After diffusion annealing and quenching, the grain size has been increased significantly. The grains consist of α -Mg with a certain amount of precipitated globular particles. The thermostable LPSO phase Mg_{12}YZn has been formed along the grain boundaries. Subsequent age-hardening did not affect the structure and hardness of the alloy: HB = 70; $T_{\text{kind}} \approx 730^{\circ}\text{C}$.

The alloy of the Mg-Y-Zn-Zr-Yb system in the cast state has a heterogeneous structure with a high content of rare-earth metals in the grains. After diffusion annealing and quenching the grains consist of α -Mg. Thermostable LPSO phase Mg_{12}YZn with Yb has been formed along the grain boundaries. Subsequent age-hardening had no effect on the alloy structure (Fig. 1b). The presence of Yb in combination with the LPSO phase significantly increased the kindling

temperature $T_{\text{kind.}} \approx 960^{\circ}\text{C}$; HB = 68.

The alloy of the Mg-Y-Zn-Zr-Gd system in the cast state has a heterogeneous structure, with a high content of rare-earth metals in the grains. After diffusion annealing and quenching the grain size has been increased significantly, the grains consist of α -Mg with a certain amount of precipitated globular particles, presumably Mg_5Gd . Thermostable LPSO phase Mg_{12}YZn has been formed along the grain boundaries. Subsequent age-hardening led to the formation of the needle-shaped inclusions in the α -Mg grains (Fig. 1c) and increase in hardness up to HB = 75. $T_{\text{kind.}} \approx 730^{\circ}\text{C}$. Presumably, at a higher Gd content in this alloy, the mechanism of precipitation hardening can be realized.

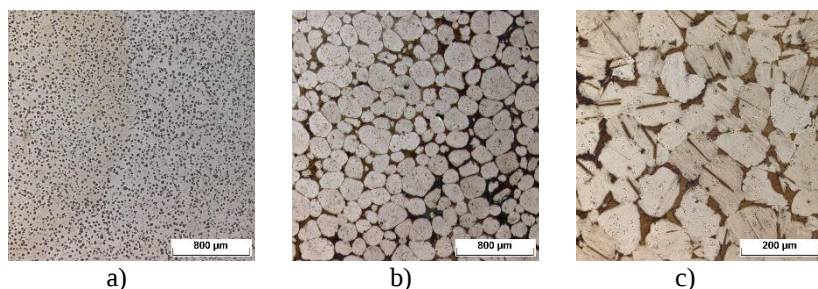


Figure 1 - Microstructure of magnesium alloys after diffusion annealing, quenching and age-hardening: a - ML10 alloy; b - Mg-Y-Zn-Zr-Yb alloy; c - Mg-Y-Zn-Zr-Gd alloy.

Based on the studies performed, it can be expected that the joint introduction of Yb and Gd into the Mg-Y-Zn-Zr alloy, which forms the LPSO phase, will contribute to a significant increase in both the kindling temperature and strength.

The work has been performed within the framework of the State Assignment No. FEMR-2020-0003

References

1. GOST 2856-79 Cast magnesium alloys. (in Russian);
2. Kawamura Y., Hayashi K., Inoue A., Masumoto T.//Materials Transactions. – 2001. – T. 42, № 7. – C. 1172-1176

¹М.А. ПАХОМОВ, ²В.Ю. НОВИКОВ, ¹В.В. СТОЛЯРОВ

¹*Институт машиноведения им. А.А. Благонравова Российской академии наук (ИМАШ РАН), М. Харитоньевский переулок, д.4, г. Москва, Россия*

²*Белгородский государственный национальный исследовательский университет, Белгород, Россия*

E-mail: pakhomovmish@gmail.com, novikov_v@bsu.edu.ru, vlstol@mail.ru

СУХОЕ ТРЕНИЕ КЕРАМИЧЕСКОГО НАНОКОМПОЗИТА С ДОБАВКОЙ ГРАФЕНА

Введение. Спеченная крупнокристаллическая керамика Al_2O_3 является одним из современных конструкционных материалов, обладающих высокими температурой плавления, модулем упругости, теплостойкостью, коррозионной стойкостью, но имеет ряд недостатков, ограничивающих практическое применение – высокую хрупкость и низкие трещиностойкость и износостойкость. В последние годы многими исследованиями показано, что одним из потенциальных способов устранения упомянутых недостатков является измельчение керамики до наноразмерной области и добавление в ее состав различных форм углерода – графита, нанотрубок, фуллерена и др. [1]. Было выявлено, что особая роль принадлежит 2D-графену [2, 3], который позволяет обеспечить больший поверхностный контакт с зернами матрицы, по сравнению с точечным контактом для низко-размерных углеродных форм (фуллерены, нанотрубки). Ряд статей свидетельствует о повышении при этом прочностных свойств. Что касается трибологических свойств данного композита, то предполагается, что чешуйки графена, как вторая фаза, приведут к значительному снижению износа вследствие уменьшения сил трения на контакте нанометрических и субмикроскопических структурных элементов [4]. Однако сведения о трибологических свойствах таких композиций практически отсутствуют. Цель работы - исследование влияния графена на трибологические свойства в нанокompозитной керамике на основе оксида алюминия.

Материал и методы исследования. В работе использовали композит, состоящий из нанопорошка керамики Al_2O_3 и наночешуек графена, в форме диска размером $\varnothing 15 \times 2$ мм. Исследовали образцы без графена и с содержанием графена 2 вес.%. Метод получения основан на плазменно-искровом спекании под давлением в защитной атмосфере. Перед испытанием на трение образцы были отполированы так, чтобы шероховатость поверхности была $R_a \leq 1 \mu\text{м}$. Испытания на износ и трение проводили без смазки на приборе Tribometer CSM Instruments при комнатной температуре и круговой схеме трения «шарик-диск» с радиусом испытания $r =$

2,5 мм и линейной скоростью 15 см/с. Эксперимент выполняли на воздухе, при комнатной температуре. В качестве контртела служил сапфировый шарик $\varnothing 3$ мм, нагрузка составляла 20Н, которая была максимально возможной для данного прибора и соответствовала опыту предыдущих работ [2].

Результаты. Ниже показаны графики зависимости износа (рис. 1а) и коэффициента трения (рис. 1б) от времени для керамики Al_2O_3 с разным содержанием графена при комнатной температуре.

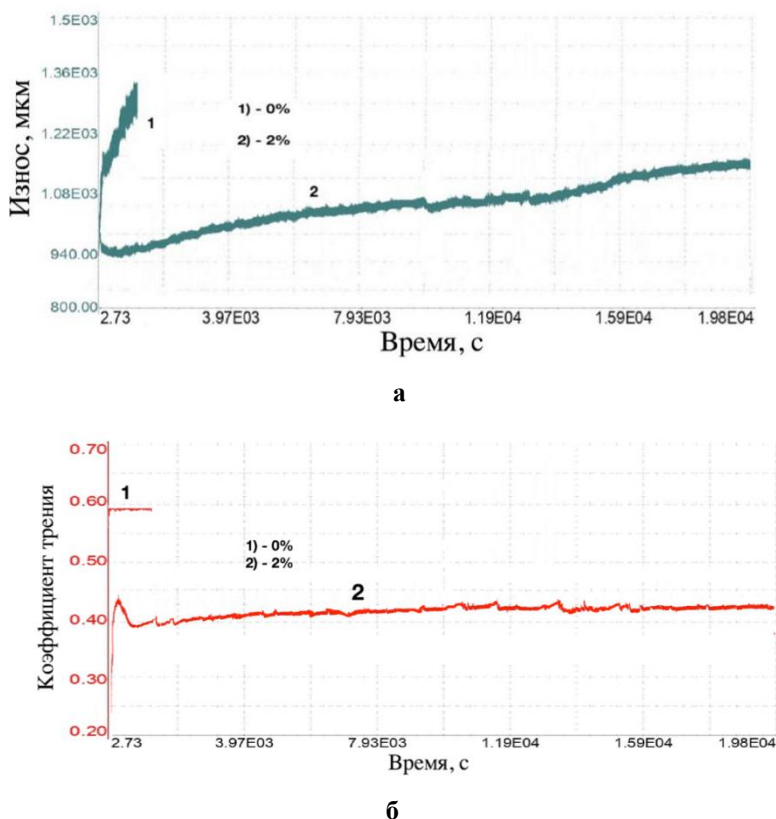


Рис. 1. Износ (а) и коэффициент трения (б) керамики Al_2O_3 без графена и с 2% графеном

Износ на обоих образцах линейно увеличивается со временем (рис.1а). Скорость износа образца без графена $6,13 \times 10^{-5} \text{ мм}^3 \cdot \text{Н}^{-1} \cdot \text{м}^{-1}$ на 3 порядка выше, чем скорость износа образца с графеном $2,55 \times 10^{-8} \text{ мм}^3 \cdot \text{Н}^{-1} \cdot \text{м}^{-1}$. Ко-

коэффициент трения $K_{тр}$ на установившейся стадии имеет более плавное поведение (рис.16) и для образца без графена составил 0.59 (кривая 1), а для образца с графеном 0.41 (кривая 2). Отметим, что кривые образцов без графена имеют укороченный вид во времени, связанный с остановкой эксперимента вследствие биения и сильного изнашивания образца и контртела. Из полученных данных следует, что добавка графена в керамику уменьшает износ и коэффициент трения, соответственно, на 19 и 30%. Предполагается, что это может быть связано с образованием графенового покрытия в виде ультратонкого твердого слоя наносмазки в форме чешуек, которое препятствует формированию выступов на поверхности материала и позволяет заметно снижать износ и трение в отличие от образца без графена. [4,5]

Выводы. При трении чешуйки графена служат смазочным элементом, который позволяет уменьшить износ и коэффициент трения на 19 и 30%, соответственно.

Финансирование. Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 16-19-10213.

Список источников

[1] O. Jankovsk'y, P. Simek, D. Sedmidubsk'y, S. Huber, M. Pumerab, Z. Sofer. Towards highly electrically conductive and thermally insulating graphene nanocomposites: Al₂O₃-grapheme, RSC Adv., 2014, 47, p.7418- 7424.

[2] E. A. Klyatskina, A. Borrell, E. G. Grigoriev, A. G. Zholnin, M. D. Salvador, V. V. Stolyarov, Structure features and properties of graphene/Al₂O₃ composite, J. of Ceram. Soc&Tech. 2018, 9(3), p.215-224.

[3] A. Borrell, R. Torrecillas, V. G. Rocha, A. Fernández, Effect of CNFs content on the tribological behaviour of spark plasma sintering ceramic-CNFs composites, Wear, 2012, 274, p.94-99.

[4] O. V. Penkov, H. J. Kim, H. J. Kim, D. E. Kim. Tribology of Graphene: A Review. International Journal of Precision Engineering and Manufacturing. 2014, 15, p.1–9.

[5] M. S. Won, O. V. Penkov, D. E. Kim. Durability and degradation mechanism of graphene coatings deposited on Cu substrates under dry contact sliding. Carbon, 2013, 54, p.472–481.

¹M.A. PAKHOMOV, ²V. Yu. Novikov, ¹V.V. STOLYAROV

¹*Mechanical Engineering Research Institute. Russian Academy of Sciences (IMASH RAS), M. Kharitonevsky lane, 4, Moscow, Russia*

²*Belgorodsky State National Research University, Belgorod, Russia*

E-mail: pakhomovmish@gmail.com, novikov_v@bsu.edu.ru, vlstol@mail.ru

DRY FRICTION OF CERAMIC NANOCOMPOSITE WITH GRAPHENE ADDITIVE

Introduction. Sintered coarse-crystalline ceramics Al₂O₃ is one of the modern structural materials with a high melting point, elastic modulus, heat resistance, corrosion resistance, but has a number of disadvantages that limit the practical use of ceramics - high brittleness and low crack resistance and wear resistance. In recent years, many studies have shown that one of the potential ways to eliminate these disadvantages is to refine ceramics to the nanoscale region and add various forms of carbon to its composition - graphite, nanotubes, fullerene, etc. [1]. It was revealed that a special role belongs to 2D graphene [2, 3], which makes it possible to provide a greater surface contact with the grains of the matrix, in comparison with the point contact for low-dimensional carbon forms (fullerenes, nanotubes). A number of articles indicate an increase in the strength properties. As for the tribological properties of this composite, it is assumed that graphene flakes, as the second phase, will cause a significant decrease in wear due to a decrease in the friction forces at the contact of nanometric and submicroscopic structural elements [4]. However, there is practically no information on the tribological properties of such compositions. The aim of this work is to study the effect of graphene on tribological properties in nanocomposite ceramics based on aluminum oxide.

Material and research methods. We used a composite consisting of Al₂O₃ ceramic nanopowder and graphene nanoflakes, in the form of a disk with a size Ø15 x 2 mm. The graphene content was varied in the range of 0 and 2 wt%. The production method is based on plasma-spark sintering under pressure in a protective atmosphere. Before the friction test, the samples were polished so that the surface roughness was $Ra \leq 1 \mu\text{m}$. Wear and friction tests were carried out without lubrication on a Tribometer CSM Instruments at room temperature and a circular ball-disk friction pattern with a test radius of $r = 2.5 \text{ mm}$ and a linear velocity of 15 cm/s . The experiment was carried out in air at room temperature. A sapphire ball served as a counterbody Ø3 mm, load F was 20N. The choice of the force value is based on the maximum capabilities of the device and the experience of previous work [2].

Results. The graphs of the wear dependence (Fig. 1a) and the friction coefficient (Fig. 1b) on time are shown below for ceramics Al₂O₃ with different graphene content at room temperature.

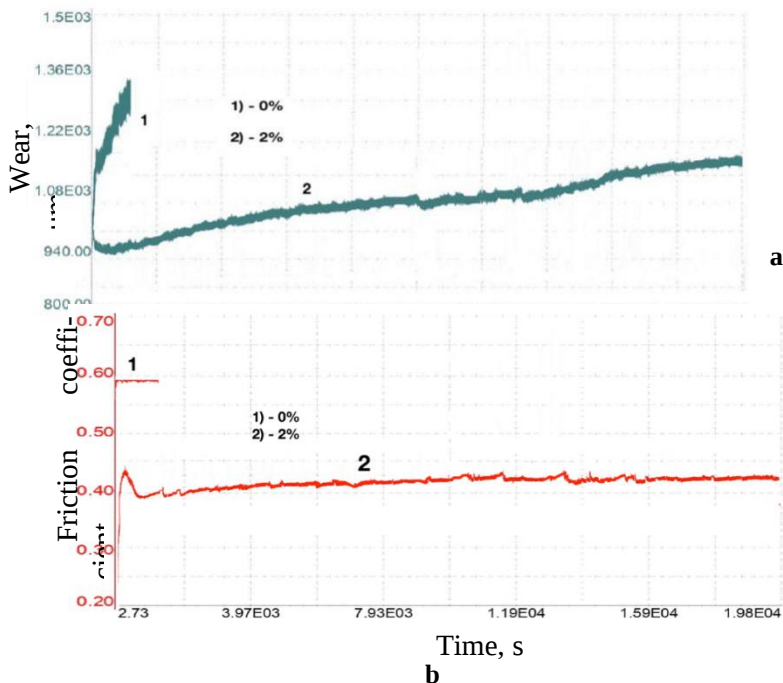


Figure 1. Wear (a) and coefficient of friction (b) of Al₂O₃ ceramics without graphene and with 2% graphene

Wear on both samples increases linearly with time (Fig. 1a). The wear rate of a specimen without graphene is $6.13 \times 10^{-5} \text{ mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$ is 3 orders of magnitude higher than that of a specimen with graphene $2.55 \times 10^{-8} \text{ mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$. The friction coefficient at the steady state has a smoother behavior (Fig. 1b) and for the sample without graphene it was 0.59 (curve 1), and for the sample with graphene it was 0.41 (curve 2). Note that the curves of the samples without graphene have a shortened form in time, associated with the termination of the experiment due to beating and strong wear of the sample and counterbody. It follows from the data obtained that the addition of graphene to ceramics reduces wear and the friction coefficient by 19 and 30%, respectively.

The values of wear and friction coefficient are very different. It is assumed that this may be due to the formation of a graphene coating in the form of an ultrathin solid nanoscale layer, in the form of flakes, which prevents the formation of protrusions on the material surface and makes it possible to significantly reduce wear and friction, in contrast to the sample without graphene. [4,5]

Conclusions. During friction, graphene flakes serve as a lubricating element, which makes it possible to reduce wear and friction coefficient by 19 and 30%.

Financing. This work was supported by the Russian Science Foundation grant No. 16-19-10213.

List of sources

[1] O. Jankovsk'y, P. Simek, D. Sedmidubsk'y, S. Huber, M. Pumerab, Z. Sofer. Towards highly electrically conductive and thermally insulating graphene nanocomposites: Al₂O₃ – grapheme, RSC Adv., 2014, 47, p. 7418-7424.

[2] E.A Klyatskina, A. Borrell, E.G Grigoriev, A.G Zholnin, M.D Salvador, V.V Stolyarov, Structure features and properties of graphene / Al₂O₃ composite, J. of Ceram. Soc & Tech. 2018, 9 (3), p. 215-224.

[3] A. Borrell, R. Torrecillas, V.G Rocha, A. Fernández, Effect of CNFs content on the tribological behavior of spark plasma sintering ceramic-CNFs composites, Wear, 2012, 274, p.94-99.

[4] O.V Penkov, H.J Kim, H. J. Kim, D.E Kim. Tribology of Graphene: A Review. International Journal of Precision Engineering and Manufacturing. 2014, 15, p. 1-9.

[5] M.S Won, O.V Penkov, D.E Kim. Durability and degradation mechanism of graphene coatings deposited on Cu substrates under dry contact sliding. Carbon, 2013, 54, p. 472-481.

А.А. БАЖЕНОВ, В.В. МИХАЛЬЧИК, А.В. ТЕНИШЕВ,
Р.В. СМЕРНОВ, Д.П. ШОРНИКОВ
НИЯУ «МИФИ», Москва, Россия
E-mail: baa9mephi@yandex.ru

МОДЕРНИЗАЦИЯ УСТАНОВКИ И АВТОМАТИЗАЦИЯ ИЗМЕРЕНИЙ КИСЛОРОДНОГО ПОТЕНЦИАЛА ОКСИДНОГО ТОПЛИВА МЕТОДОМ ЭДС ТГЯ

Ядерное топливо на основе диоксида урана, уран-гадолиниевых оксидов и МОХ-топливо являются оксидными системами, которые в обычных условиях находятся в неравновесных состояниях. Характеристики такого топлива сильно зависят от стехиометрии, поэтому контроль стехиометрии критически важен при изготовлении и эксплуатации оксидного ядерного топлива. Стехиометрия напрямую связана с кислородным потенциалом оксида, поэтому изменяя кислородный потенциал среды, в которой находится топливо при изготовлении, можно влиять на стехиометрию, также измеряя кислородный потенциал топлива можно узнать его стехиометрию.

Из ряда стандартных методов для измерения кислородного потенциала был выбран метод ЭДС твердоэлектролитной гальванической ячейки из-за высокой скорости измерений и того, что в ходе измерений образец не разрушается, а это является критичным в данном исследовании. Данный метод реализуется с помощью двух электродов, между которыми заключён твёрдый электролит, ионная проводимость которого составляет не менее 0,99 от общей электропроводности, в качестве одного электрода выступает вещество с известным кислородным потенциалом, а в качестве другого исследуемый образец. Электродвижущая сила такой ячейки определяется разницей кислородных потенциалов веществ, участвующих в электродных реакциях. В этом исследовании использовалась ячейка типа $\text{Ni}_3\text{NiO}|\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)|\text{образец}$. Твёрдый электролит из $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ представляет собой колбу, заполненную смесью Ni_3NiO , которая выступает в качестве электрода сравнения. Благодаря такой конструкции происходит разделение газового пространства над электродами, что предотвращает появление ошибочных результатов.

Изначально в установке для регулирования нагрева применялся двухканальный ПИД-регулятор ТЕРМОДАТ 13К5. Его главным преимуществом является возможность экспорта измерений температуры в компьютер. Однако он обладал значительным недостатком, который заключался в том, что скорость нагрева и мощность регулировались вручную, что сильно усложняло процесс измерений. Поэтому он был заменён на одноканальный ПИД-регулятор ОВЕН ТРМ251, в котором можно задать время

нагрева, необходимую температуру и время выдержки на данной температуре, что уменьшает влияние человеческого фактора на ход измерений. Также изначально для измерения ЭДС использовался вольтметр В7-40, в котором отсутствовала возможность экспорта данных в компьютер. Из-за этого показания вольтметра записывались вручную, что увеличивало вероятность получения ошибочных данных, более того он не обладал достаточно высоким входным сопротивлением. Поэтому он был заменён на вольтметр АКИП В7-78/1, который не обладал описанными выше недостатками. Также замена вольтметра привела к увеличению количества снимаемых измерений.

Тестовые эксперименты проводились с воздухом в качестве образца. Разница между рассчитанными значениями кислородного потенциала воздуха и значениями, полученными экспериментально, составляет менее $\pm 1,5 \text{ кДж/моль}$, что является удовлетворительным результатом и доказывает корректность измерений, проводимых при помощи данной установки. Также проводилось исследование влияние количества Gd в составе уран-гадолиниевых оксидов на кислородный потенциал. Химическая формула уран-гадолиниевых оксидов в общем виде записывается как $\text{U}_{1-y}\text{Gd}_y\text{O}_{2\pm x}$. Были рассмотрены образцы с составом $y=0,05; 0,10; 0,15$; и $0,0 \leq x \leq 0,2$. Сравнение с результатами прошлых исследований не было произведено, так как значения y и x различаются, однако характер полученных зависимостей сходится. Так же планируется изучить влияние доспекания на оксиды с использованием уже рассмотренных образцов.

A.A. BAZHENOV, V.V. MIKHALCHIK, A.V. TENISHEV,
R.V. SMIRNOV, D.P. SHORNIKOV
NRNU "MEPHI", Moscow, Russia
E-mail: baa9mephi@yandex.ru

SOLID STATE EMF CELL MODERNIZATION AND AUTOMATIZATION OF OXIDE FUEL OXYGEN POTENTIAL MEASUREMENTS

Nuclear fuel based on uranium dioxide, uranium-gadolinium oxides and MOX-fuel are oxide systems, which under normal conditions are in disequilibrium states. Characteristics of such fuel strongly depend on stoichiometry, so stoichiometry control is critical in the manufacture and usage of nuclear oxide fuel. Stoichiometry is directly related to the oxygen potential of the oxide fuel, so by changing the oxygen potential of the medium in which the fuel is made, it is possible to influence stoichiometry, and by measuring the oxygen potential of the fuel it is possible to know its stoichiometry.

Solid state EMF cell method was chosen from a number of standard methods for measuring oxygen potential, because of the high measurement speed and the fact, that the sample does not break during the measurement, which is critical in this study. This method is realized with the help of two electrodes, between which there is a solid state electrolyte, ionic conductivity of which is not less than 0.99 of the total electrical conductivity, as one electrode is a substance with known oxygen potential, and as the other one is a sample. The electromotive force of such cell is determined by the difference in oxygen potentials of substances participating in electrode reactions. Type of a cell used in this study is $\text{Ni NiO}|\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)|\text{sample}$. The solid electrolyte from $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ is a flask filled with a mixture of Ni, NiO , which acts as a comparison electrode. Due to this design, the gas space above the electrodes is separated, which prevents erroneous results.

Originally, the heating control unit used a dual channel PID THERMODAT 13K5. Its main advantage is the ability to export temperature measurements to a computer. However, it had a significant disadvantage in that the heating speed and power were regulated manually, which made the measurement process very difficult. Therefore, it was replaced by a single-channel PID regulator OVEN TRM251, in which you can set the heating time, heating temperature and holding time at this temperature, which reduces the impact of human factor on the measurement process. Originally, voltmeter B7-40 was also used for EMF measurement, but it was not possible to export data to a computer using it. Because of this, data were recorded manually, which increased the probability of obtaining erroneous data, moreover, it did not have a sufficiently high input resistance. Therefore, it was replaced by AKIP B7-78/1 voltmeter, which had no disadvantages described above. The replacement of the voltmeter also resulted in an increase in the number of measurements taken.

Test experiments were conducted with air as a sample. The difference between the calculated values of oxygen potential of air and the values obtained experimentally is less than ± 1.5 kJ/mol, which is a acceptable result and proves the correctness of measurements made with this unit. The influence of Gd quantity in composition of uranium-gadolinium oxides on oxygen potential was also studied. Chemical formula of uranium-gadolinium oxides in general is recorded as $\text{U}_{1-y}\text{Gd}_y\text{O}_{2\pm x}$. Samples with composition $y=0.05; 0.10; 0.15$; and $0.0 \leq x \leq 0.2$ were considered. Comparison with the results of previous studies was not made, because the values of y and x are different, but the nature of the obtained dependencies is the same. It is also planned to study the effect of sintering on oxides using the already considered samples.

Г.Н. ЕЛМАНОВ, П.С. ДЖУМАЕВ, Т.Л. МИЩЕНКО,
М.А. ПЕНЯЗЬ

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»

E-mail: GNElmanov@mephi.ru

ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ ПАЯНОГО СОЕДИНЕНИЯ ПРИ ДИФфуЗИОННОЙ ПАЙКЕ НИКЕЛЯ АМОРФНЫМИ ПРИПОЯМИ СИСТЕМЫ Ni-Cr-Fe-Si-B

В настоящей работе пайка модельных образцов из электролитического никеля проводилась с использованием аморфных припоев $\text{Ni}_{71,5}\text{Cr}_{6,8}\text{Fe}_{2,7}\text{B}_{11,9}\text{Si}_{7,1}$ (СТЕМЕТ® 1301А) и $\text{Ni}_{64,2}\text{Cr}_{7,4}\text{Fe}_{4,3}\text{B}_{15,6}\text{Si}_{8,5}$ (СТЕМЕТ® 1301). Припой закладывался в избытке сбоку сборки из двух пластин Ni с клиновидным зазором шириной 0 – 200 мкм. Пайка проводилась при температурах 1050 и 1120 °С с выдержкой 15 и 30 минут соответственно.

Показано, что микроструктуры паяного соединения при пайке припоями СТЕМЕТ 1301 и СТЕМЕТ 1301А существенно не различаются, но при затвердевании остаточного расплава СТЕМЕТ 1301А образуется большее количество кристаллов твердого раствора на основе никеля $\alpha\text{-Ni}$.

Обнаружено, что при зазоре менее 10 мкм в результате рекристаллизации мелкие изотермически выросшие зерна металла вытесняются крупными зернами основного металла, при этом в зоне шва выделений боридов не наблюдается (рисунок 1).

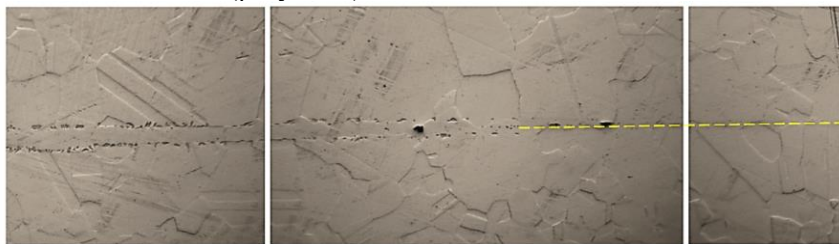


Рисунок 1. Микроструктура паяного соединения
(температура пайки 1050 °С, припой СТЕМЕТ 1301)

При большей толщине зазора в основном металле происходит рост слоя кристаллов Ni_3B , который предположительно лимитируется диффузией кремния в никеле. Увеличение времени пайки приводит к смещению границы раздела между выросшим слоем $\alpha\text{-Ni}$ и исходным Ni в сторону последнего. Это явление наблюдается в промежутке между столбчатыми кристаллами Ni_3B и связывается нами с процессом рекристаллизации.

Обнаружен эффект осаждения зерен Ni на нижнюю поверхность горизонтально шва, выделяющихся из остаточного расплава в процессе охлаждения образцов (рисунок 2). Одновременно происходит растворение части изотермически выросшего слоя α -Ni.

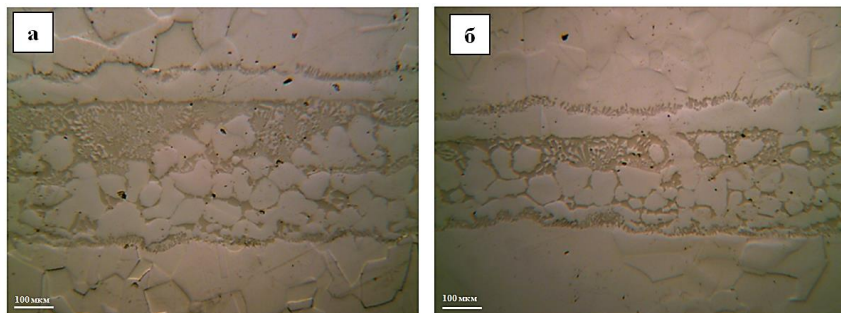


Рисунок 2. Асимметрия микроструктуры паяного соединения в случае пайки припоями CTEMET 1301A (а), CTEMET 1301(б)

В случае пайки при температуре выше температуры плавления двойной эвтектики Ni-Ni₃B (1092 °C) происходит оплавление границ зерен исходного никеля вследствие зернограничной диффузии бора. В результате на расстоянии до 0,5 мм от паяного шва в области тройных стыков зерен Ni наблюдаются выделения эвтектики Ni-Ni₃B, а по границам зерен – тонкие прослойки борида Ni₃B. Это приводит к отсутствию существенного изменения концентрации бора в объеме основного металла на этом расстоянии от шва, т.к. диффузионная длина бора существенно превышает размер зерен никеля. Поэтому использование известных методов моделирования диффузионной пайки в этом случае невозможно.

Установлено, что в процессе затвердевания расплава при изотермической выдержке не происходит заметного перераспределения Si, Cr и Fe между расплавом и кристаллизующимся металлом.

G.N. ELMANOV, P.S. DZHUMAEV, T.L. MISHCHENKO,
M.A. PENYAZ

National Research Nuclear University MEPhI, Moscow, Russia

E-mail: GNElmanov@mephi.ru

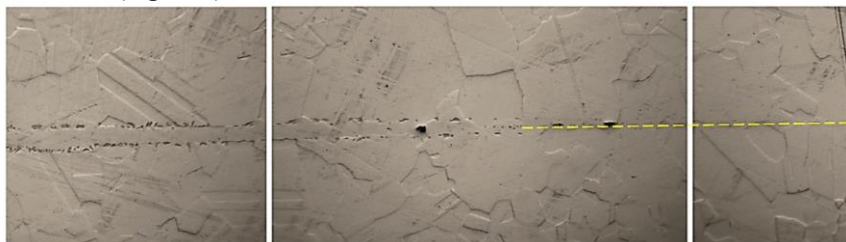
STRUCTURE FORMATION OF NICKEL JOINT BRAZED BY AMORPHOUS Ni-Cr-Fe-Si-B FOILS

In this work, the brazing of electrolytic nickel samples was carried out using amorphous foils $\text{Ni}_{71,5}\text{Cr}_{6,8}\text{Fe}_{2,7}\text{B}_{11,9}\text{Si}_{7,1}$ (STEMET[®] 1301A) и $\text{Ni}_{64,2}\text{Cr}_{7,4}\text{Fe}_{4,3}\text{B}_{15,6}\text{Si}_{8,5}$ (STEMET[®] 1301).

The foil was placed in excess on the side of an assembly of two Ni plates with a wedge-shaped gap 0-200 μm wide. Brazing was carried out at temperatures of 1050 and 1120 °C with a holding time of 15 and 30 minutes, respectively.

It is shown that the microstructures of the brazed joints obtained by brazing with STEMET[®] 1301 and STEMET[®] 1301A filler metals do not differ significantly, but upon solidification of the residual melt STEMET[®] 1301A, a greater number of solid solution crystals $\alpha\text{-Ni}$ are formed.

It was found that in the case of a gap of less than 10 μm , as a result of recrystallization, small isothermally grown grains of the metal are displaced by large grains of the base metal, while boride precipitation is not observed in the seam zone (Figure 1).



*Figure 1. Microstructure of the brazed joint
(brazing temperature 1050 °C, STEMET 1301 filler metal)*

With a larger gap thickness in the base metal, a layer of Ni_3B crystals grows, which is presumably limited by the diffusion of silicon in nickel. An increase in the brazing time leads to a displacement of the interface between the grown $\alpha\text{-Ni}$ layer and the original Ni towards the latter. This phenomenon is observed in the gap between the columnar Ni_3B crystals and is associated by us with the recrystallization process.

The effect of the deposition of Ni grains on the lower surface of the horizontal seam, precipitated from the residual melt during the cooling of the samples, was found (Figure 2). At the same time, a part of the isothermally grown

α -Ni layer dissolves.

The effect of the gravitational settling of Ni crystals on the lower surface of the horizontal seam, precipitated from the residual melt during the cooling, was found (Figure 2). At the same time, a part of the isothermally grown α -Ni layer dissolves.

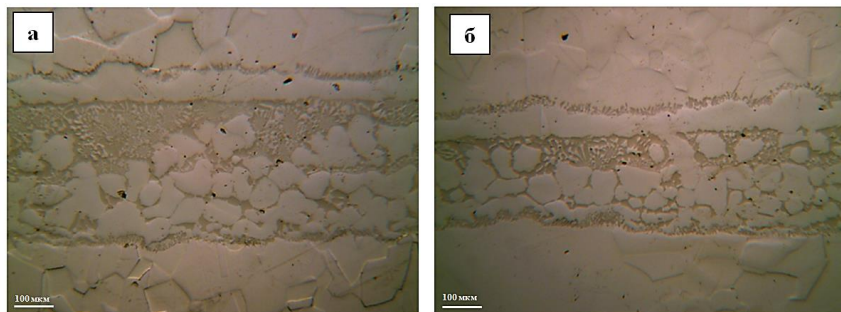


Figure 2. Asymmetry of the microstructure of a brazed joint in the case of brazing with foils STEMET 1301A (a), STEMET 1301(b)

In the case of brazing at a temperature above the melting point of the Ni-Ni₃B double eutectic (1092 °C), the grain boundaries of the original nickel are melted due to grain boundary diffusion of boron. As a result, precipitates of Ni-Ni₃B eutectic are observed at a distance of up to 0.5 mm from the brazed seam in the area of triple joints of Ni grains, and thin layers of boride Ni₃B are observed along the grain boundaries. This leads to the absence of a significant change in the boron concentration in the bulk of the base metal at this distance from the weld, because the diffusion length of boron significantly exceeds the size of nickel grains. Therefore, the use of known methods for modeling diffusion brazing is impossible in this case.

It was found that during the solidification of the melt during isothermal holding, there is no noticeable redistribution of Si, Cr and Fe between the melt and the crystallizing metal.

А.А. ГОЛУБНИЧИЙ, Т.И. ЕФРЕМЕНКОВА,
М.В. ЛЕОНТЬЕВА-СМИРНОВА

АО ВНИИНМ им. А.А. Бочвара

E-mail: aagolubnichy@bochvar.ru

ЭВОЛЮЦИЯ ДИСПЕРСНЫХ ФАЗ В СТАЛИ ЭП823-Ш В РЕЗУЛЬТАТЕ ТЕРМИЧЕСКОГО СТАРЕНИЯ

Сталь ЭП823-Ш была выбрана в качестве материала для оболочки тепловыделяющего элемента (ТВЭЛ) и элементов конструкции тепловыделяющей сборки (ТВС) перспективного реактора на быстрых нейтронах со свинцовым теплоносителем БРЕСТ-ОД-300. Лист толщиной 2 мм предназначен для изготовления пластин для фиксации оболочек поглощающих элементов (ПЭЛ), а также может быть использован для изготовления шестигранных труб чехлов колокола и блоков реактора. Основными факторами, определяющими использование стали ЭП823-Ш, являются ее коррозионная стойкость в свинцовом теплоносителе, радиационная стойкость и жаропрочность [1, 2].

В работе был исследован лист ЭП823-Ш после термического старения при температурах 450, 540 и 580 °С в течение длительного времени выдержки (до 15000 ч). Для изучения кристаллографического типа и элементного состава включений, образующихся в процессе термического старения, была применена методика углеродных экстракционных реплик. ПЭМ-исследования с применением ЭДС-анализатора выявили наличие четырех основных типов дисперсных фаз в стали ЭП823-Ш: карбид хрома $M_{23}C_6$, карбонитрид ниобия МХ, карбонитрид ванадия МХ и фаза Лавеса Fe_2Mo . Результаты определения кристаллографического типа фаз были подтверждены методом рентгеновской дифрактометрии. Установлено, что изменение температуры старения от 540 к 580 °С приводит к различию в размерах и морфологии выделяющейся фазы Лавеса – от тонких (до 10 нм) выделений по границам зерен и субзерен до грубых фаз (до 200 нм), соответственно. Показано отсутствие фазы Лавеса при температуре старения 450 °С даже при времени выдержки 15000 ч. Исследованы кратковременные механические свойства состаренных образцов их их взаимосвязь с изученной структурой.

1. Зеленский Г.К., Иолтуховский А.Г., Леонтьева-Смирнова М.В., Науменко И.А., Толкаченко С.А. Исследование коррозионной стойкости стальной оболочки твэла в свинцовом теплоносителе // *Металловедение и термическая обработка металов.* - №11. - 2007

2. Никитина А.А., Агеев В.С., Леонтьева-Смирнова М.В., Митрофанова Н.М., Науменко И.А., Чернов В.М., Целищев А.В. «Развитие работ по конструкционным материалам активных зон быстрых реакторов» // *Атомная энергия*, Т.119, вып. 5, ноябрь 2015г.

A.A. GOLUBNICHYI, T.I. EFREMENKOVA,
M.V. LEONTEVA-SMIRNOVA
Bochvar Institute of Inorganic Materials
E-mail: aagolubnichy@bochvar.ru

EVOLUTION OF PRECIPITATE PHASES IN EP823 STEEL DURING THERMAL AGING

Steel EP823 was selected as a material for the cladding of the fuel element (TVEL) and structural elements of the fuel assembly (FA) of the promising fast reactor with lead coolant BREST-OD-300. The sheet 2 mm thick is intended for the manufacture of plates for fixing the shells of absorbing elements (PEL), and can also be used for the manufacture of hexagonal tubes of bell covers and reactor blocks. The main factors that determine the use of EP823-Sh steel are its corrosion resistance in a lead coolant, radiation and heat resistance [1, 2].

In this work, EP823-Sh sheet was studied after thermal aging at temperatures of 450, 540, and 580 °C for a long exposure time (up to 15000 h). To study the crystallographic type and elemental composition of precipitates formed during thermal aging carbon extraction replicas were prepared. TEM studies using an EDS analysis revealed the presence of four main types of secondary phases in EP823-Sh steel: chromium carbide $M_{23}C_6$, niobium carbonitride MX, vanadium carbonitride MX, and Laves phase Fe_2Mo . The results of determining the crystallographic type of phases were confirmed by X-ray diffraction. It was found that a change in the aging temperature from 540 to 580 °C leads to a difference in the size and morphology of the precipitated Laves phase – from fine (up to 10 nm) precipitates along the grain and subgrain boundaries to coarse phases (up to 200 nm), respectively. The absence of the Laves phase was shown at an aging temperature of 450 °C even at a tempering time of 15000 h. Mechanical properties of aged samples such as tensile strength, yield strength, ductility and their relationship with the observed microstructure were studied.

References

1. Zelenskiy G.K., Ioltukhovskiy A.G., Leonteva-Smirnova M.V. // *Corrosion resistance studying of steel cladding in lead coolant*. // *Metal Science and Heat Treatment*. №11.- 2007
2. Nikitina A.A., Ageev V.S., Leonteva-Smirnova M.V., Mitrofanova N.M., Tselishev A.V. // *Developments in structural materials for fast reactor cores* // *Atomic Energy*, vol. 119, № 5, 2015

А.Б.МИХАЙЛОВА¹, Б.П.МИХАЙЛОВ¹, В.Я.НИКУЛИН²,
П.В.СИЛИН², И.В.БОРОВИЦКАЯ¹, Е.Н. ПЕРЕГУДОВА²

¹ *Институт металлургии и материаловедения им.А.А.Байкова РАН,
Москва, Россия*

² *Физический институт им П.Н. Лебедева РАН, Москва, Россия*

Sasham1@mail.ru

Исследование влияния ударно – волнового воздействия плазмы
на структуру и микроструктуру композитов (Bi-2223+ZrN)

В докладе представлены результаты, полученные в результате изучения влияния введения добавки тугоплавкого соединения ZrN в различных концентрациях (0,05 – 0,2 мас%) в сверхпроводящий композит на основе соединения Bi-2223 и последующего направленного ударно-волнового воздействия высокоплотной плазмы на полученные образцы покрытий из данного композита. В ходе экспериментов были изучены изменения, происходящие в микроструктуре исследуемых лент как в объеме сверхпроводящего зерна так и на его поверхности. Также с использованием рентгеноструктурных методов изучена структура композитов до и после УВВ. Показано как изменяется плотность и пористость. Методами фазового анализа исследован фазовый качественный и количественный состав образцов до и после введения добавок и после УВВ плазмы.

Работа выполнялась по Государственному заданию: № 075-00947-20-00 и при поддержке РФФ, грант № 16-12-10351 в части обработки образцов на установке Плазменный фокус

A.B. MIKHAILOVA¹, B.P. MIKHAILOV¹, V.YA. NIKULIN²,
P.V. SILIN², I.V. BOROVITSKAYA¹, E.N. PEREGUDOVA²

¹ *Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science RAS, Moscow,*

² *Lebedev Physical Institute of RAS, Moscow, Russia*

Investigation of the influence of the shock-wave action of plasma on
the structure and microstructure of composites (Bi-2223 + ZrN)

The report presents the results obtained as a result of studying the effect of introducing of a refractory additive (ZrN compound in various concentrations (0.05 - 0.2 wt%)) into a superconducting composite based on a Bi-2223 compound and the subsequent directed shock-wave action of a high-density plasma on the obtained samples of coatings from this composite. In the course of the experiments, the changes occurring in the microstructure of the studied tapes were studied both in the volume of the superconducting core and on its surface.

Also, using X-ray diffraction methods, the structure of composites was studied before and after air-blast. It is shown how density and porosity change. Phase analysis was used to study the phase qualitative and quantitative composition of the samples before and after the introduction of additives and after the shock-wave action of high-density plasma.

The work was carried out under the State Assignment: No. 075-00947-20-00 and with the support of the Russian Science Foundation, grant No. 16-12-10351 for sample processing at «Plasma Focus» facility.

НОВЫЕ МАТЕРИАЛЫ: НЕРАВНОВЕСНЫЕ СОСТОЯНИЯ
Сборник тезисов докладов 18-й Международной школы-конференции
для молодых ученых и специалистов.
14 декабря – 17 декабря 2020 г.

Подписано в печать 25.12.2020. Формат 60х84 1/16.
Печ. л. 10,5 Тираж 10 экз.
Изд № 008-3. Заказ № 76

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»
Типография НИЯУ МИФИ
115409, Москва, Каширское ш. 31

