
Diagnostics, Resource and Mechanics
of materials and structures

Editor-in-Chief: **Eduard S. Gorkunov**, RAS Academician (Russia)
Deputy Editors-in-Chief: **Sergey V. Smirnov**, **Sergey V. Gladkovsky**

Editorial Council

Chairman: **Eduard S. Gorkunov**, RAS Academician (Russia)

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

Editorial Board

Boris V. Artemyev (Moscow)
Vladimir A. Bataev (Novosibirsk)
Aleksandr K. Belyaev (St.-Peterburg)
Vera V. Berezovskaya (Ekaterinburg)
Alexander A. Bogatov (Ekaterinburg)
Sergey V. Burov (Ekaterinburg)
Vladimir O. Vaskovsky (Ekaterinburg)
Dmitry I. Vichuzhanin (Ekaterinburg)
Mladen N. Georgiev (Sofia, Bulgaria)
Vladimir G. Degtyar (Miass)
Igor G. Emelyanov (Ekaterinburg)
Sergey M. Zadvorkin (Ekaterinburg)
Alexander G. Zalazinsky (Ekaterinburg)
Anatoly V. Konovalov (Ekaterinburg)
Vladimir N. Kostin (Ekaterinburg)
Aleksey V. Makarov (Ekaterinburg)
Lev A. Merzhievsky (Novosibirsk)
Radik R. Mulyukov (Ufa)
Vitaly V. Muravyov (Izhevsk)
Aleksandr P. Nichipuruk (Ekaterinburg)
Oleg A. Plekhov (Perm)
Anna M. Povlotskaya (Ekaterinburg)
Nataliya B. Pugacheva (Ekaterinburg)
Igor Yu. Pyshmintsev (Chelyabinsk)
Anatoly B. Rinkevich (Ekaterinburg)
Roman A. Savray (Ekaterinburg)
Alexander S. Smirnov (Ekaterinburg)
Yury V. Subachev (Ekaterinburg)
Alexander I. Ulyanov (Izhevsk)
Yulia V. Khudorozhkova (Ekaterinburg)

Elena E. Verstakova, editor of the English translation
Irina M. Tsiklina, editor of Russian texts
Ekaterina V. Blashchanevich, associate editor
Lyubov N. Lobova, associate editor
Galina V. Torlopova, associate editor
Raul N. Shakirov, site admin

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

Главный редактор: Горкунов Эдуард Степанович – академик РАН, д.т.н.
Заместители главного редактора: **Сергей Витальевич Смирнов**, д.т.н.; **Сергей Викторович Гладковский**, д.т.н.

Редакционный совет:

Председатель совета – Горкунов Эдуард Степанович, академик РАН, д.т.н. (Россия)

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

Редакционная коллегия:

Главный редактор – **Горкунов Эдуард Степанович**, академик РАН, д.т.н. (Екатеринбург)

Зам. главного редактора – **Смирнов Сергей Витальевич**, д.т.н. (Екатеринбург)

Зам. главного редактора – **Гладковский Сергей Викторович**, д.т.н. (Екатеринбург)

Артемьев Борис Викторович, д.т.н., (Москва)
Батаев Владимир Андреевич, д.т.н. (Новосибирск)
Беляев Александр Константинович, д.ф.-м.н., (Санкт-Петербург)
Березовская Вера Владимировна, д.т.н., (Екатеринбург)
Богатов Александр Александрович, д.т.н. (Екатеринбург)
Буров Сергей Владимирович, к.т.н. (Екатеринбург)
Васьковский Владимир Олегович, д.ф.-м.н. (Екатеринбург)
Вичужанин Дмитрий Иванович, к.т.н. (Екатеринбург)
Георгиев Младен Николов, д.т.н. (София, Республика Болгария)
Дегтярь Владимир Григорьевич, член-корр. РАН, д.т.н. (Миасс)
Емельянов Игорь Георгиевич, д.т.н. (Екатеринбург)
Задворкин Сергей Михайлович, к.ф.-м.н. (Екатеринбург)
Залазинский Александр Георгиевич, д.т.н. (Екатеринбург)
Коновалов Анатолий Владимирович, д.т.н. (Екатеринбург)
Костин Владимир Николаевич, д.т.н. (Екатеринбург)
Макаров Алексей Викторович, д.т.н. (Екатеринбург)
Мержиевский Лев Алексеевич, д.т.н. (Новосибирск)
Мулюков Радик Рафикович, д.ф.-м.н. (Уфа)
Муравьев Виталий Васильевич, д.т.н. (Ижевск)
Ничипурук Александр Петрович, д.т.н. (Екатеринбург)
Плехов Олег Анатольевич, д.ф.-м.н. (Пермь)
Поволоцкая Анна Моисеевна, к.т.н. (Екатеринбург)
Пугачева Наталия Борисовна, д.т.н. (Екатеринбург)
Пышминцев Игорь Юрьевич, д.т.н. (Челябинск)
Ринкевич Анатолий Брониславович, д.ф.-м.н. (Екатеринбург)
Саврай Роман Анатольевич, к.т.н. (Екатеринбург)
Смирнов Александр Сергеевич, к.т.н. (Екатеринбург)
Субачев Юрий Владимирович, к.т.н. (Екатеринбург)
Ульянов Александр Иванович, д.т.н. (Ижевск)
Худорожкова Юлия Викторовна, к.т.н. (Екатеринбург)

Верстакова Елена Евгеньевна – редактор перевода текста на английский язык

Циклина Ирина Михайловна – редактор текста

Блащачевич Екатерина Владимировна – помощник редактора

Лобова Любовь Николаевна – помощник редактора

Торлопова Галина Викторовна – помощник редактора

Шакиров Рауль Нурович, к.т.н. – администратор сайта журнала

Адрес редакции:

Россия, 620049, г. Екатеринбург, ул. Комсомольская, д. 34., ИМАШ УрО РАН

телефон: +7 (343) 375 35 83, факс +7 (343) 374-53-30

e-mail: dream-journal@mail.ru

http://dream-journal.org

CONTENTS

Editorial	6
Barannikova S. A., Shlyakhova G. V., Zuev L. B. Studying the structure of the elements of the cable of technical superconductors by atomic force microscopy.	7
Davydov D. I., Afanasiev S. V., Pilyugin V. P., Shishkin D. A., Terent'ev P. B. Structure and magnetic properties of a nickel-based superalloy after deformation	16
Shkatulyak N. M., Dragomeretskaya E. A., Usov V. V., Rabkina M. D., Palienko A. L. Texture and coercive force of the metal of furnace tube coils.	29
Gromov V. E., Morozov K. V., Ivanov Yu. F., Aksenova K. V., Peregudov O. A., Semin A. P. Formation and evolution of structure-phase states in rails after drawn resource	38
Bochkareva A. V., Lunev A. G., Li Yu. V., Barannikova S. A., Zuev L. B. The digital image correlation method applied to studying the localization of the plastic deformation of an alluminum alloy electrolytically saturated with hydrogen	45

СОДЕРЖАНИЕ

От редакции	6
Баранникова С.А., Шляхова Г.В., Зуев Л.Б. Исследование структуры элементов кабеля технических сверхпроводников методами атомно-силовой микроскопии.	7
Давыдов Д. И., Афанасьев С. В., Пилюгин В. П., Шишкин Д. А., Терентьев П. Б. Структура и магнитные свойства жаропрочного никелевого сплава после деформации.	16
Шкатуляк Н. М., Драгомерецкая Е. А., Усов В. В., Рабкина М. Д., Палиенко А. Л. Текстура и коэрцитивная сила трубчатых печных змеевиков.	29
Gromov V. E., Morozov K. V., Ivanov Yu. F., Aksenova K. V., Peregodov O. A., Semin A. P. Formation and evolution of structure-phase states in rails after drawn resource	38
Бочкарёва А. В., Лунев А. Г., Ли Ю. В., Баранникова С. А., Зуев Л. Б. Исследование локализации пластической деформации электролитически насыщенного водородом алюминиевого сплава методом декорреляции цифровых спекл-изображений.	45

EDITORIAL

Dear colleagues and friends,

The year 2015 – the year that saw the launch of our Journal – is over now. The first steps are always the hardest, but, together with you, we have made them and seem to have overcome all the difficulties of the start. I would like to express my gratitude to all who contributed to the Journal, to all the reviewers for their kind attention to the submitted papers and their valuable remarks improving the quality of the published materials. It is owing to all of you and to the level you set that we have managed to enter the system of the Russian Science Citation Index (RSCI).

Starting from 2016, a leap year, we step into a new stage of being. We, the Journal authorities, will certainly take pains to develop and improve the Journal, and you, our contributors and reviewers, are in for organizing and conducting new research. We hope that scientific research will be in ever-increasing demand from the world community and that your investigations and developments will find their consumers. We are moving on to having the Journal indexed in the international databases and to entering [Scopus](#) and [Web of Science](#), and we hope you will be with us on this way.

The coming year is certain to become a year of further development and creation wanted by people. Our specialists have great potentialities, sound bases, traditions and schools of thought, powerful research and production teams.

Dear colleagues, with all my heart I wish you a Happy New Year! May the coming year be a success for you in terms of creativity in generating new scientific knowledge! May it bring brightness, prosperity, peace and serenity to you, your families and colleagues!

Eduard Gorkunov

ОТ РЕДАКЦИИ

Дорогие друзья и коллеги!

Позади 2015-й год, этот год стал стартовым для нашего Журнала. Начало пути всегда сопряжено с трудностями, но мы их преодолели вместе с вами. Хотелось бы поблагодарить всех авторов, откликнувшихся и направивших статьи в наш журнал, всех рецензентов, уделивших так много внимания статьям, и сделавших ценные замечания авторам, которые помогли повысить уровень наших публикаций. Благодаря всем вам и тому уровню, который вы задали, мы смогли войти в систему Российского индекса научного цитирования (РИНЦ).

Начиная 2016-й високосный год, мы входим в новый этап развития. Предстоит большая работа для нас по становлению журнала, а для вас – по организации новых научных исследований. Мы надеемся, что наука будет все более и более востребована обществом, а исследования и разработки, которым вы посвящаете свою жизнь, дойдут до потребителей. Мы движемся дальше к индексированию журнала в международных базах данных и вхождения в [Scopus](#) и [Web of Science](#), и мы надеемся, что на этом пути вы будете с нами.

Уверен, что Новый год станет годом дальнейшего развития и созидания, так нужного людям. У наших специалистов есть высокий потенциал, крепкие основы, сложившиеся традиции и школы, сильные научные и производственные коллективы.

Дорогие коллеги, от всей души поздравляю вас с Новым годом, желаю достижения максимального жизненного ресурса и дальнейших творческих успехов в создании новых научных знаний. Пусть этот год будет для вас и ваших близких светлым, удачным и счастливым! Искренне желаю процветания и стабильности вам и вашим коллегам в Новом году!

Эдуард Горкунов

STUDYING THE STRUCTURE OF THE ELEMENTS OF THE CABLE OF TECHNICAL SUPERCONDUCTORS BY ATOMIC FORCE MICROSCOPY

S. A. Barannikova^{1,2*}, G. V. Shlyakhova^{1,3}, L. B. Zuev^{1,2}

¹*Institute of Strength Physics and Materials Science of Siberian Branch Russian Academy of Sciences; (ISPMS SBRAS); Address: 2/4, pr. Akademicheskii, Tomsk, 634055, Russia*

²*National Research Tomsk State University (TSU), 36 Lenin Prospekt, Tomsk, 634050, Russia*

³*Seversk Technological Institute - branch of State Autonomous Educational Institution of Higher Professional Education «National Research Nuclear University «MEPhI» (STI NRNU MEPhI); Address: 65, Communistic prospectus, Seversk, 636036, Russia*

* Corresponding author. E-mail: bsa@ispms.tsc.ru; address for correspondence: ISPMS SBRAS, 2/4, pr. Akademicheskii, Tomsk, 634055, Russia. Tel.: +7 3822 286923

Microstructural evolution in a superconductive cable made of the Nb+47%Ti alloy and drawn to obtain intermediate reduction from Ø1.3 to Ø1.2 mm is studied by atomic force, optical and electron microscopies. This alloy is used for making current-carrying elements in the magnetic system of the International Thermonuclear Experimental Reactor (ITER). The aim of the paper is to analyze the effect of cold deformation by drawing on the structure of a Nb-Ti alloy-based multicore superconductor. The microstructures have been examined, as well as the effect they have on the properties of the cold-drawn superconductive Nb-Ti alloy. The micro structural parameters, such as grain and subgrain sizes, phase and chemical homogeneity of the grains, have been determined. Strain localization zones have been revealed in the sites of wire breakage. Changes in the chemical composition of Nb-Ti wires in defect-free breakage zones have been detected. It has been found that a diffusion Nb barrier is formed around the Nb-Ti wire placed in the copper binder.

Keywords: superconductors, defects, microstructure.

DOI: 10.17804/2410-9908.2016.1.007-015

References

1. Ginzburg V.L., Andryushin E.A. *Sverkhprovodimost* [Superconductivity]. Moscow, Alfa-M Publ., 2006, 110 p. (In Russian).
2. Shikov A.K., Nikulin A.D., Silaev A.G., Pantsyrnyi V.I., Vedernikov G.P., Dergunova E.A., Potanina L.V., Plashkin E.I., Sudyev S.V. Development of superconductors for the magnetic system of ITER in Russia. *Izvestiya vuzov. Tsvetnaya metallurgiya*, 2003, no. 1, pp. 36–43. (In Russian).
3. Kozlenkova Nina I., Vedernikov Gennadi P., Shikov Alexander K., Potanina Ludmila V., Filatov Alexei V., Vorobieva Alexandra E., Pantsyrnyi Viktor I., Gubkin Igor N. Study on $I_c(T, B)$ for the NbTi Strand Intended for ITER PF Insert Coil. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 2004, vol. 14, no. 2, pp. 1028–1030. DOI: 10.1109/TASC.2004.830385.
4. Lee P.J., Larbalestier D.C. Development of nanometer scale structures in composites of NbTi and their effect on the superconducting critical current density. *Acta Metallurgica*, 1987, vol. 35, iss. 10, pp. 2523–2536. DOI:10.1016/0001-6160(87)90149-0.
5. Cherny O.V., Tikhinsky G.F., Storozhilov G.E., Lazareva M.B., Kornienko L.A., Andrievskaya N.F., Slezov V.V., Sagalovich V.V., Starodubov Ya.D., Savchenko V.I. Niobium-titanium superconductors with high current-carrying ability. *Sverkhprovodimost. Fizika, khimiya, tekhnika*, 1991, vol. 4, no. 8, pp. 1617–1623. (In Russian).
6. Mironov V.L. *Osnovy skaniruyushchei zondovoi mikroskopii* [Foundations of Scanning Probe Microscopy]. N. Novgorod, IFM RAN Publ., 2004, 110 p. (In Russian).
7. Zuev L.B., Shlyakhova G.V., Barannikova S.A., Kolosov S.V. Research of a microstructure of elements of a cable from a superconducting alloy of Nb-Ti. *Russian Metallurgy*, 2013, vol. 2013, iss. 3, pp. 229–234. DOI: 10.1134/S0036029513030129.

8. Shlyakhova G.V., Barannikova S.A., Zuev L.B. Studying the fine structure of the elements of technical superconducting cables. *Fizika i khimiya obrabotki materialov*, 2014, no. 4, pp. 80–88. (In Russian).
9. Shlyakhova G.V., Barannikova S.A., Zuev L.B. Studying the nanostructural elements of the cable of technical Nb-Ti superconductors. *Izvestiya Vuzov. Chernaya Metallurgiya*, 2013, no. 10, pp. 64–67. (In Russian).
10. Shlyakhova G.V., Barannikova S.A., Zuev L.B. Studying the centers of plastic strain localization in a Nb-Ti-based superconducting cable. *Metallofizika i noveishie tekhnologii*, 2013, vol. 35, no. 4, pp. 453–465. (In Russian).
11. Zuev L.B., Zavodchikov S.Y., Poletika T.M., Cheremnykh G.S., Filippov V.B., Belov V.I., Arzhakova V.M., Bocharov O.V., Shikov A.K. Phase composition, structure and plastic deformation localization in Zr1%Nb alloy. In: P. Rudling, B. Kammenzind, eds. *Proceedings of 14th International Symposium on Zirconium in the Nuclear Industry*. West Conshohocken, ASTM, 2006, pp. 264–274. DOI: 10.1520/STP37511S.
12. Zuev L.B., Danilov V.I., Barannikova S.A. *Fizika makrolokalizatsii plasticheskogo techeniya* [Physics of Plastic Flow Macrolocalization]. Novosibirsk, Nauka Publ., 2008. 327 p. (In Russian).
13. Zuev L.B., Barannikova S.A. Experimental study of plastic flow macro-scale localization process: pattern, propagation rate, dispersion. *International Journal of Mechanical Sciences*, 2014, vol. 88, pp. 1–7. DOI: 10.1016/j.ijmecsci.2014.06.012.УДК 620.186/187

Подана в журнал: 25.12.2015
УДК 620.186/187
DOI: 10.17804/2410-9908.2016.1.007-015

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ ЭЛЕМЕНТОВ КАБЕЛЯ ТЕХНИЧЕСКИХ СВЕРХПРОВОДНИКОВ МЕТОДАМИ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ

С.А. Баранникова^{1,2*}, Г.В. Шляхова^{1,3}, Л.Б. Зуев^{1,2}

¹Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, 634055, г. Томск, пр. Академический 2/4, Россия

²Национальный исследовательский Томский государственный университет,
634050, г. Томск, пр. Ленина, 36, Россия

³Северский технологический институт – филиал НИЯУ МИФИ, 636036, Томская область, г. Северск,
пр. Коммунистический, 65, Россия

*Ответственный автор. E-mail: bsa@ispms.tsc.ru; ИФПМ СО РАН, 634055, г. Томск, пр. Академический 2/4, Россия. Телефон: 8 (3822) 286-923

Методами атомно-силовой, электронной и оптической микроскопии исследована эволюция структуры на промежуточной стадии волочения при переходе $\varnothing 1,3 \rightarrow \varnothing 1,2$ мм сверхпроводящего кабеля на основе сплава ниобий-титан (Nb+47 % Ti), который используется в качестве токонесущих элементов в магнитной системе Международного термоядерного экспериментального реактора (ИТЭР). Цель работы – анализ влияния холодной деформации волочением на структуру многожильного сверхпроводника на основе сплава Nb-Ti. Исследованы микроструктуры и их влияние на свойства сверхпроводящего сплава Nb-Ti после холодного волочения. Определены такие структурные параметры, как размеры зерен и субзерен. Выявлены зоны локализации пластической деформации в местах обрывов сверхпроводника. Обнаружено изменение формы волокон Nb-Ti в бездефектной области и в зоне разрыва кабеля. Выявлен диффузионный Nb барьер вокруг волокон Nb-Ti, размещенных в медной матрице.

Ключевые слова: сверхпроводники, дефекты, микроструктура.

1. Введение

Практика использования сверхпроводников позволяет решить ряд важных технических проблем в тех областях техники, где применение традиционных электротехнических материалов экономически нецелесообразно или принципиально невозможно. Среди различных сверхпроводящих материалов сплав Nb-Ti, используемый для изготовления токонесущих элементов в магнитной системе Международного термоядерного экспериментального реактора (ИТЭР), занимает особое положение [1]. Конструкция сверхпроводящего кабеля состоит из нескольких тысяч сверхпроводящих жил диаметром 2...5 мкм, фиксируемых медной матрицей [2]. К таким кабелям предъявляются высокие требования, наиболее важными из которых являются величина и стабильность критических параметров, стабильность токовых характеристик, безобрывность сверхпроводящих волокон (жил), их структурная однородность по длине провода и малые отклонения от геометрических размеров поперечного сечения [3–5].

При производстве проводников из сверхпроводящего сплава Nb-Ti наиболее ответственным этапом является холодное волочение, в ходе которого исходная композиционная заготовка деформируется от $\varnothing 60 \dots 70$ мм до $\varnothing 0,1 \dots 1,0$ мм. На этом этапе необходимо обеспечить безобрывность процесса и заданную плотность микродефектов в сверхпроводнике, контролирующую образование центров пиннинга (закрепления магнитных вихрей Абрикосова в сверхпроводниках II рода) [1].

Настоящая работа направлена на анализ влияния холодной деформации волочением на структуру многожильного сверхпроводника на основе сплава Nb-Ti.

2. Материалы и методика

Деформационная структура и субструктура многожильного кабеля со сверхпроводящими жилами из сплава Nb-47,5 мас.%Ti исследовалась на промежуточной стадии волочения при переходе $\varnothing 1,3 \rightarrow \varnothing 1,2$ мм. Для анализа состава и структуры композитного многожильного провода использовалось несколько методик, обеспечивающих необходимое пространственное разрешение: оптическая микроскопия (Neophot-21 и Olympus GX 71), атомно-силовая микроскопия (Solver PH47-PRO) с использованием контактного метода.

3. Результаты и обсуждение

Многожильный сверхпроводящий кабель на основе сплава Nb-Ti представляет собой трехслойную конструкцию, в которой между медными сердечником и внешней оболочкой располагается промежуточный слой из волокон Nb-Ti, размещенных в медной матрице (композит) (рис. 1). Такой композит может также содержать резистивные или диффузионные барьеры, стабилизирующие оболочки и прочные армирующие элементы [2].

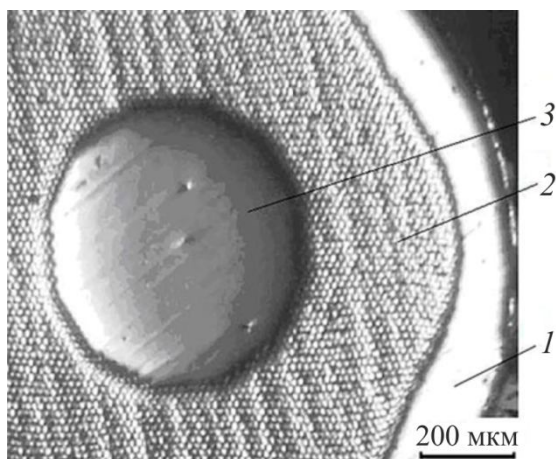


Рис. 1. Поперечное сечение кабеля технических сверхпроводников Nb-Ti на промежуточной стадии волочения при переходе $\varnothing 1,3 \rightarrow \varnothing 1,2$ мм: 1 – медная оболочка; 2 – волокна Nb-Ti; 3 – медный сердечник

Для более точного выявления рельефа поперечных сечений элементов кабеля использовали атомно-силовую микроскопию с применением контактного метода в режиме “постоянной силы” [6]. В результате сканирования вокруг волокон Nb-Ti, размещенных в медной матрице, выявлен диффузионный Nb барьер, который отчетливо проявляется в виде выступов рельефа в зоне сопряжения жилы с матрицей (рис. 2 а).

На профилограмме, построенной методом секущих, ниобиевый барьер выявляется по высокоамплитудным максимумам шириной до 250...260 нм, разделенных низкоамплитудными линиями рельефа для волокон Nb-Ti и медной матрицы (рис. 2 б, в).

В результате интенсивной пластической деформации медь в сердечнике приобретает субмикроструктурную структуру со средним размером зерен ~ 800 нм. В такой структуре чередуются одиночные зерна и их конгломераты, насчитывающие до 8 зерен. Сильнее всего медь в сердечнике продеформирована по границе *сердечник – промежуточный слой проводника*, где максимальный размер зерна составил ~ 2120 нм, а минимальный ~ 310 нм. В промежуточном слое между волокнами в матрице медь представлена равноосными зернами

со средним размером ~ 800 нм. В то же время средний размер зерен меди в оболочке провод-проводника составил ~ 1050 нм [7, 8].

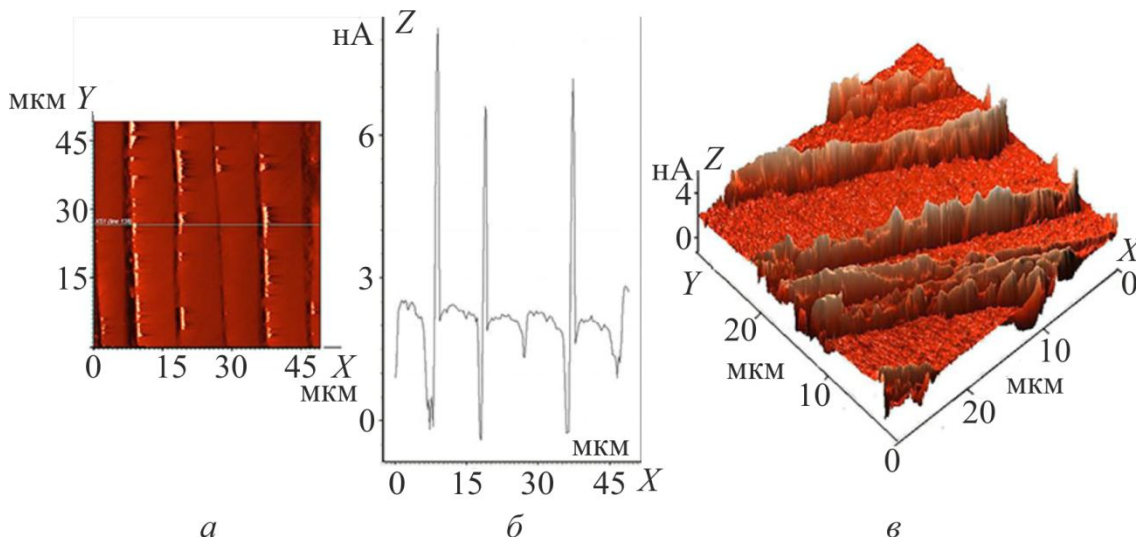


Рис. 2. Ниобиевый барьер вокруг волокон в матрице проводника в продольном сечении в исходном состоянии без шлифования в бездефектной области (а); профилограмма этого участка (б); 3D изображение (в)

В ходе микроскопических исследований в промежуточном слое со стороны внутренней поверхности на границе с медным сердечником обнаружен специфический дефект в местах обрыва сверхпроводящих жил [12] (Рис. 3).

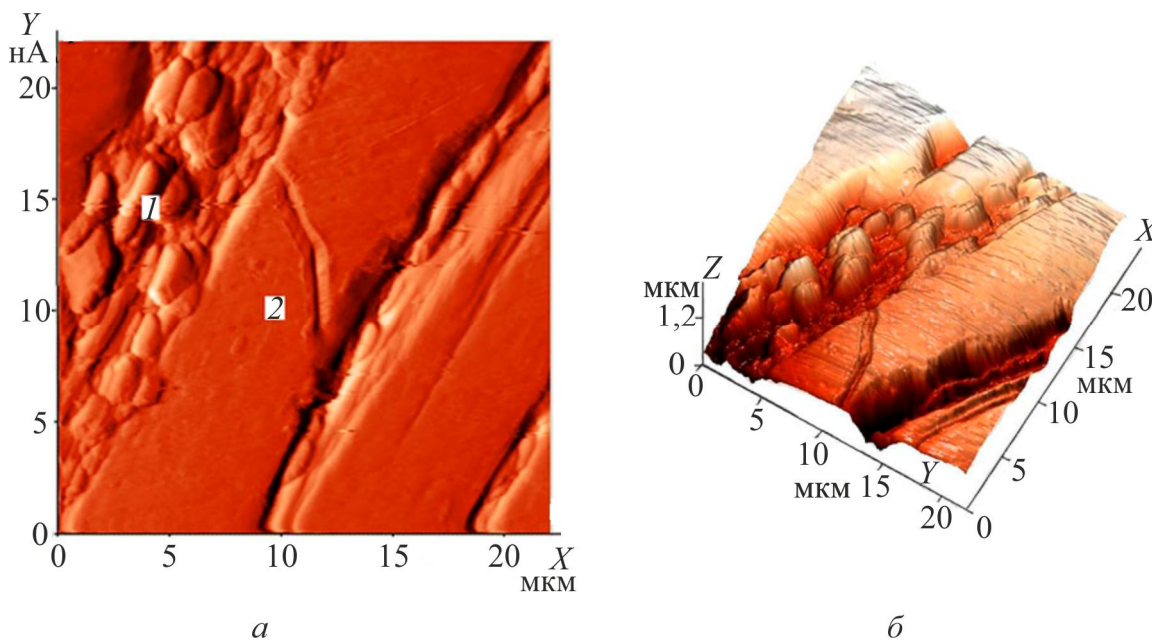


Рис. 3. Обрыв волокна проводника в продольном сечении в исходном состоянии без шлифования в бездефектной области (а); 3D изображение (б); 1 – медная матрица; 2 – волокно Nb-Ti

Исследования тонкой структуры элементов кабеля показали, что зона обрыва сопряжение границы *волокно – матрица* характеризуется частичным отсутствием ниобиевого барьера. Структура меди в медной матрице характеризуется как деформированная и релаксированная. Далее сопряжение границы *матрица – волокно*

характеризуется наличием ниобиевого барьера. Структура Nb барьера субмикрорекристаллическая, зерна мелкие с незначительной неравноосностью.

Для исследования морфологии зоны обрыва по глубине шлифа снимали несколько раз слой на шлифовальной бумаге по 0,5 мм. Металлографические исследования показали, что со стороны внутренней поверхности, прилегающей к медному сердечнику, все волокна Nb-Ti имеют округлую форму. Первые следы пластической деформации волочением наблюдаются в промежуточном слое в области, прилегающей к медной оболочке. Со стороны внешней поверхности волокна Nb-Ti имеют форму в виде ромбов.

Топография поперечного сечения после шлифования на глубину 0,5 мм в месте обрыва проводника с использованием оптической и атомно-силовой микроскопии показала, что в области, прилегающей к медному сердечнику, близлежащие волокна Nb-Ti имеют неправильную форму и образуют зону локализации деформации, как и в исходном состоянии без шлифования (рис. 4 а; 5 а). В месте обрыва проводника в матрице промежуточного слоя между Nb-Ti волокнами средний размер зерна меди составил ~850 нм. Следует отметить, что по результатам статистической обработки, в бездефектной области средний размер зерна меди в матрице ~800 нм сопоставим с размером зерна меди ~850 нм в месте обрыва проводника [9, 10]. После шлифования поперечного сечения на глубину 0,5 мм в месте обрыва проводника вокруг волокон Nb-Ti, размещенных в медной матрице, обнаружен Nb барьер, который проявляется на профилограмме в виде высоких, тонких высокоамплитудных максимумов шириной до 250 нм, аналогичный ниобиевому барьеру в исходном состоянии без шлифования. Такой же Nb барьер обнаруживается вокруг волокон Nb-Ti в месте обрыва после шлифования на глубину 1 мм.

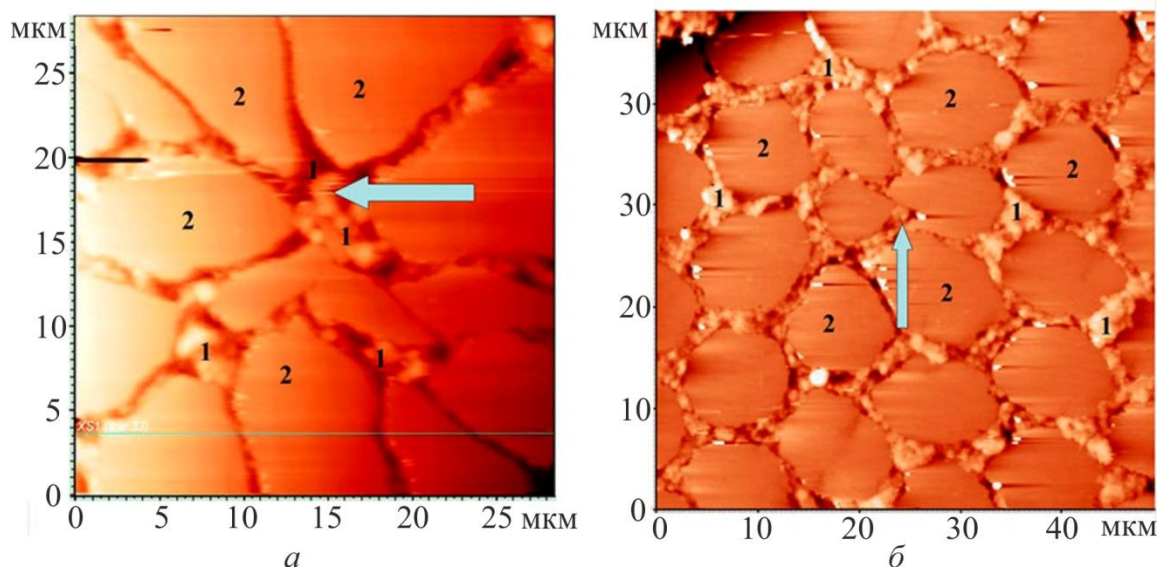


Рис. 4. Изменение зоны локализации пластической деформации в местах обрыва волокон Nb-Ti проводника (указана стрелкой) по глубине шлифования, атомно-силовая микроскопия: а – 0 мм, б – 2 мм; 1 – медная матрица, 2 – волокна Nb-Ti

Металлографические исследования поперечных сечений проводника после шлифования и травления на глубину 1 мм показали, что в бездефектной области общий вид Nb-Ti волокон подобен исходному состоянию без шлифовки. В зоне обрыва происходит объединение вытянутых волокон в единую область, что указывает на неравномерный характер деформации волокон по длине провода. Близлежащие волокна Nb-Ti в зоне локализации пластической деформации приобретают округлую форму.

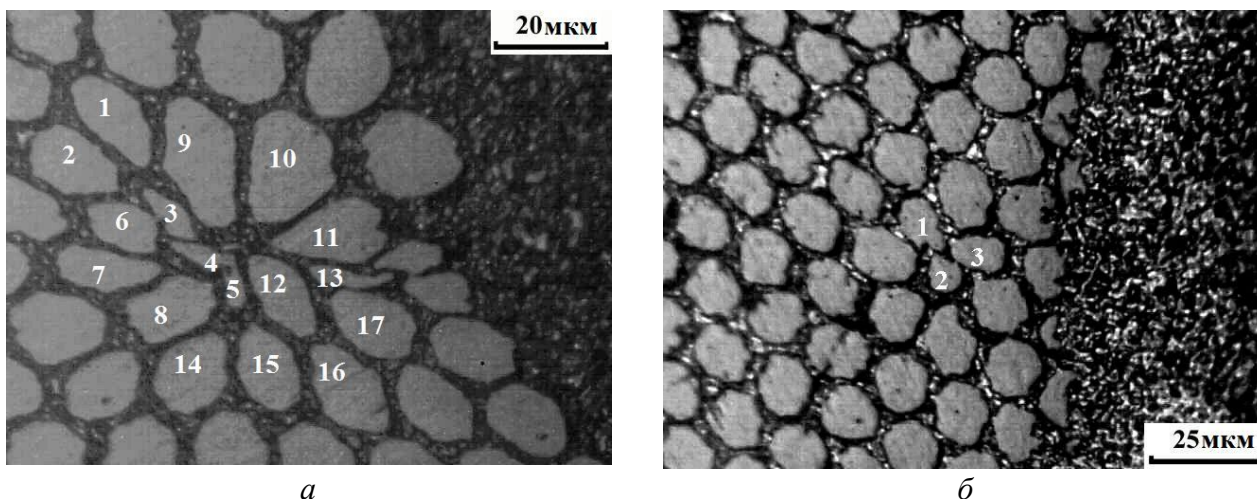


Рис. 5. Эволюция зоны локализации пластической деформации в местах обрыва волокон Nb-Ti проводника по глубине шлифования, оптическая микроскопия: а – 0 мм; б – 2 мм

Структурные исследования поверхности шлифа на оптическом микроскопе после шлифования на глубину 2 мм показали, что общий вид зоны локализации пластической деформации в виде дефекта по сравнению с исходным состоянием, существенно изменился. Волокна Nb-Ti непосредственно в месте обрыва постепенно объединяются (рис. 4 б; 5 б), а близлежащие волокна Nb-Ti вокруг дефекта имеют округлый вид, что характерно для волокон Nb-Ti в бездефектной области. Следует отметить, что в другой области вблизи границы *промежуточный слой волокон Nb-Ti в медной матрице – медный сердечник* обнаружен еще один дефект в виде двух волокон Nb-Ti меньшего размера и неправильной формы по сравнению с близлежащими волокнами Nb-Ti. Сканирование поверхности поперечного сечения шлифа с помощью атомно-силовой микроскопии “контактным методом”, после травления и шлифования на глубину 2 мм показало, что вокруг волокон Nb-Ti, размещенных в медной матрице, также наблюдается Nb барьер, который ранее обнаружен в исходном состоянии в бездефектной области без шлифования и проявляется на профилограммах в виде высоких, тонких высокоамплитудных максимумов шириной до 250 нм. Nb барьер также присутствует на всех Nb-Ti волокнах сверхпроводника как со стороны внутренней, так и внешней поверхности волокон в медной матрице.

В основе подходов, традиционно используемых при анализе ресурса пластичности технических сверхпроводников на основе сплава Nb-Ti [11], лежит представление о равномерности и однородности пластической деформации, о макромасштабной локализации непосредственно перед разрушением, что не соответствует современным представлениям. Экспериментальные данные о природе пластической деформации показывают, что присущая ей с самого начала деформирования неоднородность может приводить к раннему формированию одного или нескольких устойчивых очагов локализации пластического течения [11–13] и в дальнейшем – к обрыву жилы. Предпринятые в последнее время детальное исследование макролокализации деформации позволили установить однозначное соответствие между законом пластического течения на данном участке деформационной кривой и типом пространственно-временного распределения компонент тензора пластической дилатации [12, 13]. Эти факты должны приниматься во внимание при разработке технологии холодной деформации волочением до получения сверхпроводниковых жил требуемых размеров.

4. Заключение

Проанализированы особенности тонкой структуры элементов кабеля технических сверхпроводников на основе ниобий-титанового сплава с использованием атомно-силовой микроскопии. Применение метода атомно-силовой микроскопии создает новые возможности для структурных исследований сверхпроводящих материалов на разных масштабных уровнях:

- в месте обрыва проводника выявлены зоны локализации деформации, в которых близлежащие волокна Nb-Ti имеют неправильную форму при послойном шлифовании на глубину до 1000 мкм;
- обнаружено изменение размеров и формы волокон Nb-Ti в промежуточном слое в бездефектной области; на границе с медным сердечником волокна имеют округлую, на границе с медной оболочкой волокна имеют ромбическую форму;
- в результате интенсивной пластической деформации медь в элементах кабеля приобретает субмикроструктурную структуру со средним размером: в сердечнике ~800 нм, в промежуточном слое между волокнами в матрице ~800 нм, в месте обрыва проводника в промежуточном слое между волокнами в матрице ~850 нм, в оболочке ~1050 нм;
- выявлен диффузионный Nb барьер вокруг волокон Nb-Ti, размещенных в медной матрице, шириной ~ 250 нм в бездефектной области и в зоне локализации пластической деформации при послойном шлифовании на глубину до 1000 мкм.

Благодарность

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных исследований Государственной академии наук в 2015–2020 гг.

Литература

1. Гинзбург В. Л., Андрюшин Е. А. Сверхпроводимость. – М. : Альфа-М, 2006. – 110 с. – ISBN 5-98261-088-6.
2. Разработка сверхпроводников для магнитной системы ИТЭР в России / А. К. Шиков, А. Д. Никулин, А. Г. Силаев, А. Е. Воробьева, В. И. Панцырный, Г. П. Ведерников, Е. А. Дергунова, Л. В. Потанина, Э. И. Плашкин, С. В. Судьев // Известия вузов. Цветная металлургия. – 2003. – № 1. – С. 36–43.
3. Study on $I_c(T, B)$ for the NbTi Strand Intended for ITER PF Inert Coil / Nina I. Kozlenkova, Gennadi P. Vedernikov, Alexander K. Shikov, Ludmila V. Potanina, Alexei V. Filatov, Alexandra E. Vorobieva, Viktor I. Pantsyrnyi, Igor N. Gubkin // IEEE Transactions on Applied Superconductivity. – 2004. – Vol. 14, no. 2. – P. 1028–1030. – DOI: 10.1109/TASC.2004.830385.
4. Lee P. J., Larbalestier D. C. Development of nanometer scale structures in composites of NbTi and their effect on the superconducting critical current density // Acta Metallurgica. – 1987. – Vol. 35, iss. 10. – P. 2523–2536. – DOI:10.1016/0001-6160(87)90149-0.
5. Ниобий-титановые сверхпроводники с высокой токонесущей способностью / О. В. Черный, Г. Ф. Тихинский, Г. Е. Сторожилов, М. Б. Лазарева, Л. А. Корниенко, Н. Ф. Андриевская, В. В. Слезов, В. В. Сагалович, Я. Д. Стародубов, В. И. Савченко // Сверхпроводимость. Физика, химия, техника. – 1991. – Т. 4, № 8. – С.1617–1623.
6. Миронов В. Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии: учебное пособие для студентов старших курсов высших учебных заведений. – Н. Новгород : ИФМ РАН, 2004. – 110 с. – ISBN 5-948360-34-2.
7. Research of a microstructure of elements of a cable from a superconducting alloy of Nb-Ti / L. B. Zuev, G. V. Shlyakhova, S. A. Barannikova, S. V. Kolosov // Russian Metallurgy. – 2013. – Vol. 2013, iss. 3. – P. 229–234. – DOI: 10.1134/S0036029513030129.

8. Шляхова Г. В., Баранникова С. А., Зуев Л. Б. Исследование тонкой структуры элементов кабеля технических сверхпроводников // Физика и химия обработки материалов. – 2014. – № 4. – С. 80–88. – ISSN 0015-3214.
9. Шляхова Г. В., Баранникова С. А., Зуев Л. Б. Исследование наноструктурных элементов кабеля технических сверхпроводников Nb-Ti // Известия Вузов. Черная металлургия. – 2013. – № 10. – С. 64–67. – ISSN 0368-0797.
10. Шляхова Г. В., Баранникова С. А., Зуев Л. Б. Исследование очагов локализации пластической деформации сверхпроводящего кабеля на основе сплава Nb-Ti // Металлофизика и новейшие технологии. – 2013. – Т. 35, № 4. – С. 453–465. – ISSN 1024-1809.
11. Phase composition, structure and plastic deformation localization in Zr-1%Nb alloy / L. B. Zuev, S. Y. Zavodchikov, T. M. Poletika, G. S. Cheremnykh, V. B. Filippov, V. I. Belov, V. M. Arzhakova, O. V. Bocharov, A. K. Shikov // Zirconium in the Nuclear Industry: proc. 14th Int. Symposium / Ed. by P. Rudling, B. Kammenzind. – West Conshohocken : ASTM. – 2006. – P. 264–274. – DOI: 10.1520/STP37511S.
12. Зуев Л. Б., Данилов В. И., Баранникова С. А. Физика макролокализации пластического течения. – Новосибирск : Наука, 2008. – 327 с. – ISBN 978-5-02-023223-5.
13. Zuev L. B., Barannikova S. A. Experimental study of plastic flow macro-scale localization process: pattern, propagation rate, dispersion // International Journal of Mechanical Sciences. – 2014. – Vol. 88. – P. 1–7. – DOI: 10.1016/j.ijmecsci.2014.06.012.

STRUCTURE AND MAGNETIC PROPERTIES OF A NICKEL-BASED SUPERALLOY AFTER DEFORMATION

D. I. Davydov*, S. V. Afanasiev, V. P. Pilyugin, D. A. Shishkin, P. B. Terent'ev

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

*Corresponding author. E-mail: davidov@imp.uran.ru; address for correspondence: 18, ul. S. Kovalevskoy, 620990, Ekaterinburg, Russian Federation. Tel.: +7 343 3783711; fax: +7 343 3745244

The structure and magnetic properties of ChS-70 nickel-based superalloy samples have been compared after different types of deformation. The different behavior of the magnetic properties is governed by the difference in the structure resulting from deformation. High-temperature tensile tests and shear deformation under high pressure have been performed for ChS-70 alloy samples. Samples cut from different parts of a turbine blade after operation under forced conditions have been examined. The deformation of the Chs-70 alloy under operation increases magnetic susceptibility, which is due to the formation of complex defects of the crystalline structure inside the intermetallic particles (Ni_3Al). Dynamical recovery during the high-temperature tensile tests leads to relaxation, elimination of crystal lattice defects, and the magnetic properties remain unchanged. Shear under high pressure causes a nanocrystalline structure in the alloy, a significant decrease in the degree of the long-range order in the intermetallic phase and the preservation of the paramagnetic state.

Keywords: structure, deformation, magnetic properties, stacking faults, nickel-based alloy.

DOI: 10.17804/2410-9908.2016.1.016-028

References

1. Stoloff N.S. Physical and mechanical metallurgy of Ni_3Al and its alloys. *International Materials Reviews*, 1989, vol. 34, iss. 4, pp. 153–183.
2. Deryagin A.I., Zavalishin V.A., Saragadze V.V., Efros B.M. Formation of nanosized ferromagnetic phases during plastic deformation and subsequent annealing of stable austenitic steels. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2007, vol. 43, iss. 7, pp. 427–435. DOI: 10.1134/S1061830907070029.
3. Rhee Joo Yull, Kudryavtsev Y.V., Lee Y.P. Optical, magneto-optical, and magnetic properties of stoichiometric and off-stoichiometric γ' -phase Ni_3Al alloys. *Physical Review B*, 2003, vol. 68, iss. 4, pp. 045104-1–045104-8. DOI: 10.1103/PhysRevB.68.045104.
4. Idzikowski Bogdan, Kudryavtsev Yuri V., Hyun Young-Hoon, Lee Young-Pak, Klenke Jens. Magnetic effects of structural disorder in the itinerant ferromagnet Ni_3Al studied by magnetic and neutron methods on stoichiometric and off-stoichiometric samples. *Journal of Alloys and Compounds*, 2006, vol. 423, iss. 1–2, pp. 267–273. DOI: 10.1016/j.jallcom.2006.01.088.
5. Zeng Q., Baker I. The effect of local versus bulk disorder on the magnetic behavior of stoichiometric Ni_3Al . *Intermetallics*, 2007, vol. 15, iss. 3, pp. 419–427. DOI: 10.1016/j.intermet.2006.08.010.
6. Umakoshi Y., Hiroyuki Y., Toshifumi Y. Quantitative analysis of γ (gamma) precipitate in cyclically deformed $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ single crystals using magnetic technique. *Proc. MRS Fall Meeting*, November 28–December 3, 2004, Boston, USA, 2004, vol. 842, pp. 2.3.1–2.3.6.
7. Stepanova N.N., Davydov D.I., Nichipuruk A.P., Rigmant M.B., Kazantseva N.V., Vinogradova N.I., Pirogov A.N., Romanov E.P. The structure and magnetic properties of a heat-resistant nickel-base alloy after a high-temperature deformation. *The Physics of Metals and Metallography*, 2011, vol. 112, no. 3, pp. 309–317. DOI: 10.1134/S0031918X11030288.

8. Ray A.K., Singh S.R., Swaminathan J., Roy P.K., Tiwari Y.N., Bose S.C., Ghosh R.N. Structure property correlation study of a service exposed first stage turbine blade in a power plant. *Materials Science and Engineering: A*, 2006, vol. 419, iss. 1–2, pp. 225–232. DOI: 10.1016/j.msea.2005.12.030.
9. Levit V.I., Smirnov M.A. *Vysokotemperaturnaya termomekhanicheskaya obrabotka austenitnykh stalei i splavov* [High-Temperature Thermomechanical Treatment of Austenitic Steels and Alloys]. Chelyabinsk, CHGTU Publ., 1995, 276 p. (In Russian).
10. Skudnov V.A., Tarasenko Yu.P., Berdnik O.B. Selection of optimal operating temperature for ChS70-VI and ChS88U-VI nickel-based alloys in terms of synergetics. *Tekhnologiya metallov*, 2008, no. 12, pp. 16–20. (In Russian).
11. Korznikov A.V., Tram G., Dimitrov O., Korznikova G.F., Idrisova S.R., Pakiela Z. The mechanism of nanocrystalline structure formation in Ni₃Al during severe plastic deformation. *Acta Materialia*, 2001, vol. 49, iss. 4, pp. 663–671. DOI: 10.1016/S1359-6454(00)00345-1.
12. Tyumentsev A.N., Tretyak M.V., Pinzhin Yu.P., Korotaev A.D., Valiev R.Z. Evolution of defect substructure in the Ni₃Al alloy in the course of severe plastic deformation by torsion under pressure. *Fizika Metallov i Metallovedenie*, 2000, vol. 90, iss. 5, pp. 44–54. (In Russian).
13. Kazantseva N.V., Pilyugin V.P., Zavalishin V.A., Stepanova N.N. Effect of a nanosized state on the magnetic properties of Ni₃(Al, Fe) and Ni₃(Al, Co). *The Physics of Metals and Metallography*, 2014, vol. 115, iss. 3, pp. 243–247. DOI: 10.1134/S0031918X14030053.

Подана в журнал: 23.12.2015
УДК 620.18:537.622:620.17:669.017
DOI: 10.17804/2410-9908.2016.1.016-028

СТРУКТУРА И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА ЖАРОПРОЧНОГО НИКЕЛЕВОГО СПЛАВА ПОСЛЕ ДЕФОРМАЦИИ

Д. И. Давыдов*, С. В. Афанасьев, В. П. Пилюгин, Д. А. Шишкин, П. Б. Терентьев

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, ул. С.Ковалевской, 18, 620990, Екатеринбург, Российская Федерация

*Ответственный автор. Электронная почта: davidov@imp.uran.ru; адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, 620990, Екатеринбург, Российская Федерация. Телефон: +7 343 378-37-11; факс: +7 343 374-52-44

Проведено сравнение структуры и магнитных свойств образцов жаропрочных никелевых сплавов ЧС-70 после различных видов деформации. Различный характер изменения магнитных свойств определяется различием структуры, сформированной в результате деформации.

Для ЧС-70 проведены высокотемпературные испытания на растяжение; деформация сдвигом под высоким давлением, исследованы образцы, вырезанные из разных частей турбинной лопатки после эксплуатации по форсированному режиму. Деформация сплава ЧС-70 в ходе его эксплуатации приводит к возрастанию магнитной восприимчивости, связанному с формированием комплексов дефектов кристаллического строения внутри частиц интерметаллидной фазы (Ni_3Al). Динамический возврат при высокотемпературных испытаниях на растяжение приводит к релаксации, устранению дефектов кристаллической решетки, и магнитные свойства сплава не изменяются. Сдвиг под высоким давлением приводит к образованию в сплаве нанокристаллической структуры, к значительному уменьшению степени дальнего порядка интерметаллической фазы и сохранению парамагнитного состояния.

Ключевые слова: структура, деформация, магнитные свойства, дефекты упаковки, никелевые сплавы.

1. Введение

Для изготовления турбинных лопаток, наиболее ответственных деталей газотурбинных двигателей применяются жаропрочные никелевые сплавы. Основной упрочняющей фазой этих сплавов является интерметаллическое соединение Ni_3Al , объемная доля которого может достигать 90 %. Интерметаллическое соединение Ni_3Al имеет ГЦК кристаллическую решетку со сверхструктурой $L1_2$ и существует в узком интервале концентраций вблизи 75 ат. % Ni. Интерметаллид характеризуется высокой степенью дальнего порядка, которая сохраняется вплоть до температуры плавления [1]. При больших пластических деформациях наблюдается явление деформационно-индуцированного магнетизма, присущее широкому кругу интерметаллидных соединений, в том числе и Ni_3Al . Оно проявляется как образование ферромагнитных кластеров в исходно парамагнитной матрице. Близким по сути своей явлением может быть образование в исходно парамагнитных твердых растворах ферромагнитных кластеров на основе локальных неоднородностей состава. Такие неоднородности создаются потоками точечных дефектов в процессе деформации [2]. Это как раз тот случай, когда зарождение и рост ферромагнитных кластеров с помощью магнитных методов регистрируются на стадии предвыделений. В то время как при дифракционных исследованиях (рентгеновских и электронно-микроскопических) изучение предвыделений затруднено, поскольку такие кластеры не выявляются как самостоятельная фаза.

Магнитные свойства интерметаллического соединения Ni_3Al зависят от ближайшего окружения атомов никеля и чувствительны к составу сплава в пределах области гомогенности. $Ni_{74}Al_{26}$ остается в парамагнитном состоянии до 4К, тогда как $Ni_{75}Al_{25}$ является слабым ферромагнетиком с температурой Кюри 41К [3].

При отходе от стехиометрического состава в Ni_3Al были обнаружены несколько температур Кюри (магнитное расслоение), одна из которых смещена в сторону комнатной температуры [4]. Появление магнитного расслоения авторы объясняют флуктуацией химического состава при образовании двухфазной смеси из кластеров слабо упорядоченной γ -фазы и упорядоченной γ' -фазы. Магнитные свойства Ni_3Al также чувствительны к деформации. В интерметаллидах, в том числе Ni_3Al , после холодной деформации прокаткой также наблюдалось образование магнитных кластеров [5]. При циклической деформации исходного парамагнитного никелевого жаропрочного сплава было обнаружено суперпарамагнитное состояние [6].

Практический интерес представляет исследование жаропрочных сложнолегированных никелевых сплавов, применяемых для производства турбинных лопаток. Никелевые жаропрочные сплавы структурно состоят из твердого раствора на основе никеля (γ -фаза, ГЦК); упрочняющей γ' -фазы (Ni_3Al) и небольшого количества карбидов. Сплавы при температурах выше комнатной находятся в парамагнитном состоянии и имеют низкое значение магнитной восприимчивости χ порядка 10^{-4} .

Каждый сплав имеет предельное значение рабочей температуры. Работа деталей по стандартному режиму (на 50–100 °С ниже предельной температуры) в течение всего срока эксплуатации не сопровождается изменением магнитного состояния. В [7] впервые наблюдалось увеличение магнитной восприимчивости никелевого жаропрочного сплава после его высокотемпературной деформации при повышенной (практически до предельной) температуре. Магнитная восприимчивость менялась от $2 \cdot 10^{-4}$ в исходном состоянии до значения $360 \cdot 10^{-4}$ так, как если бы появился ферромагнитный вклад в намагниченность исходно парамагнитного образца. При этом общепринятые представления о деформации жаропрочных никелевых сплавов не предполагают фазовых переходов, связанных с образованием каких-либо новых фаз, карбидные превращения приводят к образованию карбида $Me_{23}C_6$ вместо карбида MC , но оба они являются парамагнитными и не влияют на появление ферромагнитного вклада.

Для понимания структурных механизмов влияния деформации на магнитные свойства представляет интерес сопоставление структуры жаропрочных никелевых сплавов, полученной в результате различных деформационных воздействий.

В работе проведен сравнительный анализ структуры и магнитных свойств сплава ЧС-70 после трех видов деформации: высокотемпературных испытаний на активное растяжение, после деформации сдвигом под высоким давлением и высокотемпературной деформации в качестве материала турбинной лопатки после эксплуатации по форсированному режиму.

2. Материал и методика

Химический состав сплава ЧС-70 (ХН58КВТЮМБЛ) представлен в табл. 1.

Таблица 1 – Химический состав сплава ЧС-70

C	Cr	Mo	Nb	Ti	Al	W	Co	Fe
0,10	15,4	1,5	0,25	5,0	3,5	3,6	10,6	0,8

Для оценки исходного состояния сплава ЧС-70 использован образец после стандартной термообработки – ступенчатый отжиг: 1170 °С, 4 ч; охлаждение с печью; 1050 °С, 4 ч; охлаждение на воздухе; 850 °С, 16 ч (ТУ 14-1-3658-83). Объемная доля упрочняющей интерметаллидной фазы (Ni_3Al) составляет 40 об. %.

Турбинная лопатка из сплава ЧС-70 эксплуатировалась в промышленных условиях по экспериментальному форсированному режиму при повышенной до 880 °С температуре относительно стандартного режима (800 °С) и увеличенной скорости вращения турбины. Предельной температурой эксплуатации сплава является 900 °С. Лопатка стояла на промышленной установке в течение 9390 ч (13 месяцев), 17 пусков. Образцы вырезали из различных частей лопатки на электроискровом станке и повергали электрополировке.

Испытания на растяжение образцов сплава ЧС-70 до разрушения проводили на машине для определения механических свойств материалов Инстрон в температурном интервале 880–920 °С, скорость нагружения составляла 0,05 мм/мин.

Образцы сплава ЧС-70 диаметром 5 мм и толщиной 0,3 мм деформировали методом сдвига под высоким давлением 8 ГПа при температуре 20 °С с углом поворота наковальни до десяти оборотов. Скорость вращения наковальни составляла (ω) 0,3 оборота в минуту. Твердость деформированных образцов измеряли на приборе ПМТ-3 при нагрузке 0,5 Н по двум взаимно перпендикулярным диаметрам.

Исследования структуры проведены в ЦКП «Испытательный центр нанотехнологий и перспективных материалов» ИФМ УрО РАН с использованием просвечивающего электронного микроскопа JEM-200СХ. Для магнитных измерений был использован вибрационный магнитометр Lake Shore 7407. Измерения проведены в магнитных полях до 17 кЭ на частоте 82 Гц, амплитуда вибраций составляла 1,5 мм. Относительная погрешность измерений не более 1 %. Для измерения АС-восприимчивости использовалась установка, основанная на методе скомпенсированного трансформатора в интервале температур от 90 до 360 К.

3. Результаты и обсуждение

Литая поликристаллическая лопатка из сплава ЧС-70 состоит из массивного замка и тонкого пера. Распределение напряжений в работающей лопатке неоднородно и подробно описано в работе [8]. Неоднородность в распределении напряжений приводит к тому, что в различных участках лопатки структурное состояние после эксплуатации различно (рис. 1).

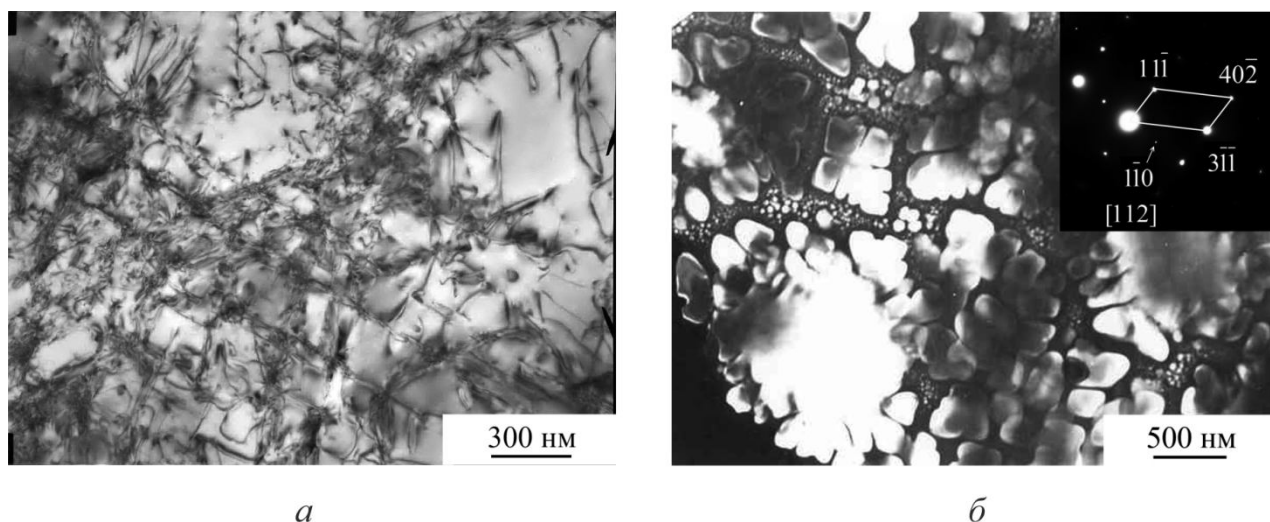


Рис. 1. Структура лопатки из сплава ЧС-70 после деформации: *а* – структура пера лопатки, светлопольное изображение; *б* – замковая часть, темнопольное изображение в рефлексе γ' -фазы (указан стрелкой)

В процессе эксплуатации замок подвергается в основном термическому воздействию, тогда как перо оказывается одновременно под действием растягивающих напряжений из-за центробежной силы и в условиях малоциклового усталости из-за вибрации. Напряжения мак-

симильны в спинке пера (участок выпуклой части пера с максимальной кривизной) и в центре вогнутой части пера вдоль оси растяжения.

В замковой части лопатки практически нет напряжений. Там происходит вызванная термическим воздействием коагуляция упрочняющей фазы, в то время как в пере лопатки повышена плотность дислокаций, сосредоточенных в основном в участках твердого раствора. После эксплуатации по стандартному режиму дефектов внутри частиц упрочняющей фазы не наблюдается.

После эксплуатации по форсированному режиму в спинке пера (выпуклая часть) и вогнутой части пера в области максимальных напряжений кроме высокой плотности дислокаций наблюдается большое количество дефектов упаковки внутри частиц γ' -фазы. Тот факт, что дифракционный контраст от дефектов упаковки присутствует на темнопольных изображениях, полученных в рефлексе интерметаллидной фазы, показывает, что дефекты упаковки принадлежат интерметаллидной фазе (являются сверхструктурными) (рис. 2 б).

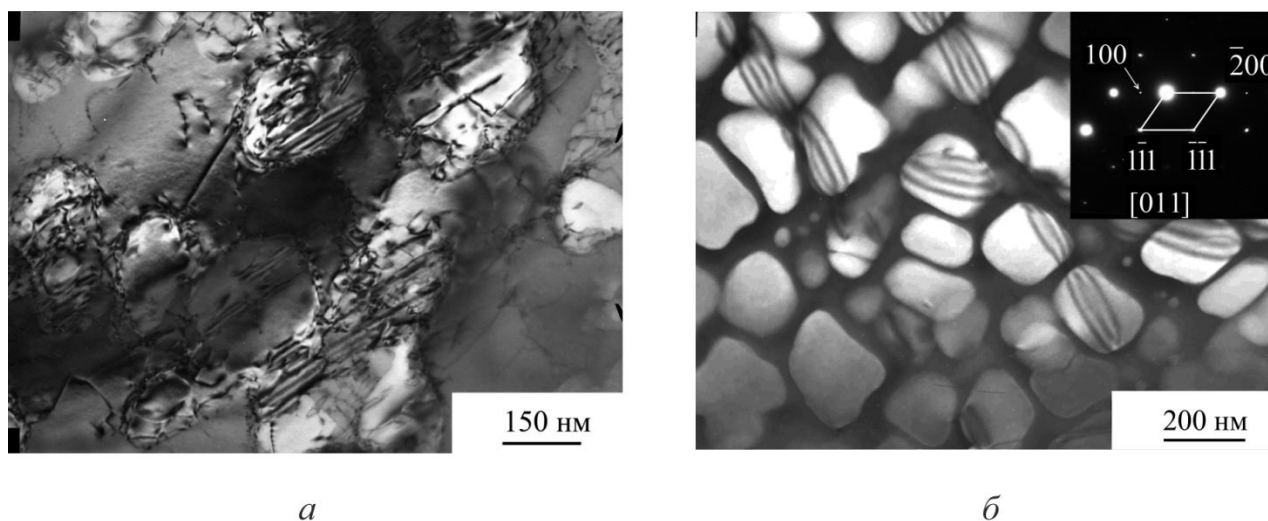


Рис. 2. Дефекты упаковки в частицах упрочняющей интерметаллидной фазы, спинка пера лопатки после деформации: *а* – светлопольное изображение; *б* – темнопольное изображение в рефлексе γ' -фазы

Результаты измерений полевой зависимости намагниченности $M(H)$, проведенных на тех же образцах, что были использованы для электронной микроскопии, приведены на рис. 3. Они коррелируют как с уровнем напряжений, так и с количеством дефектов кристаллической структуры в различных частях детали.

У образца, вырезанного из замка лопатки, зависимость $M(H)$ линейна и практически совпадает с $M(H)$ для исходного (без деформации) образца сплава ЧС-70. Эти образцы находятся в парамагнитном состоянии. Для образцов, вырезанных из лопатки в области спинки пера, зависимость $M(H)$ имеет характер кривой с насыщением, значения намагниченности существенно выше, чем в исходном состоянии. Имеет место узкий гистерезис, площадь которого увеличивается одновременно с ростом намагниченности насыщения (рис. 3 б). Температурная зависимость магнитной восприимчивости в переменном магнитном поле приведена на рис 4. Можно видеть, что после эксплуатации по экспериментальному режиму на кривой кроме основного пика, связанного с температурой Кюри основного сплава, появляется второй пик вблизи 280 К.

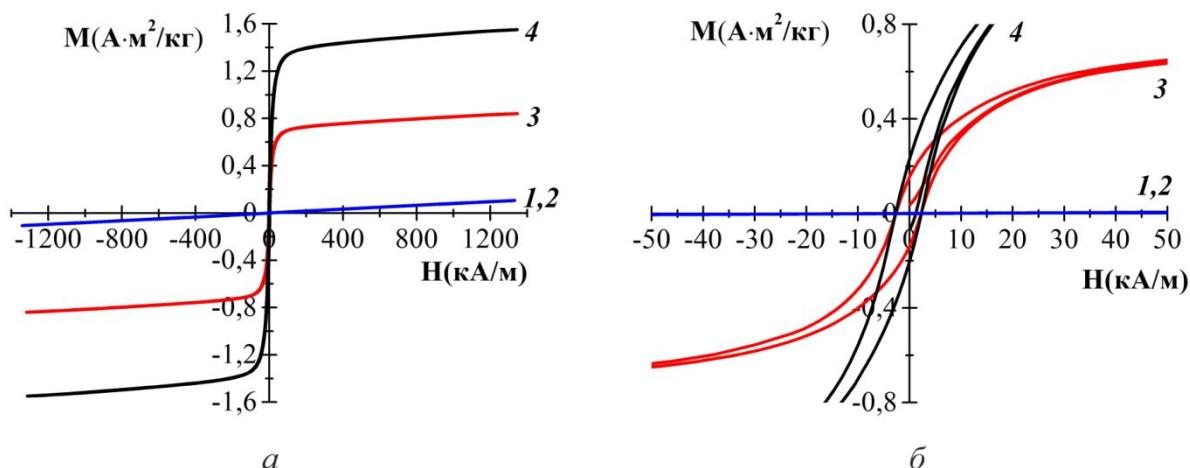


Рис. 3. Магнитные свойства образцов сплава ЧС-70, вырезанных из различных частей турбинной лопатки: *a* – полявая зависимость намагниченности $M(H)$; *б* – центральная часть петли гистерезиса.
1 – исходный; *2* – замковая часть; *3* – вогнутая часть пера; *4* – спинка пера

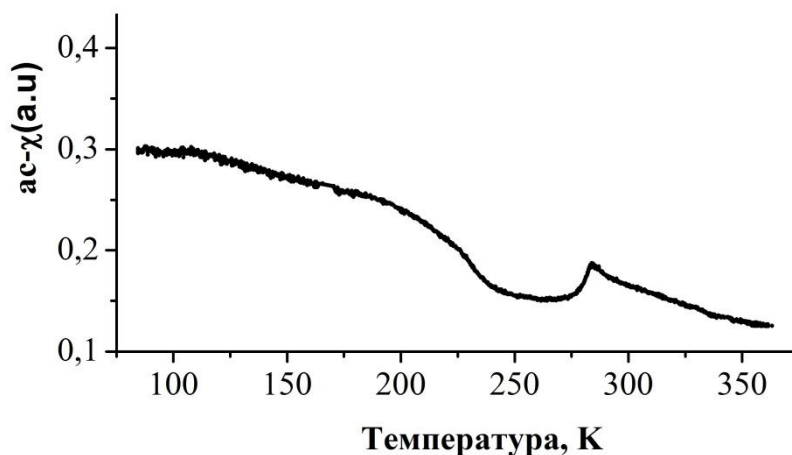


Рис. 4. Зависимость магнитной восприимчивости в переменном магнитном поле от температуры для образца, вырезанного из спинки пера турбинной лопатки

Материал турбинных лопаток после эксплуатации по стандартному режиму (800 °С) в пределах гарантийного срока по техническим условиям (ТУ) остается в парамагнитном состоянии. При стандартном режиме, сколько бы дефектов не возникало внутри областей твердого раствора, дефекты внутри частиц γ' -фазы отсутствуют в течение всего периода эксплуатации. Время эксплуатации по ТУ специально было выбрано так, чтобы избежать возникновения устойчивых комплексов дефектов внутри интерметаллида, поскольку их появление свидетельствует об его разупрочнении и является главным фактором деградации структуры сплава. Условием длительной высокотемпературной эксплуатации изделий из жаропрочного сплава также является его стабильность по отношению к фазовым превращениям. При этом у сплава не наблюдается появления со временем каких-либо ферромагнитных свойств.

После эксплуатации по форсированному режиму ферромагнитные свойства проявляются локально – в области максимальных напряжений вдоль оси пера лопатки, и их проявление связано, по-видимому, с появлением внутри частиц интерметаллидной фазы определенного типа дефектов, которыми могут быть взаимодействующие между собой дефекты упаковки.

3.1 Структура сплава ЧС-70 после высокотемпературных испытаний на растяжение

Напряженное состояние, возникающее в турбинной лопатке в процессе эксплуатации, близко к одноосному растяжению. Поэтому были проведены испытания с активным нагружением цилиндрических образцов жаропрочного никелевого сплава ЧС-70 в области температур 880–920 °С со скоростью растяжения $8 \cdot 10^{-7}$ м/с (0,05 мм/мин). На рис. 5 приведены кривые растяжения исследованных сплавов. В работе [9] были получены и подробно проанализированы такого типа кривые при высокотемпературной деформации никелевых жаропрочных сплавов. Низкая скорость растяжения создаёт условия для релаксации напряжений в ходе испытаний, т. е. приводит к резкому увеличению пластичности сплава и уменьшению прочностных свойств (табл. 2).

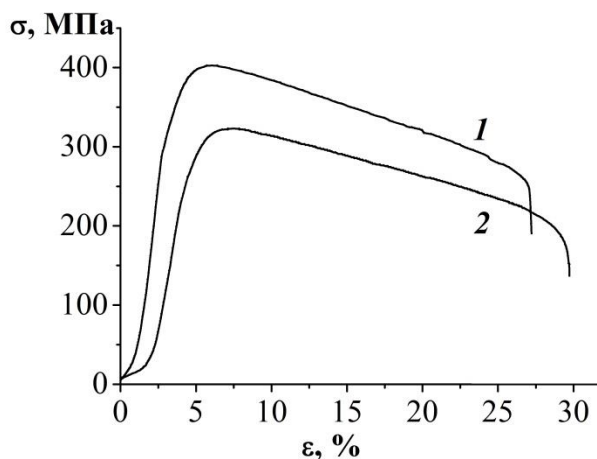


Рис. 5. Кривые растяжения образцов сплава ЧС-70: 1 – при 880 °С; 2 – при 920 °С

Структурное состояние образцов сплава ЧС-70, испытанного на растяжение при температурах 880 °С и 920 °С, оказывается близким. В этих образцах наблюдалась структура динамического возврата, когда участки с высокой плотностью дислокаций перемежаются с участками субструктуры с малоугловыми границами.

Таблица 2 – Механические свойства сплава ЧС-70

T _{исп} , °С	Данные [10]			Данные настоящей работы	
	20	850	900	880	920
σ _в , МПа	900	800	600	400	320
σ _{0,2} , МПа	750	680	520	315	250
δ, %	3	6	2	26	29

На рис. 6 приведено электронно-микроскопическое изображение структуры образцов после испытаний на растяжение. Можно видеть формирование блочной субструктуры, образованной малоугловыми границами с разворотом соседних фрагментов на 2–3°.

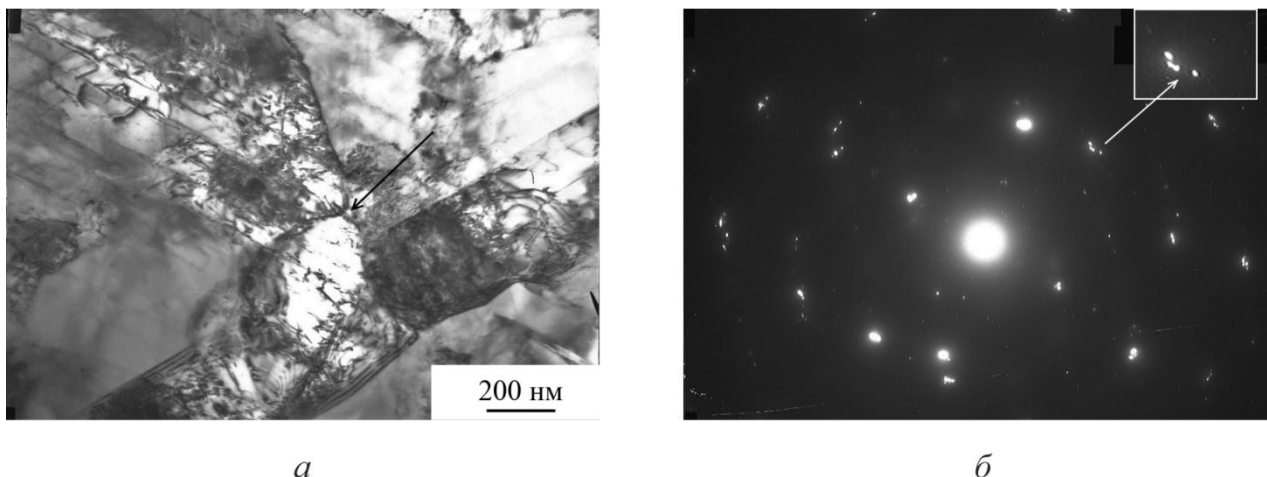


Рис. 6. Структура сплава после испытаний при 920 °С:

а – светлопольное изображение; *б* – дифракционная картина, снятая с тройного стыка зерен

Отражения, удаленные от центрального пятна, фрагментируются, поскольку образованы областями кристалла с малым разворотом друг относительно друга. Такая структура еще раз подтверждает, что процесс возврата динамический и проходит в ходе испытаний.

Релаксация напряжений при деформации в условиях динамического возврата сопровождается непрерывным рождением и аннигиляцией дислокаций, формированием и распадом субграниц. В структуре сплава ЧС-70 после высокотемпературного растяжения наблюдается повышенная плотность дислокаций, сосредоточенных, в основном, в областях твёрдого раствора. С ростом плотности дислокаций начинается фрагментация крупных частиц γ' -фазы, и частица оказывается разделена малоугловыми границами. На темнопольных изображениях появляется характерный контраст, когда в одном и том же сверхструктурном рефлексе частица светится не как целое, а различные ее участки загораются последовательно при наклоне объекта в колонне микроскопа (рис. 7).

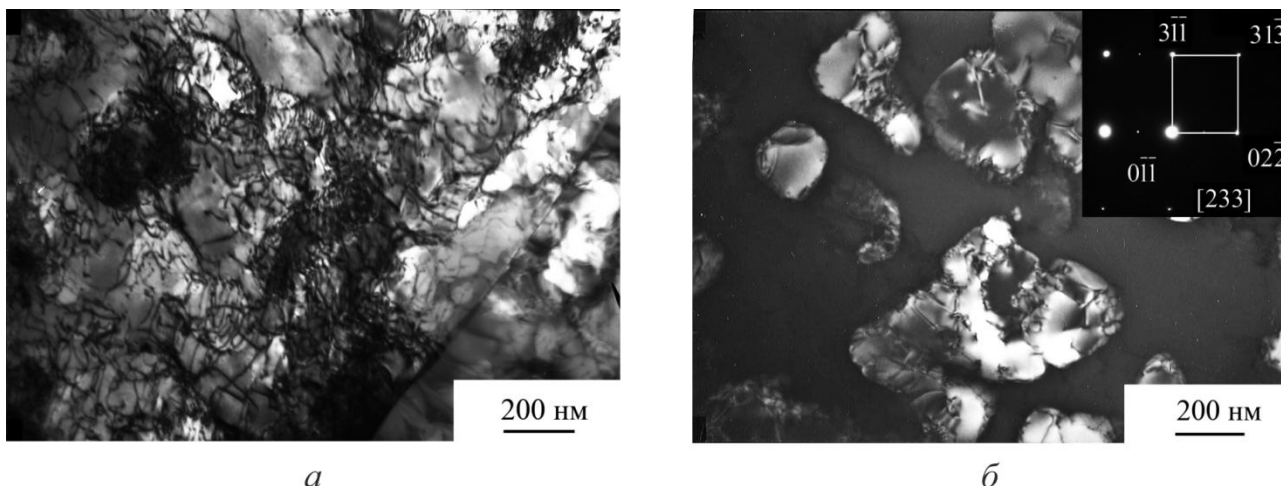


Рис. 7. Структура сплава ЧС-70 после испытаний при 920 °С: *а* – дислокации внутри твердого раствора; *б* – фрагментация частиц γ' -фазы, темнопольное изображение в рефлексе γ' -фазы

Проведены измерения полевой зависимости намагниченности $M(H)$ для образцов после высокотемпературной деформации. При высокотемпературных испытаниях на растяжение с низкой скоростью нагружения изменения магнитных свойств не наблюдается, сплав остаётся в парамагнитном состоянии (рис. 8).

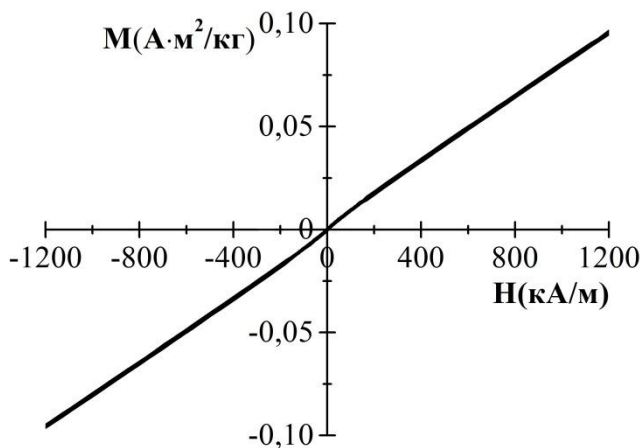


Рис. 8. Полевая зависимость намагниченности для образцов сплава ЧС-70 после высокотемпературных испытаний

В условиях динамического возврата не происходит формирования структуры, необходимой для появления ферромагнитных свойств, внутри частиц интерметаллида нет устойчивых комплексов дефектов, обладающих ферромагнитным порядком. Малоугловые границы такими дефектами не являются. При структурных исследованиях не выявлено образования сверхструктурных дефектов упаковки.

3.2 Структура сплава ЧС-70 после деформации методом сдвига под давлением

Формирование нанокристаллического состояния в образцах двойного интерметаллида Ni_3Al после деформации кручением под давлением подробно исследовано [11, 12]. При малых углах поворота в наковальнях Бриджмена образуются фрагменты размером около 100 нм, разделенные малоугловыми границами. С увеличением степени деформации происходит локальное разупорядочение, образуется большое количество двойников деформации, увеличивается плотность дислокаций. Дальнейшее увеличение степени деформации приводит к полному разупорядочению интерметаллида. Частичное восстановление дальнего порядка начинается при нагреве до 350 °С.

Большая пластическая деформация сплава ЧС-70 приводит к образованию субмикроструктурной структуры, средний размер микрокристаллитов после деформации на 10 оборотов составлял 20 нм. Деформация методом сдвига под давлением приводит к образованию многочисленных дефектов внутри областей твердого раствора и в частицах интерметаллида, формированию большого числа границ и, соответственно, приграничных искаженных объемов (рис. 9). Все это сопровождается значительным падением степени дальнего порядка в интерметаллидной фазе сплава ЧС-70. Увеличение количества дефектов внутри твердого раствора приводит к увеличению микротвердости с 3 ГПа в исходном состоянии до 6,2 ГПа при 10 оборотах.

Подробный анализ образцов сплава ЧС-70 не выявил существенных изменений их магнитных свойств после деформации. Сплав остаётся в парамагнитном состоянии после деформации. Полученные результаты согласуются с работой [13], в которой установлено, что полное разупорядочение интерметаллида Ni_3Al приводит к уменьшению магнитной восприимчивости в парамагнитном состоянии.

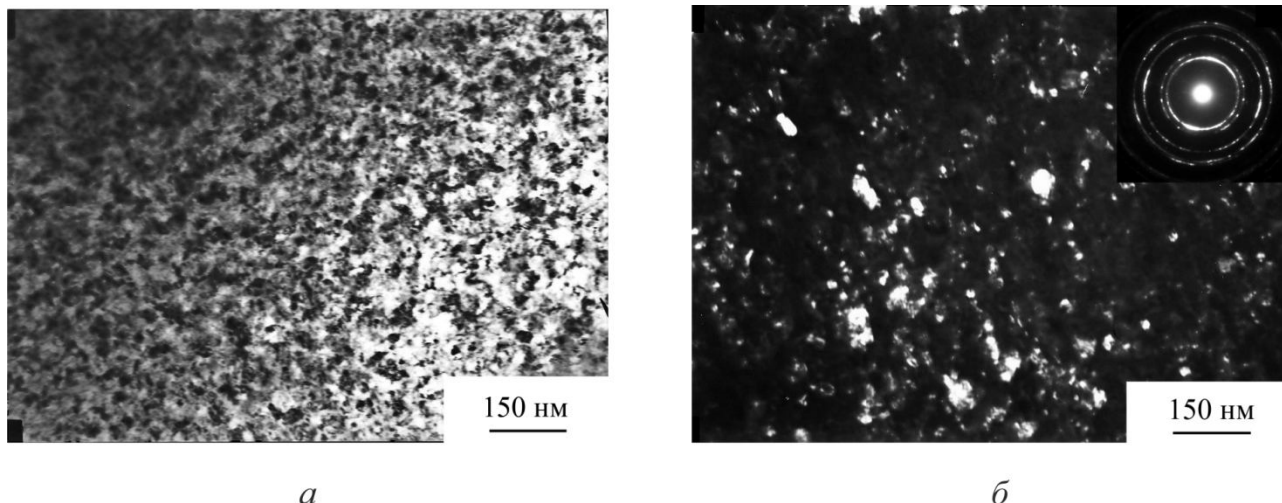


Рис. 9. Микроструктура сплава после деформации 10 оборотов:
a – светлопольное изображение; *б* – темнопольное изображение в матричном рефлексе

В качестве ферромагнитного кластера, по-видимому, выступает устойчивый комплекс дефектов внутри частицы интерметаллида, которая в целом сохраняет высокую степень дальнего порядка так, как это было при высокотемпературной деформации турбинной лопатки. Полное разупорядочение интерметаллида не меняет магнитное состояние. В результате деформации методом сдвига под давлением происходит снижение степени дальнего порядка в упрочняющей интерметаллидной фазе. После деформации сдвигом под высоким давлением на 10 оборотов происходит практически полное разупорядочение: на рентгеновской дифракции не регистрируются сверхструктурные пики (рис. 10), на электронограммах отсутствуют сверхструктурные отражения.

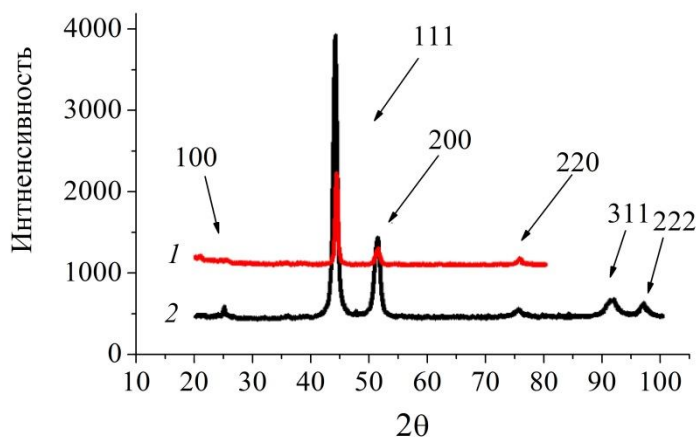


Рис. 10. Дифрактограммы образца сплава ЧС-70 после деформации методом сдвига под давлением (1) и в исходном состоянии (2)

4. Заключение

Длительная эксплуатация турбинной лопатки из сплава ЧС-70 по экспериментальному режиму с повышенным уровнем рабочих температур привела к появлению ферромагнитных свойств у исходно парамагнитного материала в участке детали с максимально высокими значениями рабочей температуры и напряжений. Повышение намагниченности насыщения происходит только в тех частях лопатки, где наблюдается большое количество дефектов упаковки внутри частиц интерметаллидной фазы (Ni_3Al), например в спинке пера лопатки. В замко-

вой части, где в процессе эксплуатации дефектов в Ni₃Al не возникло, изменений магнитных свойств нет, сплав сохраняет парамагнитное состояние.

Высокотемпературные испытания на растяжение с низкой скоростью деформации сопровождаются динамическим возвратом. В условиях релаксации напряжений дефекты упаковки внутри интерметаллидных частиц не образуются. Основным элементом структуры являются малоугловые границы, появление которых не приводит к изменению магнитных свойств.

Деформация методом сдвига под давлением сопровождается значительным падением степени дальнего порядка в интерметаллидной фазе сплава ЧС-70, в результате образец остаётся парамагнитным.

Таким образом, различный характер изменения магнитных свойств определяется различием структуры, сформированной в результате деформации.

При сравнении дефектного состояния и магнитных свойств образцов, полученных при деформации по различным схемам, можно утверждать, что изменение магнитных свойств никелевых жаропрочных сплавов при высокотемпературной деформации действительно связано с интерметаллидной фазой.

Благодарность

Работа выполнена в рамках государственного задания ФАНО России (тема «Кристалл», № 01201463333) при частичной поддержке РФФИ (проект № 14-03-31499).

Литература

1. Stoloff N. S. Physical and mechanical metallurgy of Ni₃Al and its alloys // *International Materials Reviews*. – 1989. – Vol. 34, iss. 4. – P. 153–184.
2. Formation of nanosized ferromagnetic phases during plastic deformation and subsequent annealing of stable austenitic steels / A. I. Deryagin, V. A. Zavalishin, V. V. Saragadze, B. M. Efros // *Russian Journal of Nondestructive Testing*. – 2007. – Vol. 43, iss. 7. – P. 427–435. – DOI: 10.1134/S1061830907070029.
3. Rhee Joo Yull, Kudryavtsev Y. V., Lee Y. P. Optical, magneto-optical, and magnetic properties of stoichiometric and off-stoichiometric γ' -phase Ni₃Al alloys // *Physical Review B*. – 2003. – Vol. 68, iss. 4. – P. 045104-1–045104-8. – DOI: 10.1103/PhysRevB.68.045104.
4. Magnetic effects of structural disorder in the itinerant ferromagnet Ni₃Al studied by magnetic and neutron methods on stoichiometric and off-stoichiometric samples / B. Idzikowski, Y. V. Kudryavtsev, Y. H. Hyun, Y. P. Lee, J. Klenke // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2006. – Vol. 423, iss. 1–2. – P. 267–273. – DOI: 10.1016/j.jallcom.2006.01.088.
5. Zeng Q., Baker I. The effect of local versus bulk disorder on the magnetic behavior of stoichiometric Ni₃Al // *Intermetallics*. – 2007. – Vol. 15, iss. 3. – P. 419–427. – DOI: 10.1016/j.intermet.2006.08.010.
6. Umakoshi Y., Hiroyuki Y., Toshifumi Y. Quantitative analysis of γ (gamma) precipitate in cyclically deformed Ni₃(Al,Ti) single crystals using magnetic technique // *Proc. MRS Fall Meeting, Boston, USA, November 28 – December 3, 2004*. – 2004. – Vol. 842. – P. 2.3.1 – 2.3.6.
7. The structure and magnetic properties of a heat-resistant nickel-base alloy after a high-temperature deformation / N. N. Stepanova, D. I. Davydov, A. P. Nichipuruk, M. B. Rigmant, N. V. Kazantseva, N. I. Vinogradova, A. N. Pirogov, E. P. Romanov // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2011. – Vol. 112, iss. 3. – P. 309–317. – DOI: 10.1134/S0031918X11030288.
8. Structure property correlation study of a service exposed first stage turbine blade in a power plant / A. K. Ray, S. R. Singh, J. Swaminathan, P. K. Roy, Y. N. Tiwari, S. C. Bose, R. N. Ghosh // *Materials Science and Engineering: A*. – 2006. – Vol. 419, iss. 1–2. – P. 225–232. – DOI: 10.1016/j.msea.2005.12.030.

9. Левит В. И., Смирнов М. А. Высокотемпературная термомеханическая обработка аустенитных сталей и сплавов. – Челябинск : ЧГТУ, 1995. – 276 с.
10. Скуднов В. А., Тарасенко Ю. П., Бердник О. Б. Выбор оптимальной рабочей температуры никелевых сплавов ЧС70-ВИ и ЧС88У-ВИ с позиции синергетики // Технология металлов. – 2008. – № 12. – С. 16–20.
11. The mechanism of nanocrystalline structure formation in Ni₃Al during severe plastic deformation / A. V. Korznikov, G. Tram, O. Dimitrov, G. F. Korznikova, S. R. Idrisova, Z. Pakiela // Acta Materialia. – 2001. – Vol. 49, iss. 4. – P. 663–671. – DOI: 10.1016/S1359-6454(00)00345-1.
12. Evolution of defect substructure in the Ni₃Al alloy in the course of severe plastic deformation by torsion under pressure / A. N. Tyumentsev, M. V. Tretyak, Yu. P. Pinzhin, A. D. Korotaev, R. Z. Valiev // Fizika Metallov i Metallovedenie. – 2000. – Vol. 90, iss. 5. – P. 44–54.
13. Effect of a nanosized state on the magnetic properties of Ni₃(Al,Fe) and Ni₃(Al,Co) / N. V. Kazantseva, V. P. Pilyugin, V. A. Zavalishin, N. N. Stepanova // The Physics of Metals and Metallography. – 2014. – Vol. 115, iss. 3. – P. 243–247. – DOI: 10.1134/S0031918X14030053.

TEXTURE AND COERCIVE FORCE OF THE METAL OF FURNACE TUBE COILS

N. M. Shkatulyak¹, E. A. Dragomeretskaya¹, V. V. Usov^{1*}, M. D. Rabkina², A. L. Palienko²

¹South Ukrainian National Pedagogical University named after K.D. Ushinsky
26 Staroportofrankovskaya Str., 65020, Odessa, Ukraine

²E.O. Paton Electric Welding Institute of the National Academy of Sciences of Ukraine
11 Bozhenko Str. 03150, Kiev, Ukraine

*Corresponding author. E-mail: valentin_usov50@mail.ru; address for correspondence: 59 Kolontaevskaya Str., Apt. 8, 65091, Odessa, Ukraine. Tel. +(38) 066 352 90 92

The crystallographic texture of the metal of tubular samples carved from furnace coils, involved in the processing of oil after various periods of operation, was studied by X-ray diffraction by means of constructing inverse pole figures. The texture of the 15Kh5M ferritic chromium-molybdenum steel and the 08Kh18N10T austenitic chromium-nickel steel was studied in the normal direction (ND) to the surface of the tubes, in the rolling direction (RD) coinciding with the tube axis and in the transverse direction (TD) coinciding with the tangential (circumferential) direction of the tubes. The coercive force was measured in the axial and circumferential directions. The coercive force in RD exceeds its value in TD. This difference is due to crystal magnetic anisotropy caused by the crystallographic texture. Although the X-ray phase analysis of the tubular samples of the furnace coils made of the 08Kh18N10T stainless steel has not revealed the presence of the ferromagnetic phase, there is anisotropy of the coercive force. Possible reasons for the phenomenon are discussed.

Keywords: furnace coil, crystallographic texture, coercive force, crystal magnetic anisotropy.

DOI: 10.17804/2410-9908.2016.1.029-037

References

1. Kurc-Lisiecka A., Ozgowicz W., Ratuszek W., Chruściel K. Texture and structure evolution during cold rolling of austenitic stainless steel. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, 2012, vol. 52, iss. 1, pp. 22–30.
2. Usov V.V., Shkatulyak N.M., Girenko V.S., Rabkina M.D., Bernatsky A.V., Musienko A.P., Shcherbakov O.N. Effect of crystallographic texture on the tendency to brittle fracture of layered low-alloy low-pearlitic steels. *Izv. Acad. Nauk SSSR. Metally*, 1990, no. 1, pp. 120–125. (In Russian).
3. Lyakishev N.P., Shamrai V.F., Egiz I.V., Efron L.I., Izotov V.I., Matrosov Yu.I. Crystallographic texture and mechanical properties of the steel sheet. *Metally*, 2003, iss. 4, pp. 93–100. (In Russian).
4. Gorkunov E.S., Savrai R.A., Makarov A.V., Zadvorkin S.M. Magnetic techniques for estimating elastic and plastic strains in steels under cyclic loading. *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*, 2015, iss. 2, pp. 6–15. DOI: 10.17804/2410-9908.2015.2.006-015. Available at: <http://dream-journal.org>.
5. Lobanov L.M., Nekhotyashchy V.A., Rabkina M.D., Usov V.V., Shkatulyak N.M., Tkachuk E.N. Anisotropy of the coercive force and texture of deformed steel. *Deformatsiya i razrushenie materialov*, 2010, no. 10, pp. 19–24. (In Russian).
6. Kuzeev I.R., Tukaeva R.B., Bayazitov M.I., Abyzgildina S.S. *Osnovnoye oborudovaniye tekhnologicheskikh ustanovok NPZ* [The Main Equipment of the Refinery Process Units]. Ufa, UGNTU Publ., 2013, 129 p. (In Russian).

7. Vishnyakov Ya.D., Babareko A.A., Vladimirov S.A., Egiz I.V. *Teoriya obrazovaniya tekstur v metallakh i splavakh* [The Theory of the Formation of Textures in Metals and Alloys]. M., Nauka Publ., 1979, 343 p. (In Russian).
8. Danilov S.V., Kalinin A.A. [The texture of hot-rolled anisotropic electrical steel]. *XV Mezhdunarodnaya nauchno-tekhnicheskaya uralskaya shkola-seminar metallovedov – molodykh uchenykh*. Ekaterinburg, URFU Publ., 2014, pp. 293–295. (In Russian). Available at: <http://hdl.handle.net/10995/29761>.
9. Canova G.R., Kocks U.F., Jonas J.J. Theory of torsion texture development. *Acta Metallurgica*, 1984, vol. 32, iss. 2, pp. 211–226. DOI: 10.1016/0001-6160(84)90050-6.
10. [Manufacturing technology of seamless pipes]. *Svarka metalla*. (In Russian). Available at: <http://www.tehnoarticles.ru/svarkametalla/14.html>.
11. Preobrazhensky A.A., Bishard E.G. *Magnitnye materialy i elementy* [Magnetic Materials and Elements]. M., Vysshaya Shkola Publ., 1986, 352 p. (In Russian).
12. Cayron C. One-step model of the face-centred-cubic to bodycentred-cubic martensitic transformation. *Acta Crystallographica Section A: Foundations of Crystallography*, 2013, vol. 69, iss. 5, pp. 498–509. DOI: 10.1107/S0108767313019016.

Подана в журнал: 24.12.2015
УДК 669-176:548.4
DOI: 10.17804/2410-9908.2016.1.029-037

ТЕКСТУРА И КОЭРЦИТИВНАЯ СИЛА ТРУБЧАТЫХ ПЕЧНЫХ ЗМЕЕВИКОВ

Н. М. Шкатуляк¹, Е. А. Драгомерецкая¹, В. В. Усов^{1*}, М. Д. Рабкина², А. Л. Палиенко²

¹Южно-украинский национальный педагогический университет им. К.Д. Ушинского,
ул. Старопортофранковская, 26, 65020, г. Одесса, Украина

²Институт электросварки им. Е.О. Патона НАНУ, ул. Боженко, 11, 03150, г. Киев, Украина

* Ответственный автор. Электронная почта: valentin_usov50@mail.ru; адрес для переписки:
ул. Колонтаевская, 59, кв. 8, 65091, г. Одесса, Украина. Телефон: +(38) 066 352 90 92.

Рентгеновским методом с помощью построения обратных полюсных фигур исследована кристаллографическая текстура металла трубчатых образцов, вырезанных из змеевиков печей, участвующих в процессе переработки нефти после различных сроков их эксплуатации. Текстуру хромомолибденовой ферритной стали 15X5M и хромоникелевой аустенитной стали 08X18H10T изучали в направлении нормали (НН) к поверхности труб, направлении прокатки (НП), совпадающем с осью труб, и поперечном направлении (ПН), совпадающем с тангенциальным (кольцевым) направлением труб. Коэрцитивную силу измеряли в осевом и кольцевом направлениях. Коэрцитивная сила в НП превышает ее значение в ПН. Это различие объясняется кристаллической магнитной анизотропией, обусловленной кристаллографической текстурой. Хотя рентгенографический фазовый анализ трубчатых образцов печных змеевиков из нержавеющей стали 08X18H10T не выявил наличия ферромагнитной фазы, имеет место анизотропия коэрцитивной силы. Обсуждаются возможные причины явления.

Ключевые слова: печной змеевик, кристаллографическая текстура, коэрцитивная сила, кристаллическая магнитная анизотропия.

1. Введение

Материалом для змеевиков трубчатых печей в нефтеперерабатывающих комплексах (НПК) служат преимущественно теплостойкие стали типа 15X5M и жаростойкие стали типа 08X18H10T (НПК). Данные стали регламентируются ГОСТами, в частности по химсоставу и механическим свойствам, однако характеристики структуры, имеющие при этом определяющее значение, в частности кристаллографическая текстура, не находят отражение в нормативных документах. Ранее проводились исследования формирования текстуры в листовых полуфабрикатах вышеназванных сталей при горячей и холодной прокатке [1]. Однако текстура труб из вышеупомянутых сталей практически не исследована. В то же время неблагоприятная кристаллографическая текстура облегчает распространение хрупких слоистых трещин [2, 3], что может привести к выходу из строя оборудования. Поэтому мониторинг структурного состояния элементов конструкций и систем оборудования НПК – актуальная задача физики прочности и пластичности. Перспективными являются неразрушающие методы магнитного контроля структурных изменений и деградации ферромагнитных материалов, развиваемые, например, в [4]. Одним из перспективных методов неразрушающего контроля структурного состояния сталей мог бы стать метод измерения коэрцитивной силы в элементах оборудования, работающих в экстремальных условиях. Однако для внедрения этого метода в практику контроля необходимо исследовать корреляцию коэрцитивной силы с характеристиками структуры, в частности кристаллографической текстуры. Ранее были найдены значимые корреляционные связи и получены соответствующие линейные уравнения регрессии с высокими значениями коэффициента надежности аппроксимации между значениями полюсной плотности на обратных полюсных фигурах (ОПФ) направления прокатки (НП)

$P_{hkl}I\ddot{I}$ и поперечного направления (ПН) $P_{hkl}I\ddot{I}$ и значениями коэрцитивной силы $H_cI\ddot{I}$ и $H_cI\ddot{I}$ листов и цилиндрических оболочек из стали 08кп [5].

Цель данной работы – исследование кристаллографической текстуры и коэрцитивной силы трубчатых элементов из хромомолибденовой стали 15X5M и нержавеющей аустенитной стали 08X18H10T.

2. Материал и методика исследований

Материалами для исследований послужили образцы стали 15X5M из змеевика диаметром 219 мм с толщиной стенки 9 мм, отработавшего порядка 270000 часов, а также – стали 08X18H10T из змеевика диаметром 152 мм с толщиной стенки 8 мм после 140000 ч эксплуатации. Длина исследуемых трубчатых образцов была 1000 мм. Известно, что для изготовления печей НПК используют бесшовные цельнотянутые трубы [6]. Коэрцитивную силу измеряли с помощью стандартного коэрцитиметра КРМ-Ц-К2М в тангенциальном (кольцевом) направлении ($H_{c\perp}$) и вдоль оси труб ($H_{c\parallel}$) не менее 5 раз в различных участках труб. В качестве величины коэрцитивной силы в соответствующем направлении трубы принимали среднее арифметическое значение. Для обеспечения более точных и стабильных значений коэрцитивной силы вдоль оси трубчатого образца применяли специальное приспособление, с помощью которого полюсные наконечники датчика коэрцитиметра располагались строго в осевом направлении. Для измерений коэрцитивной силы в кольцевом направлении для труб диаметром более 40 мм приспособления не требуется, так как датчик занимает устойчивое положение. Квадратные полюсные наконечники датчика имели размеры 33×33 мм, расстояние между внутренними сторонами которых составило 32,4 мм.

Для исследования текстуры вырезали прямоугольные образцы с длиной диагонали 24 мм для установки в кювету штатной текстурной приставки гониометра ДРОН-3м. Текстуру исследовали рентгеновским методом с построением обратных полюсных фигур направления нормали (НН) к поверхности трубы, направления прокатки (НП), совпадающего с осевым направлением трубы, и поперечного (тангенциального) направления (ПН), перпендикулярного к стенке трубы, – соответственно ОПФ НН, ОПФ НП и ОПФ ПН. Перед рентгеновскими исследованиями текстуры в НН цилиндрические поверхности труб шлифовали для получения плоской поверхности. Для исследования текстуры при отражении от плоскостей образцов перпендикулярных НП и ПН с целью увеличения облучаемой поверхности изготавливали наборные образцы, состоящие из наклеенных друг на друга кусочков, ориентированных соответствующими плоскостями перпендикулярно НП и ПН соответственно. Перед исследованием текстуры соответствующие исследуемые поверхности химически полировали на губину 0,1 мм для удаления искаженного механической обработкой слоя.

На дифрактометре ДРОН-3м проводили сканирование по углам $\theta - 2\theta$ в фильтрованном излучении K_α – молибдена. Записывали дифрактограммы линий (110), (200), (211), (220), (310), (222), (321), (400) для образцов из стали 15X5M и образца без текстуры. Для текстурованных образцов из стали 08X18H10T и соответствующего образца без текстуры фиксировали дифракционные отражения от кристаллографических плоскостей (111), (200), (220), (311), (222), (331), (420), (422), (531), (620), (533), (640), (642), (733), (664), (931). Бестекстурные образцы изготовили из мелких рекристаллизованных опилок соответствующих сталей. В качестве полюсной плотности использовали отношения интегральных интенсивностей линий дифракции исследуемых образцов и эталона с нормировкой, по Моррису [7]. Приведенная полюсная плотность P_{hkl} пропорциональна отношению интенсивности линии (hkl) в текстурованном образце и образце без текстуры:

$$P_{hkl} = \frac{I_{hkl}^T}{I_{hkl}^0} K, \tag{1}$$

где нормирующий множитель K :

$$K = \frac{1}{\sum_{\Delta} A_{hkl} I_{hkl}^T / I_{hkl}^0}, \tag{2}$$

где $\sum_{\Delta} A_{hkl} = 1$. Значение коэффициентов A_{hkl} приведены в [7]. Таким образом,

$$P_{hkl} = \frac{I_{hkl}^T / I_{hkl}^0}{\sum_{\Delta} A_{hkl} I_{hkl}^T / I_{hkl}^0}, \tag{3}$$

где I_{hkl}^T – интегральная интенсивность линии $\{hkl\}$ в текстурированном образце; I_{hkl}^0 – то же для образца без текстуры.

3. Результаты и обсуждение

Обратные полюсные фигуры трубчатых образцов из стали 15X5M представлены на рис. 1.

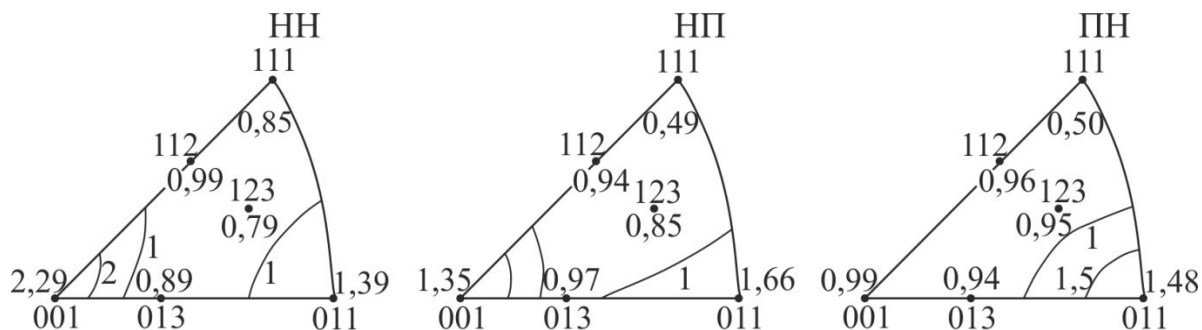


Рис. 1. Текстура трубчатых образцов из стали 15X5M

На рис. 2 представлены ОПФ трубчатых образцов из стали 08X1810Т.

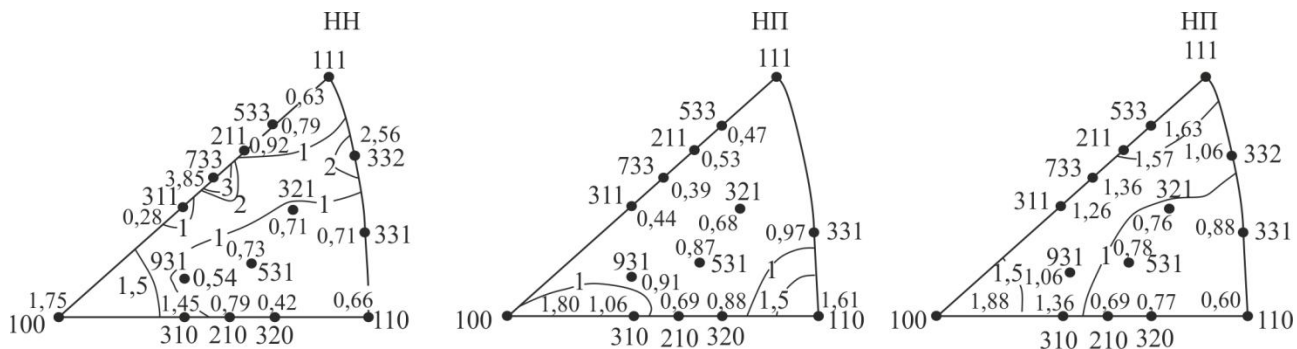


Рис. 2. Текстура трубчатых образцов из стали 08X1810Т

Результаты измерения коэрцитивной силы приведены в таблице.

Коэрцитивная сила в трубчатых образцах печных змеевиков

Сталь	Коэрцитивная сила H_c , А/см	
	Вдоль оси трубы	В кольцевом направлении
15X5M	6,84	6,14
08X18H10T	1,15	0,94

На рис. 1 видно, что на ОПФ НН трубчатого образца печного змеевика из стали 15X5M наблюдается два максимума полюсной плотности. Один величиной 2,29 – в полюсе $\langle 001 \rangle$ и 1,39 – в полюсе $\langle 110 \rangle$. Аналогичное распределение полюсной плотности на ОПФ НП, но с другими значениями максимумов. На ОПФ НП при этом имеет место один максимум полюсной плотности 1,48 в полюсе $\langle 110 \rangle$. Анализ показал, что текстура может быть описана комбинацией идеальных ориентировок $\{001\}\langle 110 \rangle + \{110\}\langle 100 \rangle$. Здесь и далее цифры в фигурных скобках означают индексы Миллера семейства кристаллографических плоскостей, параллельных поверхности трубы. Цифры в угловых скобках означают индексы Миллера семейства кристаллографических направлений, принадлежащих вышеуказанным кристаллографическим плоскостям и совпадающих с направлением оси трубы. Первая из ориентировок является типичной для текстуры прокатки ферритной стали. Вторая представляет собой ориентировку так называемой текстуры Госса [8]. Эта текстура является желательной в трансформаторной стали [8]. Формирование текстуры Госса в трансформаторной стали связано с протеканием вторичной рекристаллизации. В то же время текстура типа $\{110\}\langle 100 \rangle$ является текстурой сдвига в ОЦК-металлах и сплавах [9]. Так как при изготовлении бесшовных труб применяется прокатка со скошенными валками [10], то вероятной причиной формирования текстуры $\{110\}\langle 100 \rangle$ в трубчатом образце стали 015X5M является наличие сдвиговой деформации при прокатке.

Из данных таблицы видно, что наблюдается анизотропия коэрцитивной силы. Коэрцитивная сила в осевом направлении превышает ее значение в кольцевом направлении примерно в 1,12 раза.

В общем случае коэрцитивную силу можно представить как сумму составляющих, обусловленных кристаллографической магнитной анизотропией H_c^K , возникающими при наличии дефектов кристаллической решетки внутренними упругими напряжениями H_c^σ , и измельчением кристаллов и их вытянутостью H_c^N [11]:

$$H_c = H_c^K + H_c^\sigma + H_c^N = a \frac{K_1}{\mu_0 I_S} + b \frac{\lambda_S \sigma}{\mu_0 I_S} + c |N_b - N_a| I_S, \quad (4)$$

где a, b, c – числовые коэффициенты; K_1 – константа магнитной анизотропии; μ_0 – магнитная постоянная; I_S – намагниченность насыщения; λ_S – магнитострикция насыщения; σ – внутренние упругие напряжения; N_a – коэффициент размагничивания в направлении главной оси частицы в форме эллипсоида; N_b – коэффициент размагничивания в любом перпендикулярном главной оси направлении.

Максимально возможное для данного вещества значение H_c^N соответствует сильно вытянутой частице, для которой [11] $H_c^N = I_S/2$.

Из работы [5] следует, что между полюсной плотностью P_{110} и величиной коэрцитивной силы имеет место линейная корреляция с коэффициентом надежности аппроксимации более 0,8. Аналогичная связь прослеживается и в нашем исследовании. Можно предпо-

ложить, что анизотропия коэрцитивной силы в трубчатых образцах стали 15X5M обусловлена, в основном, магнитной кристаллографической анизотропией вследствие кристаллографической текстуры. Повышение коэрцитивной силы в НП по сравнению с ПН может быть объяснено следующим образом. Известно, что в α -железе и сплавах на его основе кристаллографическое направление $\langle 100 \rangle$ является осью легкого намагничивания. Это означает, что работа намагничивания, необходимая для насыщения в направлении $\langle 100 \rangle$, минимальна [11]. До наложения магнитного поля вектор намагниченности кристаллов был ориентирован в направлении легкого намагничивания $\langle 100 \rangle$ [11]. При включении внешнего магнитного поля вдоль оси трубы совершаемая работа по переориентации вектора намагниченности кристаллов к направлению трудного намагничивания $\langle 110 \rangle$ возрастает. Аналогичные процессы происходят и при наложении магнитного поля в кольцевом направлении. Но как видно из рис. 1, полюсная плотность $\langle 110 \rangle$ вдоль оси трубы составила 1,66, а в кольцевом направлении (ПН) – 1,48, т. е. меньше в 1,12 раза, как и отношение соответствующих значений коэрцитивной силы. Таким образом, при оценке структурного состояния сталей необходимо принимать во внимание влияние кристаллографической текстуры.

Текстура трубчатых образцов печных змеевиков из стали 08X18H9T отличается от обычной текстуры прокатки аустенитных сталей (рис. 2). Видно, что ОПФ НН характеризуется широкой полосой повышенной полюсной плотности. Эта полоса начинается в полюсе $\langle 001 \rangle$ и простирается до полюса $\langle 332 \rangle$. В сочетании с ОПФ НП, где имеет место максимум в полюсе $\langle 110 \rangle$, такое распределение ориентаций характерно для текстуры кручения типа $\{hkl\} \langle 110 \rangle$ [9], что, вероятно, обусловлено условиями прокатки бесшовных труб. При обычной текстуре прокатки листов максимум располагается в полюсе $\langle 112 \rangle$ [1]. Второй по величине максимум полюсной плотности на ОПФ НН в полюсе $\langle 332 \rangle$. Образование этого максимума связано с двойникованием [7]. Наличие двойников подтверждается на наших снимках микроструктуры (рис. 3). Кроме того, наблюдается также максимум 1,75 в полюсе $\langle 001 \rangle$.

На ОПФ НП два максимума полюсной плотности. Один величиной 1,80 наблюдается в полюсе $\langle 100 \rangle$, а второй – в полюсе $\langle 110 \rangle$ (1,61).

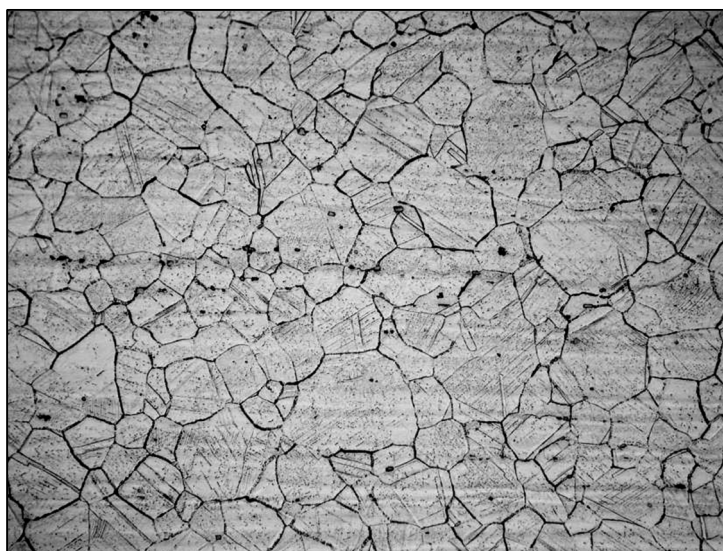


Рис. 3. Микроструктура трубчатого образца из стали 08X18H10T. Снято на микроскопе «Неофот – 32». Увеличение $\times 200$

На ОПФ ПН видно наличие двух максимумов полюсной плотности в полюсе $\langle 100 \rangle$ (1,88) и в полюсе $\langle 111 \rangle$ (1,79).

Анализ показал, что в текстуре присутствует кубический компонент текстуры $\{001\} \langle 100 \rangle$, который, вероятно, связан с динамической рекристаллизацией в процессе получения труб. Имеет место также компонент текстуры сдвига $\{hkl\} \langle 110 \rangle$. Формирование ком-

понента $\{332\}\langle 113\rangle$, может быть, связано со скольжением по плоскостям, параллельным границам двойников, которое ведет к аномальному вращению двойниковой матрицы вышеуказанной ориентации $\{332\}\langle 113\rangle$ [5].

Как видно из таблицы, в трубчатых образцах печного змеевика из нержавеющей стали 08X19H10T, который эксплуатировался при температурах до 400 °С, коэрцитивная сила вдоль оси трубы и в кольцевом направлении составили 1,15 и 0,94 А/см соответственно, т. е. имеет место анизотропия коэрцитивной силы, несмотря на то, что аустенит стали неферромагнитен. Однако проведенный рентгеноструктурный анализ не выявил наличия мартенситной фазы, как например, в [1]. Это может быть обусловлено тем, что кристаллы мартенсита слишком малы. Таким образом, метод измерения коэрцитивной силы обладает большей структурной чувствительностью по сравнению с рентгенофазовым анализом.

В данной работе мы не обладаем данными коэрцитивной силы и текстуры труб змеевиков до начала эксплуатации. То, что трубчатые образцы печных змеевиков из стали 08X19H10T обладают магнитными свойствами, свидетельствует о том, что в процессе эксплуатации или изготовления могло произойти мартенситное превращение. Исходя из экспериментальной текстуры трубчатых образцов из стали 08X19H10T можно предположить, что вероятными ориентационными превращениями могли быть превращения Питча типа $\{001\}_\gamma \parallel \{110\}_\alpha$, $\langle 110\rangle_\gamma \parallel \langle 111\rangle_\alpha$ [12]. В этом случае с осевым направлением трубы (НП) будет совпадать направление $\langle 111\rangle_\alpha$ наиболее трудного намагничивания, а с тангенциальным (кольцевым) направлением – $\langle 112\rangle_\alpha$.

При наложении внешнего магнитного поля вдоль оси трубы работа по переориентации вектора намагниченности кристаллов мартенсита, ориентированных ранее в направлении легкого намагничивания, будет больше в НП, чем при наложении магнитного поля в ПН.

4. Заключение

Текстура трубчатого образца печного змеевика из стали 15X5M может быть описана комбинацией ориентировки типичной текстуры прокатки стали $\{001\}\langle 110\rangle$ и компоненты текстуры сдвига $\{110\}\langle 100\rangle$.

В трубчатых образцах печного змеевика из стали 15X5M имеет место анизотропия коэрцитивной силы: ее величина в осевом и кольцевом направлении трубы составила 6,84 и 6,14 А/см соответственно. Анизотропия коэрцитивной силы в трубчатых образцах стали 15X5M обусловлена, в основном, магнитной кристаллографической анизотропией, связанной с увеличением работы по переориентации вектора намагниченности от направления легкого намагничивания $\langle 100\rangle$ до наложения поля к направлению трудного намагничивания $\langle 110\rangle$ при наложении магнитного поля.

Текстура трубчатых образцов печных змеевиков из стали 08X18H9T отличается от обычной текстуры прокатки аустенитных сталей наличием текстуры сдвига $\{hkl\}\langle 110\rangle$ и двойниковых ориентировок $\{332\}\langle 113\rangle$. Проведенный рентгеновский фазовый анализ не зафиксировал наличия мартенситной фазы. При этом коэрцитивная сила имеет значение 1,15 и 0,94 А/см в осевом и кольцевом направлении соответственно, что свидетельствует о том, что коэрцитивная сила больше реагирует на структурные изменения по сравнению с рентгеновским фазовым анализом.

Литература

1. Texture and structure evolution during cold rolling of austenitic stainless steel / A. Kurc-Lisiecka, W. Ozgowicz, W. Ratuszek, K. Chruściel // Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering. – 2012. – Vol. 52, iss.1. – P. 22–30.

2. Влияние кристаллографической текстуры на склонность к слоисто-хрупкому разрушению низколегированных малоперлитных сталей / В. В. Усов, Н. М. Шкатуляк, В. С. Гиренко, М. Д. Рабкина, А. В. Бернацкий, А. П. Мусиенко, О. Н. Щербаков // Изв. АН СССР. Металлы. – 1990. – № 1. – С. 120–125.
3. Кристаллографическая текстура и механические свойства листов стали / Н. П. Лякишев, В. Ф. Шамрай, И. В. Эгиз, Л. И. Эфрон, В. И. Изотов, Ю. И. Матросов // Металлы. – 2003. – № 4. – С. 93–100.
4. Magnetic techniques for estimating elastic and plastic strains in steels under cyclic loading / E. S. Gorkunov, R. A. Savrai, A. V. Makarov, S. M. Zadvorkin // *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*. – 2015. – Iss. 2. – P. 6–15. – DOI: 10.17804/2410-9908.2015.2.006-015. – URL: http://dream-journal.org/DREAM_Issue_2_2015_Gorkunov_E.S._et_al_6_15.pdf.
5. Анизотропия коэрцитивной силы и текстура деформируемой стали / Л. М. Лобанов, В. А. Нехотящий, М. Д. Рабкина, В. В. Усов, Н. М. Шкатуляк, Е. Н. Ткачук // Деформация и разрушение материалов. – 2010. – № 10. – С. 19–24.
6. Основное оборудование технологических установок НПЗ / И. Р. Кузеев, Р. Б. Тукаева, М. И. Баязитов, С. Ш. Абызгильдина. – Уфа : Изд-во УГНТУ, 2013. – 129 с.
7. Теория образования текстур в металлах и сплавах / Я. Д. Вишняков, А. А. Бабарэко, С. А. Владимиров, И. В. Эгиз. – М. : Наука, 1979. – 343 с.
8. Данилов С. В., Куклина А. А. Текстура горячекатаной электротехнической анизотропной стали [Электронный ресурс] // XV международная научно-техническая Уральская школа-семинар металловедов-молодых ученых, Екатеринбург, 8–12 декабря 2014 г.: сборник научных трудов. – Екатеринбург : УрФУ, 2014. – С. 293–295. – URL: <http://hdl.handle.net/10995/29761>.
9. Canova G. R., Kocks U. F., Jonas J. J. Theory of torsion texture development // *Acta Metallurgica*. – 1984. – Vol. 32, iss. 2. – P. 211–226. – DOI: 10.1016/0001-6160(84)90050-6.
10. Технология изготовления бесшовных (цельнотянутых) труб [Электронный ресурс] / Сварка металлов. – URL: <http://www.tehnoarticles.ru/svarkametalla/14.html>.
11. Преображенский А. А., Бишард Е. Г. Магнитные материалы и элементы. – М. : Высш. шк., 1986. – 352 с.
12. Cayron C. One-step model of the face-centred-cubic to bodycentred-cubic martensitic transformation // *Acta Crystallographica Section A: Foundations of Crystallography*. – 2013. – Vol. 69, iss. 5. – P. 498–509. – DOI: 10.1016 / 0001-6160 (84) 90050-6.

FORMATION AND EVOLUTION OF STRUCTURE-PHASE STATES IN RAILS AFTER DRAWN RESOURCE

V. E. Gromov^{1*}, K. V. Morozov¹, Yu. F. Ivanov^{2,3}, K. V. Aksenova¹,
 O. A. Peregodov¹, A. P. Semin¹

¹Siberian State Industrial University, 42 Kirova Str., Novokuznetsk, 654007, Russian Federation

²Institute of High Current Electronics, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, 2/3 Akademicheskii ave., Tomsk, 634055, Russian Federation

³National Research Tomsk Polytechnic University, 30 Lenina ave., Tomsk, 634050, Russian Federation

*Corresponding author. E-mail: gromov@physics.sibsiu.ru; address for correspondence: ul. Kirova, 42, 654007, Novokuznetsk, Russian Federation. Tel. +7 3843 78 43 66; fax +7 3843 46 57 92

By optic and transmission electron microscopy, the regularities of the transformation of structural-phase states, the defective substructure of the rail surface layer to the depth of 10 mm under long-term operation (passed gross tonnage 500 and 1000 mln ton) are determined. In the initial state the structure is presented by perlite grains with predominantly lamellar morphology, grains of a ferrite-carbide mixture and structurally free ferrite grains. It is shown that operation of rail steel is accompanied by a complete failure of lamellar pearlite grains in the 15 μm thick surface layer and the formation of a ferrite-carbide mixture with nano-size particles. The strain-induced transformation of steel leads to the increase in the scalar and excessive density of dislocations, the curvature-torsion value of the crystal lattice and the amplitude of internal stress fields.

Keywords: structure, phase composition, surface, rails, operation, dislocation density.

DOI: 10.17804/2410-9908.2016.1.038-044

1. Introduction

The increase in the density of freight traffic and the intensity of movement on modern railways leads to the quick rail failure for many reasons, including the contact-fatigue damages. Up to 15 percent of all rails removed in single replacement have inadmissible standards for wear and crumpling [1]. Apart from practical interest, the problem of rail damage is the subject of particular attention of specialists in the field of physical material science [2].

A long-term rail operation is accompanied by a sufficient change in the structure and properties of the surface layer of the material. The understanding of the processes occurring in the steel in this case is one of the important conditions of controlling the state of the material, and it allows one to predict the operational capabilities of rails. Taking into consideration the increasing growth of railway traffic with the simultaneous increase in unit load on axis tread surface contact and the average rate of movement, the establishment of the nature and regularities of structure, phase composition and defective substructure formation in the surface layers of a rail head in operation is a topical problem [2].

The aim of the research is to analyze the results of studying the rail structure, phase composition and defective substructure formation under long-term operation.

2. Materials and methods of research

Samples of rails whose properties and elemental composition are governed by GOST (Russian Standard GOST P 51685 – 2000) were used as a test material (table 1). Samples of rail steel were cut from the article in the initial state and after operation on a railway (passed gross tonnage 500 and 1000 mln ton). The phase composition and state of the defective surface substructure and the near-surface layer of the rolling zone of the rail were analyzed. The metal structure was investigated by transmission diffraction (method of thin foils) electron microscopy (JEM-2100F, JEOL)

[3, 4]. Foils were made by electrolytic thinning of plates cut by the electrospark method on the immediate surface of rolling and at a distance of 2 mm and 10 mm from the surface of rolling.

Table 1 – Composition of rail steel (wt.%)

C	Mn	Si	Cr	Ni	Al	V	N	S	P
0.77	0.87	0.34	0.08	0.06	0.08	0.08	0.01	0.022	0.081

3. Results of research and discussion

The rail structure before operation as in [2] is presented by pearlite grains of lamellar morphology (Fig. 1, *a*), by grains of structurally free ferrite without carbide phase particles in volume (Fig. 1, *b*) and ferrite grains, in the volume of which cementite particles of various shapes (grains of ferrite-carbide mixture) are observed (Fig. 1, *c*). The basic structural constituents of steel are grains of lamellar pearlite (volume fraction ~75%).

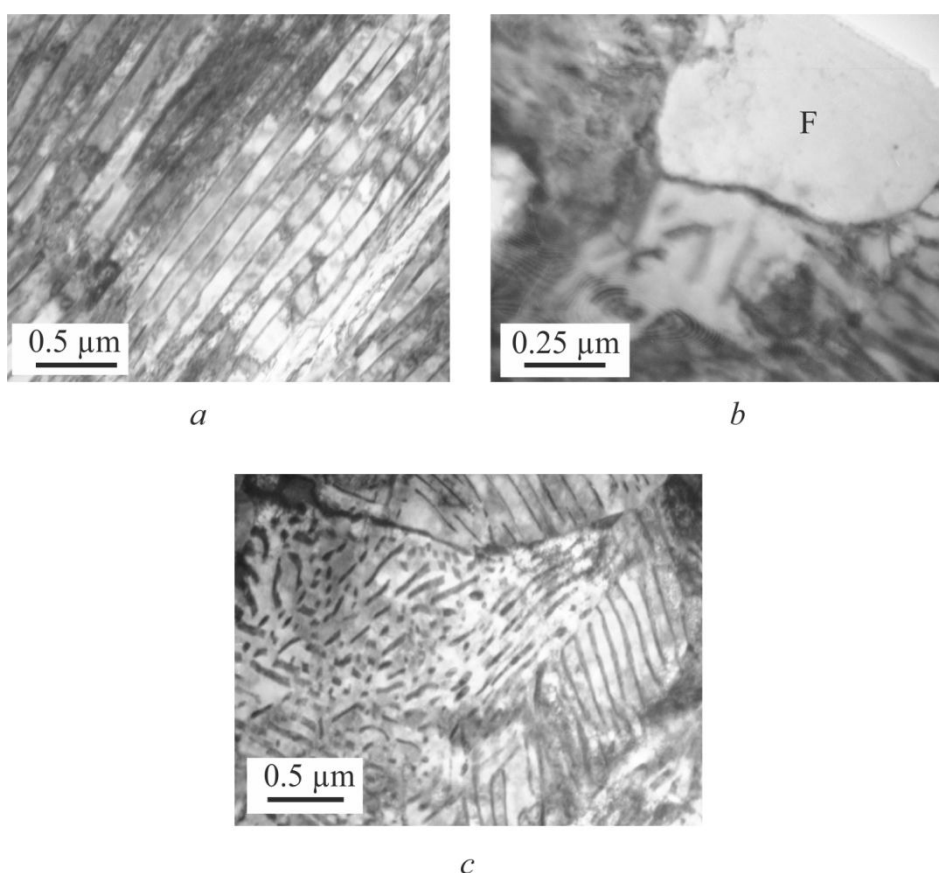


Fig. 1. Electron microscope image of the rail structure; in (b) F is the grain of structurally free ferrite

The lamellar pearlite of rail steel is characterized by the presence of various imperfections: ferrite bridges (sections of ferrite dividing a cementite plate) are observed; cementite plates are bended, non-parallel to each other and having aggregates of different types. By dark-field analysis, the defective substructure of the cementite plates is revealed. Namely, cementite plates are divided into fragments from 30 to 50 nm in size.

In grains of structurally free ferrite, the dislocation substructure in the form of chaotically distributed dislocations is observed; in pearlite grains (namely, in ferrite plates) it is a netlike substructure. The scalar density of dislocations in ferrite grains $\langle \rho \rangle = 3.2 \cdot 10^{10} \text{ cm}^{-2}$, in pearlite grains $-\langle \rho \rangle = 4.2 \cdot 10^{10} \text{ cm}^{-2}$. The scalar density of dislocations reaches the maximum value near globular

particles of the carbide phase, and it measures $\sim 8 \cdot 10^{10} \text{ cm}^{-2}$. The methods of scalar dislocation density were presented in [2–4].

The degree of structural change depends on the conditions of rail operation. The passed tonnage 500 mln ton leads to full transformation and failure of lamellar pearlite structure in the surface layer of the rails. In the volume of pearlite grains, a structure with quasi-homogeneous distribution of carbide phase particles of round shape is formed, the average sizes of the particles being 17.5 nm (Fig. 2, *a*). The arrangement of cementite plates is guessed by the ordered arrangement of nanosize particles and a darker contrast on the image of the grain structure (Fig. 2, *a*, plates are designated by arrows). In the volume of grains of structurally free ferrite, steel deformation results in the formation of a band substructure (Fig. 2, *c–d*). The width of the bands varies between 30 and 50 nm. The microelectron diffraction patterns obtained from the analogous structure have a quasi-circular structure (Fig. 2, *c*). In most cases, the reflections have azimuthal broadening, and this allows one to evaluate the azimuthal component of the full grain-boundary angle of substructure elements [4]. The analysis of the electron diffraction patterns carried out in such a manner has shown that, on the average, the value of the azimuthal component of the full grain-boundary angle measures 13 degrees.

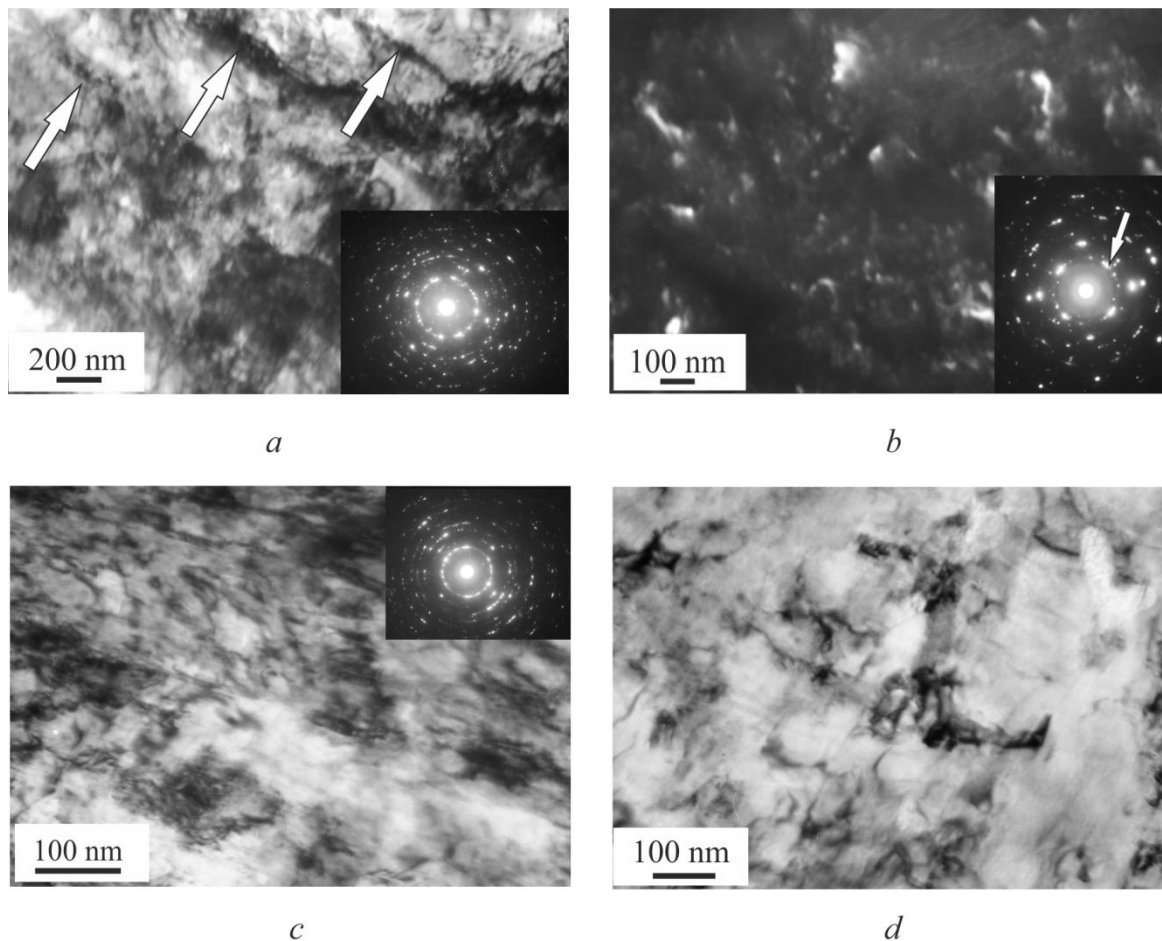


Fig. 2. Electron microscope image of the structure being formed in the rail surface layer after gross 500 mln ton; *a, c, d* – light fields; *b* – dark field obtained in the reflections $[110]\alpha\text{-Fe} + [102]\text{Fe}_3\text{C}$; in *a, b, c* – microelectron diffraction patterns. The arrows in (*a*) designate the locations of cementite plates failed under rail operation; in (*b*) – the reflection in which the dark field was obtained

Following the operation (passed tonnage 500 mln ton), the steel structure changes significantly in the layer adjacent to the surface of rolling. First, fragmentation of the cementite plates of pearlite colonies is revealed. Second, the cementite plates are cut into separate disoriented particles,

as indicated by the quasi-circular arrangement of cementite reflections in the microelectron diffraction patterns obtained from the plates (Fig. 3, *a–b*). The particle sizes vary within 30 – 40 nm. Third, the cementite particles are detected in the volume of ferrite grains and in the volume of the ferrite plates of pearlite colonies (Fig. 3, *c–d*). These facts can be indicative of the occurrence of two competitive processes under operating conditions. Namely, (1) the process of cementite particle cutting followed by their carrying out in the volume of ferrite grains or plates (in the structure of pearlite); (2) the process of cutting followed by the dissolution of the cementite particles, the transition of carbon atoms on dislocations (in Cottrell atmospheres), the transfer of the carbon atoms by the dislocations into the volume of ferrite grains (or plates) followed by the second formation of nanosize cementite particles. Other possible transformation mechanisms of the carbide subsystem in rail steel were analyzed in [5–13].

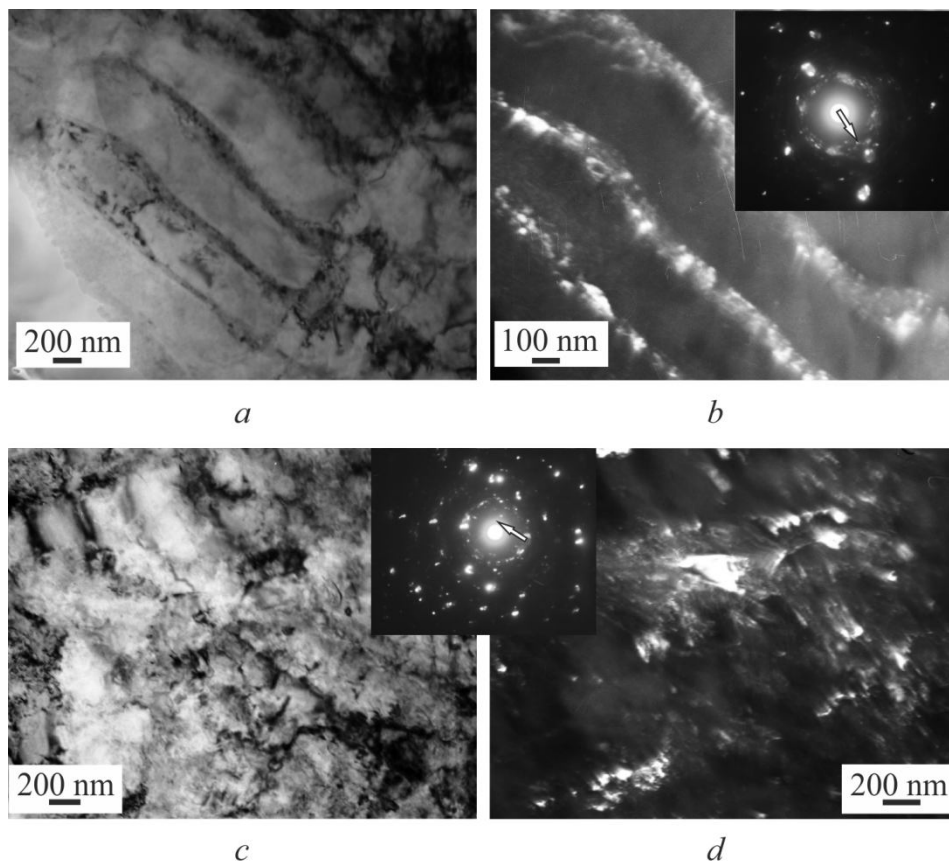


Fig. 3. Electron microscope image of the structure of the rail steel layer on the contact surface: (*a, c*) – bright field; (*b, d*) – dark field obtained in the reflections $[031] \text{Fe}_3\text{C}$ and $[211] \text{Fe}_3\text{C}$; electron microdiffraction patterns; the arrows indicate the reflections corresponding to the dark fields

The service of rails is accompanied by an appreciable increase in the scalar density of dislocations having attained the value of $\approx 10 \cdot 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ at passed tonnage 1000 mln ton. Simultaneously with the growth of the scalar density of dislocations, an increase in the internal fields of stresses is noted. The presence of them is detected, as mentioned above, by the presence of bend extinction contours. When analyzing the location of the contours in the steel structure, One can note that the sources of the stress fields are interfaces – intraphase (interfaces of grains, subgrains, fragments) and interphase boundaries (interphase of α -phase and cementite).

It has been established as a result of the investigations that stress concentrators in the steel under study are interfaces of the cementite plates of pearlite grains, interfaces of pearlite grains and ferrite grains. In this case, the contour initiates from the interface of the plate and/or the grains. The

sources of the stress fields are very often the particles of the second phase located along the boundaries and in the volume of grains.

The bending of the material crystal lattice may be, first, pure elastic one created by stress fields accumulated due to the incompatibility of deformation, for example, polycrystal grains [14], lamellar material to nondeformable particles [15]. The sources of the stress fields of elastic origin initiating mainly under uniform deformation of the material are the junctions and boundaries of polycrystal grains, disperse nondeformable particles, in some cases – cracks [16]. Second, the bending may be plastic if the bend is created by dislocation charges, that is, excess density of dislocations localized in some volume of the material, and third, the bending may be elastic-plastic when both sources of the fields are present in the material.

The procedure of evaluating the internal stress fields along the corresponding extinction contours consists in determining the curvature-torsion of the crystal lattice. For this purpose, either the rate of displacement of the extinction contour under the changes of the goniometer slope angle or the width of the extinction contour [2, 17] is measured.

The testing assessments carried out on hardened steels, as well as steels subjected to different degrees and types of deformation [2], have shown that reasonable assessments of the value of internal stress fields could be done using the following relationship:

$$\sigma_{\tau} = Gt \frac{\partial \varphi}{\partial \ell} \approx 10^{-2} G \frac{t}{h},$$

where h is the transverse size of the bend extinction contour; t is foil width; G is the shear modulus of steel.

Thus, the morphology of bend extinction contours characterizes the gradient of the curvature-torsion of the material lattice, the value of the transverse size of the contours – the amplitude of the curvature-torsion of the crystal lattice.

The capacity of the bend extinction contour (internal stress fields generated by this contour) is characterized by its transverse size – the less are the transverse sizes of the contour, the higher is the amplitude of the internal stress fields [2, 4]. Using this characteristic, one can note that the stress fields of maximum amplitude are formed by an interface particle/matrix (Table 2).

Table 2 – Values of long range stress fields

Stress concentrators	Width of bend extinction contour, [nm]	Values of internal stress fields, [GPa]
Boundaries of pearlite grains	170–300	0.4–0.8
Boundaries of ferrite and pearlite grains	150–200	0.5–0.9
Interphase boundary of globular cementite particle and ferrite matrix	70–100	1.6–2.3

4. Conclusion

The structure, phase composition and defective substructure of rails along the central axis to 10 mm depth are studied by optic and transmission electron diffraction microscopy. It has been found that rail operating conditions result in the formation of a multilayer structure. The surface layer up to 20 μm thick has a multiphase and submicrocrystalline structure.

The rail operating conditions (passed tonnage 500 mln ton) result in a complete failure of lamellar pearlite grains in the surface layer up to 4 μm thick and the formation of a ferrite-carbide

mixture with nanosize particles of a carbide mixture. The increase in the passed tonnage up to 1000 mln ton is accompanied by the growth of cracking in the surface layer with a fractured structure of lamellar pearlite. The strain-induced transformation of steel is accompanied by an increase in the scalar and excessive density of dislocations, the curvature-torsion value of the crystal lattice and the amplitude of internal stress fields.

Acknowledgments

The research is partially financed by the Russian Science Foundation (project number 15-12-00010).

References

1. Shur E.A. *Povrezhdenie relsov* [Failure of Rails]. Moscow, Intext Publ., 2012, 192 p. (In Russian).
2. Gromov V.E., Yuriev A.B., Morozov K.V., Ivanov Yu.F. *Mikrostruktura zakalennykh relsov* [Microstructure of Hardened Rails]. Novokuznetsk, Inter-Kuzbass Publ., 2014, 213 p. (In Russian).
3. Thomas G., Gorindge M.J. *Prosvechivayushchaya elektronnaya mikroskopiya materialov* [Transmission Electron Microscopy of Materials]. Moscow, Intekst Publ., 1983, 320 p. (In Russian).
4. Hirsch P.B., Howie A., Nicholson R.B., Pashley D.W., Whelan M.J. *Elektronnaya mikroskopiya tonkikh kristallov* [Electron Microscopy of Thin Crystals]. Melbourne, Krieger Publishing Co., 1977, 574 p.
5. Ivanisenko Yu., Fecht H.J. Microstructure modification in the Surface Layers of Railway Rails and Wheels. *Steel Tech.*, 2008, vol. 3, iss. 1, pp. 19–23.
6. Ivanisenko Yu., Maclaren I., Sauvage X., Valiev R.Z., Fecht H.J. Shear-induced $\alpha \rightarrow \gamma$ transformation in nanoscale Fe-C composite. *Acta Materialia*, 2006, vol. 54, iss. 6, pp. 1659–1669. DOI: 10.1016/j.actamat.2005.11.034.
7. Ning Jiang-li, Courtois-Manara E., Kormanaeva L., Ganeev A.V., Valiev R.Z., Kubel C., Ivanisenko Yu. Tensile properties and work hardening behaviors of ultrafine grained carbon steel and pure iron processed by warm high pressure torsion. *Material Science and Engineering: A*, 2013, vol. 581, pp. 8–15. DOI: 10.1016/j.msea.2013.05.008.
8. Gavriljuk V.G. Decomposition of cementite in pearlitic steel due to plastic deformation. *Material Science and Engineering: A*, 2003, vol. 345, iss. 1–2, pp. 81–89. DOI: 10.1016/S0921-5093(02)00358-1.
9. Li Y.J., Choi P., Bochers C., Westerkamp S., Goto S., Raabe D., Kirchheim R. Atomic-scale mechanisms of deformation-induced cementite decomposition in pearlite. *Acta Materialia*, 2011, vol. 59, iss. 10, pp. 3965–3977. DOI: 10.1016/j.actamat.2011.03.022.
10. Ivanisenko Yu., Wunderlich R.K., Valiev R.Z., Fecht H.-J. Annealing behavior of nanostructured carbon steel produced by severe plastic deformation. *Scripta Materialia*, 2003, vol. 49, iss. 10, pp. 947–952. DOI: 10.1016/S1359-6462(03)00478-0.
11. MacLaren I., Ivanisenko Yu., Fecht H.-J., Sauvage X., Valiev R.Z. Early stages of nanostructuring of a pearlitic steel by high pressure torsion deformation. In: Y.T. Zhu et al., eds. *Ultrafine Grained Materials-IV, Proceedings of a symposium at the 2006 Annual Meeting*, San Antonio, Texas, March 12–16, 2006, Warrendale, Pennsylvania, TMS, 2006, pp. 1–6.
12. Ivanisenko Yu., Lojkowski W., Fecht H.-J. Stress- and Strain Induced Phase Transformations in Pearlitic Steels. *Materials Science Forum*, 2007, vol. 539–543 (part 5), pp. 4681–4686.
13. Ivanisenko Yu., Lojkowski W., Valiev R.Z., Fecht H.-J. The mechanism of formation of nanostructure and dissolution of cementite in a pearlitic steel during high pressure torsion. *Acta Materialia*, 2003, vol. 51, iss. 18, pp. 5555–5570. DOI: 10.1016/S1359-6454(03)00419-1.

14. Panin V.E., Likhachev V.A., Grinyaev Yu. *Strukturnyye urovni deformatsii tverdykh tel* [Structural Levels of Deformation of Solids]. Novosibirsk, Nauka Publ., 1985, 229 p. (In Russian).
15. Rybin V.V. *Bolshiyе plasticheskiye deformatsii i razrusheniye metallov* [Large Plastic Deformations and Fracture of Metals]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1986, 224 p. (In Russian).
16. Eshelby J. *Kontinualnaya teoriya dislokatsiy* [The Continuum Theory of Lattice Defects]. Moscow, Izdatelstvo Inostrannoy Literatury Publ., 1963, 247 p. (In Russian).
17. Gromov V.E., Kozlov E.V., Bazaikin V.I., Tsellermaer V.Ya., Ivanov Yu.F., Ignatenko L.N., Popova N.V., Chinokalov V.Ya., Poltoratsky L.M., Zakirov D.M. *Fizika i mekhanika volocheniya i obyomnoy shtampovki* [Physics and Mechanics of Drawing and Die Forging]. Moscow, Nedra Publ., 1997, 293 p. (In Russian).

THE DIGITAL IMAGE CORRELATION METHOD APPLIED TO STUDYING THE LOCALIZATION OF THE PLASTIC DEFORMATION OF AN ALLUMINUM ALLOY ELECTROLYTICALLY SATURATED WITH HYDROGEN

A. V. Bochkareva^{1,2}, A. G. Lunev^{1,2}, Yu. V. Li¹, S. A. Barannikova^{1,3*}, L. B. Zuev^{1,3}

¹*Institute of Strength Physics and Materials Science, 2/4 Akademicheskii ave., 634055, Tomsk, Russian Federation*

³*Tomsk Polytechnic University, 30 Lenina ave., 634050, Tomsk, Russian Federation*

²*Tomsk State University, 36 Lenina ave., 634050, Tomsk, Russian Federation*

*Corresponding author. E-mail: bsa@ispms.tsc.ru; address for correspondence: 2/4, pr. Akademicheskii, 634055, Tomsk, Russian Federation. Tel.: (3822)286923

The paper presents investigations of the effect of hydrogen embrittlement on the plastic flow. The studies are performed for test samples of aluminum alloy subjected to electrolytic hydrogenation in a three-electrode electrochemical cell at a controlled constant cathode potential using the Digital Image Correlation method. Diagrams of localized plasticity wave propagation through the length of the sample under deformation have been obtained. The deformation diagrams are examined for the deformed samples of the aluminum alloy and also main parameters of localized plasticity patterns are determined. Using the scanning electron microscopy method, the changes in the fracture surface are investigated.

Keywords: hydrogen embrittlement, duralumin, plasticity, microhardness, localized deformation.

DOI: 10.17804/2410-9908.2016.1.045-054

References

1. Semenova I.V., Florianovich G.M., Khoroshilov A.V. *Korroziya i zashchita ot korrozii*. [Corrosion and Corrosion Prevention]. Moscow, Fizmatlit Publ., 2002, 335. (In Russian).
2. Lunarska E., Chernyaeva O. Effect of precipitates on hydrogen transport and hydrogen embrittlement of aluminum alloys. *Materials Science*, 2004, vol. 40, iss. 3, pp. 399–407. DOI: 10.1007/s11003-005-0049-2.
3. Kannan M., Raja V.S. Hydrogen embrittlement susceptibility of over aged 7010 Al-alloy. *Journal of Materials Science*, 2006, vol. 41, pp. 5495–5499. DOI: 10.1007/s10853-006-0287-1.
4. Kim S.J., Han M.S., Jang S.K. Electrochemical characteristics of Al-Mg alloy in seawater for leisure ship: Stress corrosion cracking and hydrogen embrittlement. *Korean Journal of Chemical Engineering*, 2009, vol. 26, iss. 1, pp. 250–257. DOI: 10.1007/s11814-009-0042-9.
5. Kumar S., Namboodhiri T.K.G. Precipitation hardening and hydrogen embrittlement of aluminum alloy AA7020. *Bulletin of Materials Science*, 2011, vol. 34, no. 2, pp. 311–321. DOI: 10.1007/s12034-011-0066-8.
6. Nykyforchyn H.M., Ostash O.P., Tsyryl'nyk O.T., Andreiko I.M., Holovatyuk Yu.V. Electrochemical evaluation of the in-service degradation of an aircraft aluminum alloy. *Materials Science*, 2008, vol. 44, iss. 2, pp. 254–259. DOI: 10.1007/s11003-008-9067-1.
7. Plekhov O.A., Naimark O., Saintier N. Experimental study of energy accumulation and dissipation in iron in an elastic-plastic transition. *Technical Physics*, 2007, vol. 52, no. 9, pp. 1236–1238. DOI: 10.1134/S106378420709023X.
8. Tretyakova T.V., Vildeman V.E. Studying Cracks Development under Complex Loading Conditions by Digital Image Correlation. *Zavodskaya Laboratoriya. Diagnostika Materialov*, 2012, vol. 78, no. 6, pp. 54–58. (In Russian).

9. Shibkov A.A., Zolotov A.E., Zheltov M.A. Mechanisms of the nucleation of macrolocalized deformation bands. *Izvestiya RAN. Seriya Fizicheskaya*, 2012, vol. 76, no.1, pp. 85–95. (In Russian).
10. Danilov V.I., Bochkaryova A.V., Zuev L.B. Macrolocalization of deformation in material having unstable plastic flow behavior. *The Physics of Metals and Metallography*, 2009, vol. 107, iss. 6, pp. 616–623. DOI: 10.1134/S0031918X0906012X.
11. Zuev L.B., Gorbatenko V.V., Pavlichev K.V. Elaboration of speckle photography techniques for plastic flow analyses. *Measurement Science and Technology*, 2010, vol. 21, no. 5, pp. 1–5. DOI: 10.1088/0957-0233/21/5/054014.
12. Takai K., Shoda H., Suzuki H., Nagumo M. Lattice defects dominating hydrogen-related failure of metals. *Acta Materialia*, 2008, vol. 56, iss. 18, pp. 5158–5167. DOI: 10.1016/j.actamat.2008.06.031.
13. Yagodzinskyy Y., Todoshchenko O., Papula S., Hänninen H. Hydrogen Solubility and Diffusion in Austenitic Stainless Steels Studied with Thermal Desorption Spectroscopy. *Steel Research International*, 2011, vol. 82, iss. 1, pp. 20–25. DOI: 10.1002/srin.201000227.
14. Barannikova S.A., Nadezhkin M.V., Mel'nichuk V.A., Zuev L.B. Tensile plastic strain localization in single crystals of austenite steel electrolytically saturated with hydrogen. *Technical Physics Letters*, 2011, vol. 37, no. 9, pp. 793–796. DOI: 10.1134/S1063785011090057.
15. Barannikova S.A., Nadezhkin M.V., Lunev A.G., Gorbatenko V.V., Shlyakhova G.V., Zuev L.B. Effect of hydrogen on the localization of plastic deformation under tensile of low-carbon steel. *Metallofizika i Noveyshie Tekhnologii*, 2014, vol. 36, iss. 2, pp. 229–245. (In Russian).
16. Barannikova S.A., Nadezhkin M.V., Lunev A.G., Gorbatenko V. V., Zuev L.B. Regularities in localization of plastic flow upon electrolytic hydrogenation of an iron bcc-alloy. *Technical Physics Letters*, 2014, vol. 40, iss. 3, pp. 211–214. DOI: 10.1134/S1063785014030043.
17. Birnbaum H.K., Sofronis P. Hydrogen-enhanced localized plasticity – a mechanism for hydrogen-related fracture. *Material Science and Engineering: A*, 1994, vol. 176, iss. 1–2, pp. 191–202. DOI: 10.1016/0921-5093(94)90975-X.
18. McDonald R.J., Efstathiou C., Curath P. The wave-like plastic deformation of single crystals copper. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 2009, vol. 131, iss. 3, pp. 692–703. DOI: 10.1115/1.3120410.
19. Asharia A., Beaudoin A., Miller R. New perspectives in plasticity theory: dislocation nucleation, waves and partial continuity of plastic strain rate. *Mathematics and Mechanics of Solids*, 2008, vol. 13, no. 3–4, pp. 292–315. DOI: 10.1177/1081286507086903.
20. Fressengeas C., Beaudoin A., Entemeyer D., Lebedkina T., Lebyodkin M., Taupin V. Dislocation transport and intermittency in the plasticity of crystalline solids. *Physical Review B*, 2009, vol. 79, iss.1, pp. 014108-1–014108-9. DOI: 10.1103/PhysRevB.79.014108.

Подана в журнал: 25.12.2015
УДК 621.778:539.37
DOI: 10.17804/2410-9908.2016.1.045-054

ИССЛЕДОВАНИЕ ЛОКАЛИЗАЦИИ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКИ НАСЫЩЕННОГО ВОДОРОДОМ АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА МЕТОДОМ ДЕКОРРЕЛЯЦИИ ЦИФРОВЫХ СПЕКЛ-ИЗОБРАЖЕНИЙ

А. В. Бочкарёва^{1,2}, А. Г. Лунев^{1,2}, Ю. В. Ли¹, С. А. Баранникова^{1,3*}, Л. Б. Зуев^{1,3}

¹Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, пр. Академический, 2/4, Томск, Российская Федерация

²НИИ Томский политехнический университет, пр. Ленина, 30, г. Томск, Российская Федерация

³НИИ Томский государственный университет, пр. Ленина, 36, г. Томск, Российская Федерация

*Ответственный автор. Электронная почта: bsa@ispms.tsc.ru; адрес для переписки: Российская Федерация, г. Томск, пр. Академический, 2/4, 634055. Телефон: (3822) 28-69-23

В работе исследовано влияние насыщения водородом алюминиевого сплава марки Д1 электролитическим методом на локализацию пластического течения. Методом декорреляции цифровых спекл-изображений получены эволюционные картины распространения фронтов локализации по длине образца во время механических испытаний. Проведен анализ стадийности кривых пластического течения и определены основные количественные параметры распространения локализованных зон. Приведены результаты фрактографических исследований поверхностей разрушения дюралюмина в исходном состоянии и после взаимодействия с агрессивной водородосодержащей средой.

Ключевые слова: водородное охрупчивание, дюралюмин, пластичность, микротвердость, локализация деформации.

1. Введение

Изучение влияния коррозионных процессов на механические характеристики и параметры локализации пластической деформации конструкционных металлов и сплавов представляет собой важную инженерную задачу [1]. Термически упрочняемые алюминиевые сплавы, к которым, безусловно, относят дюралюмины, обладают достаточными прочностными характеристиками и одновременно высокой степенью сопротивления коррозионным процессам, ввиду наличия на поверхности инертной оксидной пленки. Все вышесказанное, а также относительная доступность алюминия и его сплавов, позволяют находить широкое применение данным материалам во многих отраслях промышленности, в том числе авиационной, кораблестроительной, в качестве конструкционных узлов различного рода сооружений и др. Широкое применение алюминиевых сплавов предполагает возможность воздействия на них различных факторов окружающей среды, которые инициируют утонение верхнего слоя защитной оксидной пленки, что приводит к развитию коррозионных процессов и снижает общую безопасность конструкций. Алюминиевые сплавы в целом инертны к коррозионным процессам, однако это справедливо только лишь для сплавов с малой степенью пересыщения твердого раствора. Сплавы с высокой концентрацией легирующих элементов, к которым относят сплавы системы дюралюмин, при условии существования в агрессивных средах, напротив, подвержены коррозионному растрескиванию. Причиной такого растрескивания может служить в том числе водород [2–6]. В связи с этим представляется важным установить влияние насыщения водородом электролитическим методом на деформационное поведение термически упрочняемых алюминиевых сплавов.

Применение новых методов для анализа неоднородности полей деформаций позволило значительно продвинуться в понимании природы локализации пластической деформации

[Bochkareva A.V. et al. / The digital image correlation method applied to studying the localization of the plastic deformation of an alluminum alloy electrolytically saturated with hydrogen.](#)

и разрушения металлов и сплавов [7, 8]. Несмотря на многочисленные исследования процесса макролокализации деформации при прерывистой текучести в виде образования деформационных полос на поверхности нагружаемых образцов в алюминиевых сплавах [9] к настоящему моменту времени многие вопросы остаются открытыми. Экспериментальные результаты [10], на которых базируется авторский подход к описанию локализованной пластической деформации, получены с использованием уникального измерительного комплекса ALMEC для фотографической регистрации спекл-изображения [11].

В настоящей работе применение комплекса ALMEC-tv для цифровой регистрации спекл-изображения позволило повысить быстродействие прибора, обеспечить возможность регистрации процессов формоизменения и разрушения в реальном времени, а также повысить пространственное разрешение при исследовании неоднородности фронтов деформации в алюминиевом сплаве Д1 при одноосном растяжении в исходном состоянии и подверженному электролитическому насыщению водородом в течение 100 ч. [12]. Цель работы заключалась в исследовании влияния насыщения водородом алюминиевого сплава марки Д1 электролитическим методом на локализацию пластического течения и изменение механических свойств, поскольку наводороживание алюминиевых сплавов инициирует различные структурные изменения.

2. Материалы и методика эксперимента

Для исследований выбран дисперсионно-твердеющий сплав системы дуралюмин Д1. После штампования из горячекатаного листа образцы были подвергнуты искусственному старению при $T=610$ К в течение 3 ч с охлаждением в печи (*состояние 1*).

Наводороживание образцов осуществляли электролитическим способом посредством помещения образцов в трехэлектродную электрохимическую ячейку при постоянном катодном потенциале $U = -600$ мВ, задаваемом относительно хлорсеребряного электрода сравнения, в 1N раствор серной кислоты с добавлением катализатора – тиомочевины в концентрации 20 мг/л при температуре $T=323$ К в течение 100 часов [13] (*состояние 2*).

Механические испытания образцов в форме двойной лопатки с размерами рабочей части $50 \times 10 \times 2$ мм проводились при 300 К по схеме одноосного растяжения со скоростью растяжения $6,67 \times 10^{-5} \text{ с}^{-1}$ на испытательной машине LFM-125, снабженной для изучения макролокализации деформации автоматизированным лазерным измерительным комплексом ALMEC-tv (ИФПМ СО РАН, Россия) для анализа цифровых спекл-изображений.

Микротвердость сплава Д1 в исходном состоянии и после его насыщения атомами водорода измерялась стандартным методом с использованием наконечника Виккерса на микротвердомере ПМТ-3. Нагрузка на индентор составила $P=0,15$ Н. Индентированию подвергалась полированная поверхность рабочей части образца. Полученные данные представлены с использованием стандартных приемов математической обработки результатов физического эксперимента.

Фактографическое исследование поверхностей излома проводилось с применением растрового электронного микроскопа LEO EVO 50 (Zeiss, Германия) в ЦКП “Нанотех” ИФПМ СО РАН.

3. Результаты исследований и их обсуждение

Кривые нагружения сплава Д1 в исходном состоянии (1) и подверженного электролитическому насыщению водородом в течение 100 ч (2), представленные на рис. 1, имеют пилообразный вид. Спады напряжений на диаграмме достигают 4–5 МПа, природа которых обусловлена эффектом Портевена – Ле Шателье. Без учета зубчатости подобные кривые можно отнести к диаграммам общего типа, которые принято описывать параболической функцией вида:

$$\sigma = \sigma_0 + K\varepsilon^n \quad (1)$$

где K – коэффициент деформационного упрочнения; $n \leq 1$ – показатель деформационного упрочнения; σ – условное напряжение, МПа; σ_0 – напряжение течения, МПа; ε – условная деформация.

Использование метода логарифмирования, для реализации которого необходимо перевести условные напряжение и деформацию (σ, ε) в истинные напряжение и деформацию (s, e) чтобы исключить влияние геометрической составляющей пластической деформации плоского образца, позволяет преобразовать выражение (1) и представить кривую нагружения в системе логарифмических координат $\ln(s - s_0) = f(\ln e)$, где s – истинное напряжение определяется как $s = \sigma(1 + \varepsilon)$, s_0 – критическое напряжение сдвига, МПа; e – истинная деформация, определяется как $e = \ln(1 + \varepsilon)$. Прямолинейные участки на кривой нагружения в системе функциональных логарифмических координат, где показатель n является постоянным и меняется дискретно от участка к участку, соответствуют стадиям пластического течения.

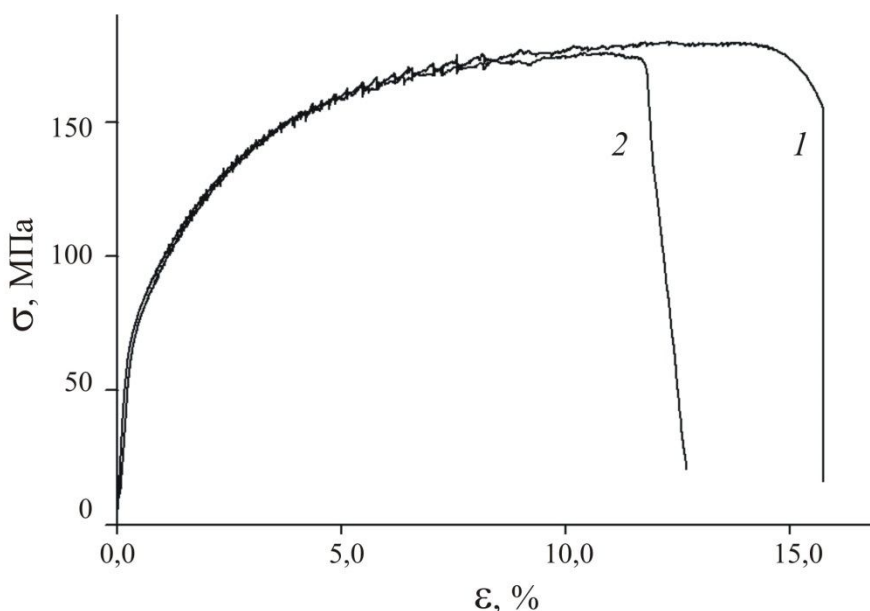


Рис.1. Кривые нагружения сплава Д1 в исходном состоянии (1) и после электролитического наводороживания $t=100$ ч (2)

Коррозионные свойства полуфабрикатов из сплавов системы Al-Cu-Mg определяются фазовым составом выделений, их распределением по границе и объему зерна, а также степенью обеднения приграничных областей медью. Последнее обстоятельство в основном определяется условиями термической обработки.

Количественные данные механических характеристик: $\sigma_{0,2}$ – условный предел текучести, МПа; σ_B – предел прочности, МПа; δ – относительное удлинение до разрыва, % (таблица). Деформирование сплава Д1 в исходном состоянии (1) заканчивается образованием макроскопической шейки, свидетельствующей о приближении вязкого разрушения. Анализ стадийности деформационных кривых сплава в исходном состоянии в функциональных логарифмических координатах позволил достаточно четко выделить три продолжительных прямолинейных участка, для которых показатель деформационного упрочнения n остается постоянным. Таким образом, на диаграмме нагружения сплава в исходном состоянии удалось выделить три стадии пластического течения: стадию линейного упрочнения с

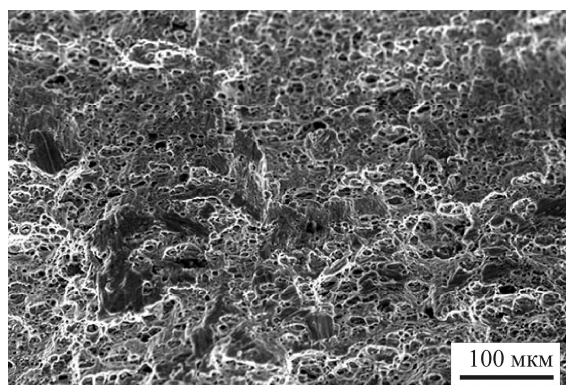
показателем $n = 1$ на участке $\varepsilon = 1,3 \div 2,3 \%$; стадию параболического упрочнения, где $n \approx 1/2$ на интервале $\varepsilon = 3,6 \div 6,1 \%$ и стадию предразрушения с показателем $n \approx 0,3$ на участке $\varepsilon = 6,9 \div 13,8 \%$. Полученные результаты согласуются с данными выполненными ранее исследований [10].

Механические характеристики сплава Д1 в исходном состоянии (1), после электролитического насыщения водородом в течение 100 ч (2)

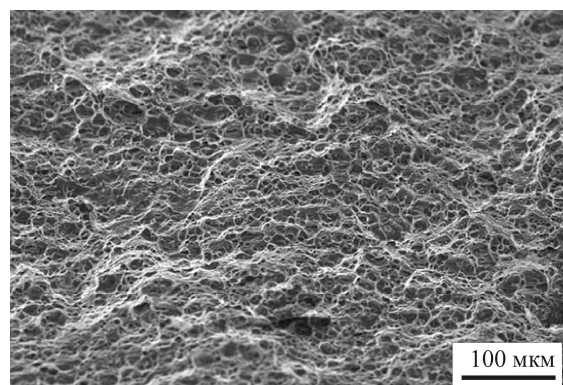
Состояние	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %	Н _т , МПа	Линейная стадия, $n \approx 1$		Параболическая стадия, $n \approx 1/2$		Стадия предразрушения, $n \leq 0,3$	
					ε_n , %	ε_k , %	ε_n , %	ε_k , %	ε_n , %	ε_k , %
1	76	180	15	251	1,3	2,3	3,6	6,1	6,9	13,8
2	77	175	12	272	1,1	2,4	3,4	5,5	5,9	11,1

Анализ кривой нагружения сплава после электролитического насыщения водородом в течение 100 ч показал наличие трех стадий деформационного упрочнения – линейной, параболической и стадии предразрушения. При этом сокращается их продолжительность, поскольку насыщение водородом привело к уменьшению пластичности (таблица).

Фрактографический анализ поверхностей изломов показал, что для образцов исследуемого сплава в исходном состоянии характерно формирование вытянутых ямок сдвига, тогда как поверхность разрушения образцов, подверженных электролитическому наводороживанию, представляет собой преимущественно систему равноосных ямок и ямок отрыва (рис. 2). Для исследуемых состояний 1 и 2 средний размер ямок отрыва \bar{x} составил $7,6 \pm 0,9$ мкм и $8,2 \pm 1,3$ мкм. Статистическая обработка данных методом двойного t-критерия показала, что полученные значения отличаются незначительно, однако анализ индивидуальных размеров ямок отрыва позволил установить, что при одинаковом минимальном размере сформированных пор $x \approx 1,5$ мкм максимальные размеры возрастают и составляют 15 и 19 мкм соответственно.



a



б

Рис. 2. Рельеф поверхности изломов Д1: *a* – в состоянии (1); *б* – в состоянии (2)

В [14–16] показано, что пластическая деформация твердых тел развивается локализовано на всем протяжении процесса течения. Особенно эффектно она проявляется на макроскопическом масштабном уровне, когда картины локализации связаны с законом деформационного упрочнения $\theta(\varepsilon)$, действующим на соответствующей стадии процесса. В этом случае картины локализации принимают форму автоволн разных типов, причем существует вза-

имно однозначное соответствие между типом картины локализации и законом деформационного упрочнения, действующим на этой стадии процесса течения.

При обработке цифровых спекл-изображений методикой, основанной на измерении скорости мерцания спеклов, наблюдаются периодически перемещающиеся одиночные фронты локализованной деформации, аналогичные полосам Чернова-Людерса. Пример таких фронтов локализации пластической деформации показан на рис. 3. Из рисунка хорошо видно, что используемый метод декорреляции цифровых спекл-изображений рабочей поверхности деформируемого сплава Д1 в самом начале участка пластического течения (состояние 1, $\varepsilon = 1,1\%$) рис. 3 а, а также после электролитического наводороживания исследуемых образцов при значительных пластических деформациях (состояние 2, $\varepsilon = 5,1\%$) рис. 3 б, позволяет одинаково четко визуализировать области локализации пластической деформации и определить местоположение очага на рабочей части.

Последовательность координат X , мм, соответствующих положению полос деформации на рабочей поверхности образца вдоль оси растяжения, с течением времени t , с аппроксимировали прямыми линиями. Из зависимостей $X(t)$ определяются скорость и расстояние между полосами локализованной деформации, которые служат информативным дополнением к обычным механическим характеристикам материала. Скорость распространения зон локализации пластической деформации составила для исходного состояния $\sim (0,2 \dots 1,8) \cdot 10^{-3}$ м/с и для наводороженного состояния составила $(0,3 \dots 2,0) \cdot 10^{-3}$ м/с.

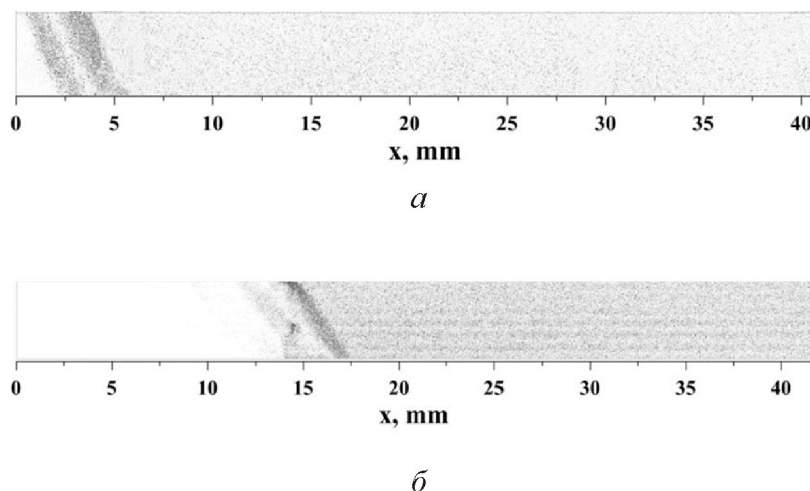


Рис. 3. Визуализация полос макролокализации деформации на поверхности образца Д1 в состоянии (1) при $\varepsilon = 1,1\%$ (а) и в состоянии (2) при $\varepsilon = 5,1\%$ (б)

Анализ картин локализации пластической деформации в образцах сплава Д1 показал преимущественное распространение одиночных фронтов деформации по всей длине образца. Зарождение новых полос локализованной пластической деформации происходит вблизи неподвижного захвата (рис. 4). Скорость полос локализации пластической деформации и расстояние между ними снижаются по мере роста общей деформации как в исходном состоянии (1), так и после предварительного насыщения водородом (2). На стадии предразрушения к моменту формирования шейки перемещение фронтов деформации ограничено узкой областью – местом будущего разрушения (рис. 4).

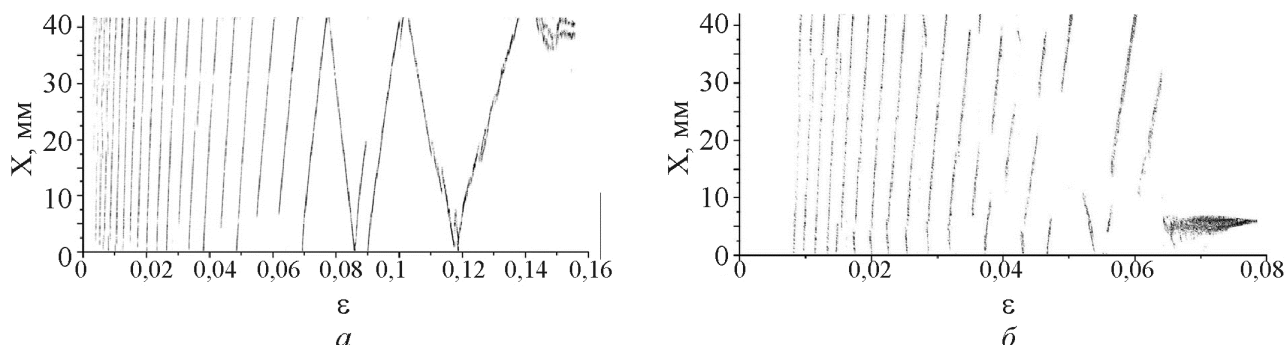


Рис. 4. – Кинетические диаграммы полос локализованной деформации в сплаве Д1 в исходном состоянии (а) и после электролитического насыщения (б)

4. Заключение

Водородное охрупчивание сплавов является серьезной практической проблемой [2–5], от успешного решения которой зависит безопасность работы конструкций. В настоящей работе показано влияние насыщения водородом алюминиевого сплава марки Д1 электролитическим методом на локализацию пластического течения. Насыщение водородом образцов в течение 100 ч в значительной степени влияет на пластичность сплава по сравнению с исходным состоянием. При этом остается неизменным число присутствующих стадий пластического течения, а именно: линейная, параболическая и стадия предразрушения, однако сокращается их продолжительность.

Водородное охрупчивание дуралюмина происходит по электрохимическому механизму путем периодического разрушения пассивной пленки за счет локальной пластической деформации у границ зерен и преимущественного локального растворения в этих местах [2–6]. Для объяснения водородных эффектов развито много микроскопических моделей, например [17], базирующихся на теории дислокаций. Однако такие подходы представляются недостаточными, поскольку не учитывают того обстоятельства, что пластическая деформация твердых тел развивается локализовано на всем протяжении процесса течения [10, 11, 18–20]. Особенно эффектно этот процесс проявляется на макромасштабном уровне, когда формирующиеся локализационные паттерны оказываются однозначно связанными с законами деформационного упрочнения $\theta(\varepsilon)$, действующими на соответствующей стадии процесса. В этом случае паттерны принимают форму автоволн разных типов [10, 11]. В настоящей работе показано, что водород усиливает локализацию пластической деформации и меняет количественные параметры локализации пластической деформации: скорость фронтов локализации пластической деформации и расстояние между ними.

Благодарность

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных исследований Государственной академии наук в 2015–2020 гг. и Программы «Научный фонд им. Д.И. Менделеева Томского государственного университета» в 2016 г и гранта РФФИ № 16-08-00385-а.

Литература

1. Семенова И. В., Флорианович Г. М., Хорошилов А. В. Коррозия и защита от коррозии. – М. : Физматлит, 2002. – 335 с.
2. Lunarska E., Chernyaeva O. Effect of precipitates on hydrogen transport and hydrogen embrittlement of aluminum alloys // Materials Science. – 2004. – Vol. 40, № 3. – P. 399–407. – DOI: 10.1007/s11003-005-0049-2.

3. Kannan M., Raja V. S Hydrogen embrittlement susceptibility of over aged 7010 Al-alloy // *Journal of Materials Science*. – 2006. – Vol. 41. – P. 5495–5499. – DOI: 10.1007/s10853-006-0287-1.
4. Kim S. J., Han M. S., Jang S. K. Electrochemical characteristics of Al-Mg alloy in seawater for leisure ship: Stress corrosion cracking and hydrogen embrittlement // *Korean Journal of Chemical Engineering*. – 2009. – Vol. 26, № 1. – P. 250–257. – DOI: 10.1007/s11814-009-0042-9.
5. Kumar S., Namboodhiri T. K. G. Precipitation hardening and hydrogen embrittlement of aluminum alloy AA7020 // *Bulletin of Materials Science*. – 2011. – Vol. 34, no. 2. – P. 311–321. – DOI: 10.1007/s12034-011-0066-8.
6. Electrochemical evaluation of the in-service degradation of an aircraft aluminum alloy / H. M. Nykyforchyn, O. P. Ostash, O. T. Tsyruł'nyk, I. M. Andreiko, Yu. V. Holovatyuk // *Materials Science*. – 2008. – Vol. 44, no. 2. – P. 254–259. – DOI: 10.1007/s11003-008-9067-1.
7. Plekhov O.A., Naimark O., Sainnier N. Experimental study of energy accumulation and dissipation in iron in an elastic-plastic transition // *Technical Physics*. – 2007. – Vol. 52, no. 9. – P. 1236–1238. – DOI: 10.1134/S106378420709023X.
8. Третьякова Т. В., Вильдеман В. Э. Исследование развития трещин при сложных режимах нагружения методом корреляции цифровых изображений // *Заводская лаборатория Диагностика материалов*. – 2012. – Т. 78, № 6. – С. 54–58.
9. Шибков А. А., Золотов А. Е., Желтов М. А. Механизмы зарождения полос макролокализованной деформации // *Известия РАН. Серия физическая*. – 2012. – Т. 76, № 1. – С. 85–95.
10. Danilov V. I., Bochkaryova A. V., Zuev L. B. Macrolocalization of deformation in material having unstable plastic flow behavior // *The Physics of Metals and Metallography* – 2009. – Vol. 107, iss. 6. – P. 616–623. – DOI: 10.1134/S0031918X0906012X.
11. Zuev L. B., Gorbatenko V. V., Pavlichev K. V. Elaboration of speckle photography techniques for plastic flow analyses // *Measurement Science and Technology*. – 2010. – Vol. 21, no. 5. – P. 1–5. – DOI: 10.1088/0957-0233/21/5/054014.
12. Lattice defects dominating hydrogen-related failure of metals / K. Takai, H. Shoda, H. Suzuki, M. Nagumo // *Acta Materialia*. – 2008. – Vol. 56, iss. 18. – P. 5158–5167. – DOI: 10.1016/j.actamat.2008.06.031.
13. Hydrogen Solubility and Diffusion in Austenitic Stainless Steels Studied with Thermal Desorption Spectroscopy / Y. Yagodzinskyy, O. Todoshchenko, S. Papula, H. Hänninen // *Steel Research International*. – 2011. – Vol. 82, iss. 1. – P. 20–25. – DOI: 10.1002/srin.201000227.
14. Tensile plastic strain localization in single crystals of austenite steel electrolytically saturated with hydrogen / S. A. Barannikova, M. V. Nadezhkin, V. A. Mel'nichuk, L. B. Zuev // *Technical Physics Letters*. – 2011. – Vol. 37, no. 9. – P. 793–796. – DOI: 10.1134/S1063785011090057.
15. Effect of hydrogen on the localization of plastic deformation under tensile of low-carbon steel / S. A. Barannikova, M. V. Nadezhkin, A. G. Lunev, V. V. Gorbatenko, G. V. Shlyakhova, L. B. Zuev // *Metallofizika i Noveyshie Tekhnologii*. – 2014. – Vol. 36, iss. 2. – P. 229–245.
16. Regularities in localization of plastic flow upon electrolytic hydrogenation of an iron bcc-alloy / S. A. Barannikova, M. V. Nadezhkin, A. G. Lunev, V. V. Gorbatenko, L. B. Zuev // *Technical Physics Letters*. – 2014. – Vol. 40, iss. 3. – P. 211–214. – DOI: 10.1134/S1063785014030043.
17. Birnbaum H. K., Sofronis P. Hydrogen-enhanced localized plasticity - a mechanism for hydrogen-related fracture // *Material Science and Engineering: A*. – 1994. – Vol. 176, iss. 1–2. – P. 191–202. – DOI: 10.1016/0921-5093(94)90975-X.
18. McDonald R. J., Efstathiou C., Curath P. The wave-like plastic deformation of single crystals copper // *Journal of Engineering Materials and Technology*. – 2009. – Vol. 131, no. 4. – P. 692–703. – DOI: 10.1115/1.3120410.
19. Asharia A., Beaudoin A., Miller R. New perspectives in plasticity theory: dislocation nucleation, waves and partial continuity of plastic strain rate // *Mathematics and Mechanics of Solids*. – 2008. – Vol. 13, no. 3–4. – P. 292–315. – DOI: 10.1177/1081286507086903.

20. Fressengeas C., Beaudoin A., Entemeyer D. Dislocation transport and intermittency in the plasticity of crystalline solids // *Physical Review B.* – 2009. – Vol. 79. – P. 014108-1–014108-9. – DOI: 0.1103/B.79.014108.