

A MONTHLY RESEARCH JOURNAL

METALLOPHYSICS AND ADVANCED TECHNOLOGIES

(Metallofizika i Noveishie Tekhnologii)

FOUNDED IN SEPTEMBER, 1979

Volume 47, No. 10; October 2025

CONTENTS

Editorial Announcements	Information for Foreign Subscribers	V
	Information for Contributors	VII
Electronic Structure and Properties	Structure, Magnetic Properties, and Thermal Stability of Mn/Pt/NiFe Stacks <i>M. Yu. BARABASH, R. V. PEDAN, O. DUBIKOVSKIY, A. V. BODNARUK, S. M. VOLOSHKO, I. O. KRUKHLOV, A. K. ORLOV, D. S. LEONOV, A. KAITATZIS, and I. A. VLADYMYRSKIY</i>	1017
Physical and Technical Basis of Experiment and Diagnostics	Pulsed Vacuum-Arc Plasma Source for Multicomponent Coatings <i>Iu. O. SYSOIEV, Yu. V. SHYROKYI, and K. V. FESENKO</i>	1027
Metallic Surfaces and Films	Research on the Properties of Multilayer Nitride CrN/NbN Coatings Using Acoustic Emission Parameters. Pt. 2. Multilayer CrN/NbN Coatings with Bilayer Thickness of 67 nm <i>I. V. SERDYUK, S. I. PETRUSHENKO, V. O. STOLBOVYY, and M. FIALKOWSKIY</i>	1043
	Research of Influence of Productivity on Structural Formation of Surface Layers of Steel Details during Nitriding by Means of the Electrospark Alloying (ESA) Method. I. Evaluation of the Impact of Productivity on the Quality Parameters of the Surface Layers of Steel Parts during Nitriding by the ESA Method <i>V. B. TARELNYK, O. P. HAPONOVA, N. V. TARELNYK, T. M. VOLINA, V. M. ZUBKO, M. Yu. DUMANCHUK, O. M. LAVRENKO, M. A. MIKULINA, A. O. DOTSENKO, O. Ye. BILYI, S. S. SHEVCHENKO, S. G. BONDAREV,</i>	

	<i>and O. V. SEMERNYA</i>	1061
Physics of Strength and Plasticity	Structure and Properties of an Aviation Microalloyed Alloy of the Al–Cu System Obtained by Injection Moulding <i>A. Yu. SEZONENKO, M. M. YAMSHINSKIY, Ie. G. BYBA, I. V. LUKIANENKO, Y. I. YEVYCH, D. S. LEONOV, R. V. LYTVYN, and M. Yu. BARABASH</i>	1083
	Evaluation of the Stress–Strain State of the Wire during the Developed Thermomechanical Processing <i>I. E. VOLOKITINA, E. A. PANIN, and T. D. FEDOROVA</i>	1101
	Microstructure, Phase Evolution, and Mechanical Properties of CoCrNi. Medium-Entropy Alloy Processed by Powder Metallurgy Techniques <i>M. G. SALAZAR-JUÁREZ, I. ESTRADA-GUEL, C. GAMALIEL GARAY-REYES, C. D. GÓMEZ-ESPARZA, R. MARTÍNEZ-SÁNCHEZ, J. A. CASTILLO-ROBLES, C. A. CALLES-ARRIAGA, and E. ROCHA-RANGEL</i>	1111
Phase Transformations	Influence of the Superheating Temperature of Metal Melts on Their Supercooling before Crystallization <i>A. S. NURADINOV, V. L. MAZUR, K. A. SIRENKO, O. V. CHISTYAKOV, and I. A. NURADINOV</i>	1125

Scientific Editors of Issue—*O. S. Gatsenko, V. A. Tatarenko*

Executive Managing Editor—*O. S. Gatsenko*

Editors—*L. I. Makarenko, M. V. Manilo, I. V. Zagorulko*

The artwork for direct reproduction is made by computer group of EPD of the G. V. Kurdyumov Institute for Metal Physics, N.A.S. of Ukraine

Editorial Office Address:

G. V. Kurdyumov Institute for Metal Physics, N.A.S. of Ukraine, EPD—‘MNT’,

36 Academician Vernadsky Boulevard, UA-03142 Kyiv, Ukraine

Telephone: +380 44 4249042. Fax: +380 44 4242561. E-mail: mfint@imp.kiev.ua

Media Identifier R30-03171

Approved for publication by the Academic Council of the G. V. Kurdyumov Institute for Metal Physics of the National Academy of Sciences of Ukraine

Published in English or Ukrainian languages according to resolution of Editorial Board of the journal

Printed by Publishing House ‘Akademperiodyka’, of the NAS of Ukraine

4 Tereshchenkivs’ka Str., UA-01024 Kyiv, Ukraine

Registration Certificate of Publishing Subject: ДК № 544 on 27.07.2001

Journal website: <http://mfint.imp.kiev.ua>

Journal DOI: <https://doi.org/10.15407/mfint>

Issue DOI: <https://doi.org/10.15407/mfint.47.10>

МЕТАЛОФІЗИКА
ТА
НОВІТНІ ТЕХНОЛОГІЇ

ЩОМІСЯЧНИЙ НАУКОВИЙ ЖУРНАЛ
ЗАСНОВАНИЙ У ВЕРЕСНІ 1979 р.

Том 47, № 10; жовтень, 2025

ЗМІСТ

Редакційні оголошення	Інформація для закордонних передплатників	V
	Інформація для авторів	VII
Електронні структура та властивості	Структура, магнетні властивості та термічна стабільність стеків Mn/Pt/NiFe <i>М. Ю. БАРАБАШ, Р. В. ПЕДАН, О. ДУБІКОВСЬКИЙ, А. В. БОДНАРУК, С. М. ВОЛОШКО, І. О. КРУТЛОВ, А. К. ОРЛОВ, Д. С. ЛЕОНОВ, А. КАЙДАЦІС, І. А. ВЛАДИМИРСЬКИЙ</i>	1017
Фізико-технічні основи експерименту та діагностики	Імпульсне вакуумно-дугове джерело плазми для багатокomпонентних покриттів <i>Ю. О. СИСОЄВ, Ю. В. ШИРОКИЙ, К. В. ФЕСЕНКО</i>	1027
Металічні поверхні та плівки	Дослідження властивостей багат шарових нітридних покриттів CrN/NbN з використанням параметрів акустичної емісії. Ч. 2. Багат шарові покриття CrN/NbN з двошаровою товщиною у 67 нм <i>І. В. СЕРДЮК, С. І. ПЕТРУШЕНКО, В. О. СТОЛБОВИЙ, М. ФІАЛКОВСЬКИЙ</i>	1043
	Дослідження впливу продуктивності на формування структури поверхневих шарів крицевих деталей під час азотування методом електроіскрового легування (ЕІЛ). І. Оцінка впливу продуктивності на параметри якості поверхневих шарів крицевих деталей під час азотування методом ЕІЛ <i>В. Б. ТАРЕЛЬНИК, О. П. ГАПОНОВА, Н. В. ТАРЕЛЬНИК, Т. М. ВОЛІНА, В. М. ЗУБКО, М. Ю. ДУМАНЧУК, О. М. ЛАВРЕНКО, М. А. МІКУЛІНА, А. О. ДОЦЕНКО, О. Є. БІЛИЙ, С. С. ШЕВЧЕНКО, С. Г. БОНДАРЄВ, О. В. СЕМЕРНЯ</i>	1061
Фізика міцності та пластичності	Структура та властивості авіаційного мікролегованого стопу системи Al–Cu, одержаного литтям під тиском	

Фазові перетворення	А. Ю. СЕЗОНЕНКО, М. М. ЯМШИНСЬКИЙ, Є. Г. БИБА, І. В. ЛУК'ЯНЕНКО, Ю. І. ЄВИЧ, Д. С. ЛЕОНОВ, Р. В. ЛИТВИН, М. Ю. БАРАБАШ	1083
	Оцінка напружено-деформованого стану дроту під час розробленого термомеханічного оброблення І. Є. ВОЛОКІТІНА, Є. А. ПАНІН, Т. Д. ФЕДОРОВА	1101
	Мікроструктура, фазова еволюція та механічні властивості CoCrNi. Стоп із середньою ентропією, оброблений методами порошкової металургії М. Г. САЛАЗАР-ХУАРЕС, І. ЕСТРАДА-ГУЕЛЬ, К. ГАМАЛІЕЛЬ ГАРАЙ-РЕЙЕС, К. Д. ГОМЕС- ЕСПАРСА, Р. MARTÍNEZ-SANCHES, Х. А. КАСТІЛЬО- РОБЛЕС, К. А. КАЛЛЕС-АРРІАґА, Е. РОША-РАНГЕЛ	1111
	Вплив температури перегріву металевих розтопів на переохолодження їх перед кристалізацією А. С. НУРАДІНОВ, В. Л. МАЗУР, К. А. СІРЕНКО, О. В. ЧИСТЯКОВ, І. А. НУРАДІНОВ	1125

Наукові редактори випуску: О. С. Гаценко, В. А. Татаренко

Відповідальний секретар редакційної колегії О. С. Гаценко

Редактор-коректор О. С. Гаценко

Технічні редактори: І. В. Загорулько, Л. І. Макаренко, М. В. Маніло

Художні редактори: І. В. Загорулько, Л. І. Макаренко, М. В. Маніло

Оригінал-макет для прямого репродукування виготовлено комп'ютерною групою РВВ Інституту
металофізики ім. Г. В. Курдюмова НАН України

Адреса редакції:

Інститут металофізики ім. Г. В. Курдюмова НАН України, РВВ—Редакція «МНТ»

бульв. Акад. Вернадського, 36; 03142 Київ, Україна

Тел.: +380 44 4249042; факс: +380 44 4242561

Ел. пошта: mfint@imp.kiev.ua

Ідентифікатор медіа R30-03171

Затверджено до друку вченою радою Інституту металофізики ім. Г. В. Курдюмова НАН України

Друкується за постановою редакційної колегії журналу англійською або українською мовами

Підписано до друку 30.10.2025 р. Формат 70×100/16.

Ум. друк. арк. 10,40. Обл.-вид. арк. 9,57.

Тираж 55 пр. Зам. № 0000 від 31.10.2025 р.

Віддруковано ВД «Академперіодика» НАН України

вул. Терещенківська, 4; 01024 Київ, Україна

Свідоцтво суб'єкта видавничої справи ДК № 544 від 27.07.2001 р.

Сайт журналу: <http://mfint.imp.kiev.ua>

DOI (журналу): <https://doi.org/10.15407/mfint>

DOI (випуску): <https://doi.org/10.15407/mfint.47.10>

INFORMATION (GUIDELINES) FOR CONTRIBUTORS

Submission of Manuscripts: Manuscripts should be sent by e-mail (mfint@imp.kiev.ua). Additionally, they can be sent by regular mail to Executive Managing Editor, Editorial Office, G. V. Kurdyumov Institute for Metal Physics, N.A.S. of Ukraine, 36 Academician Vernadsky Boulevard, UA-03142 Kyiv, Ukraine. Manuscripts may also be submitted to a member of the Editorial Advisory Board or to the appropriate Regional Editor who is familiar with the research presented.

Submission of a paper to '*Metallophysics and Advanced Technologies*' (transliteration: '*Metallfizika i Noveishie Tekhnologii*', i.e., '*MfNT*') will be taken to imply that it represents original work not previously published, that it is not being considered for publication elsewhere, and that, if accepted for publication, it will not be republished without the consent of the Editors and Publisher. It is a condition of acceptance by the Editor of a manuscript for publication that the Publishers acquire automatically the copyright in the manuscript throughout the world. Journal '*MfNT*' supports the generally accepted principles described in documents on publication ethics and unacceptable practices, which are presented on the [journal website](#).

Scope of the Journal: *Electronic Structure and Properties, Crystal-Lattice Defects, Phase Transformations, Physics of Strength and Plasticity, Metallic Surfaces and Films, Structure and Properties of Nanoscale and Mesoscopic Materials, Amorphous and Liquid States, Interactions of Radiation and Particles with Condensed Matter, Materials in Extremal Conditions, Reactor and Aerospace Metals Science, Medical Metals Science, New Metallic Materials and Synthetic Metals, Metal-Containing Smart Materials, Physical and Technical Basis of Experiment and Diagnostics, Articles under Discussion.*

Language: The language of publication may be English (preferably) or Ukrainian.

Abstract: Each paper requires an abstract of 200–250 words summarizing the significant coverage and findings (the use of mathematical symbols and expressions in abstract is not recommended).

Keywords and PACS numbers: 5–7 keywords and PACS numbers reflecting the content of the contribution should be supplied (see '*Physics and Astronomy Classification Scheme 2010*').

Manuscript Preparation: Papers should be formatted according to the [template](#), which can be downloaded from the Journal's website. The length of **research papers** should not in general exceed 5000 words and 10 figures; **review articles** should not exceed 10000 words and 30 figures, including tables and diagrams. Authors are urged to arrange the subject matter clearly under headings such as: 1. Introduction, 2. Experimental/Theoretical Details, 3. Results, 4. Discussion, 5. Conclusion, References. Subsections should be identified with section and subsection numbers (such as 6.1. Second-Value Subheading).

References and Notes: Notes are indicated in the text by consecutive superior Arabic numbers (without parentheses). References should be numbered consecutively (in square brackets) throughout the text. The full list should be collected and typed at the end of the paper in numerical order. Listed references should be completed in all details including DOI (if available) but excluding article titles in journals. **All authors'** initials should precede their names. Examples of references preparation:

1. S. O. Firstov and T. G. Rogul, *Metallfiz. Noveishie Tekhnol.*, **44**, No. 1: 127 (2022) (in Ukrainian). <https://doi.org/10.15407/mfint.44.01.0127>
2. V. B. Tarelnyk, O. P. Gaponova, and Ye. V. Konoplianchenko, *Prog. Phys. Met.*, **23**, No. 1: 27 (2022). <https://doi.org/10.15407/ufm.23.01.027>
3. A. Meisel, G. Leonhardt, and R. Szargan, *Röntgenspektren und Chemische Bindung* [X-Ray Spectra and Chemical Bond] (Leipzig: Akademische Verlagsgesellschaft Geest & Portig K.-G.: 1977) (in German).
4. J. M. Ziman, *Printsipy Teorii Tverdogo Tela* [Principles of the Theory of Solids] (Moscow: Mir: 1974) (Russian translation).
5. M. A. Stucke, D. M. Dimiduk, and D. M. Hazzledine, *High Temperature Ordered Intermetallic Alloys. V* (Eds. I. Baker and R. Darolia) (Pittsburgh, PA, USA: MRS: 1993), p. 471.
6. *Handbook of Mathematical Functions with Formulas, Graphs and Mathematical Tables* (Eds. M. Abramowitz and I. A. Stegun), Nat'l Bureau of Standards. Appl. Math. Ser. Vol. 55 (Washington, D.C.: U.S. Govt. Printing Office: 1964).
7. B. B. Karpovych and O. B. Borovkoff, *Proc. of Symp. 'Micromaterials Engineering' (Dec. 25–31, 1999)* (Kyiv: RVV IMF: 2000), vol. 2, p. 113 (in Russian).
8. A. E. Krug, *Abstr. Int. Conf. Phys. Phenomena (Dec. 25–31, 1991, Alushta)* (Kharkiv: 1991), p. 12.
9. T. M. Radchenko, *Vplyv Uporyadkuvannya Defektnoyi Struktury na Transportni Vlastyvosti Zmishanykh Krystaliv* [Influence of Ordering of the Defect Structure on Transport Properties of the Mixed Crystals] (Thesis of Disser. for the Degree of Dr. Phys.-Math. Sci.) (Kyiv: G. V. Kurdyumov Institute for Metal Physics, N.A.S.U.: 2015) (in Ukrainian). <https://doi.org/10.13140/RG.2.2.35430.22089>

ІНФОРМАЦІЯ ДЛЯ АВТОРІВ

10. E. M. Gololobov, V. B. Shipilo, N. I. Sedrenok, and A. I. Dudyak, *Sposob Polucheniya Karbonitridov Metallov* [Production Method of Metal Carbonitrides], Authors' Certificate 722341 SSSR (Publ. November 21, 1979) (in Russian).

11. V. G. Trubachev, K. V. Chuistov, V. N. Gorshkov, and A. E. Perekos, *Sposob Polucheniya Metallicheskih Poroshkov* [The Technology of Metallic Powder Production]: Patent 1639892 SU. MKI, B22 F9/02, 9/14 (Otkrytiya i Izobreteniya, **34**, No. 13: 11) (1991) (in Russian).

12. Yu. M. Koval' and V. V. Nemoshkalenko, *O Prirode Martensitnykh Prevrashcheniy* [On the Nature of Martensitic Transformations] (Kyiv: 1998) (Prepr./N.A.S. of Ukraine. Inst. for Metal Physics. No. 1, 1998) (in Russian).

Journal title abbreviations should conform to generally accepted styles:

<https://www.cas.org/support/documentation/references/corejournals>;

<https://cdn.journals.aps.org/files/rmpguapb.pdf>;

https://images.webofknowledge.com/WOK46P9/help/WOS/A_abrvjt.html;

<https://mathscinet.ams.org/msnhtml/serials.pdf>.

Equations and Formulae: Formulas in the text should be inserted by **MathType**, fully compatible with MS Office. Vectors should be typed in bold without arrows above. Note that complicated formulae, mathematical expressions or (de)notations are not recommended in the title, abstract, and keywords.

Tables: Number tables consecutively with Arabic numerals and give a clear descriptive caption at the top.

Figures: All figures should be numbered with consecutive Arabic numbers, have descriptive captions and be mentioned in the text. Keep figures separate at the end of the text and clearly label each figure with author's name and figure number. The labels at axis should contain the designation (or notation) of quantities and their units.

Preparation: Figures submitted must be of a high enough standard for reproduction with 300–600 dpi resolution (including half-tone illustrations). Redrawing or retouching of unusable figures will be charged to the authors.

Colour Plates: Whenever, the use of colour is an integral part of the research, or where the work is generated in colour, the Journal will publish (in paper version) the colour illustrations with charge to the author. Reprints in colour will carry a surcharge. Please write to the Publisher for details.

Submission of Electronic Text: Authors should submit the electronic version of their paper by e-mail to the Editorial Office. The text file should be saved in the native formats of the MS Word with a name consisting the name of the first author, for example, Hotovchenko.docx. The electronic form of figures (in TIF, EPS, JPG, PNG formats preferably and with name consisting the name of the first author also, for example, Hotovchenko_fig2a.jpg) should be planned so that they reduce to 12.7 cm column width (or less), and keep them separated from the text file. It is desirable to submit additionally all the **figures** within the format of the program, in which they were created.

Proofs: Contributors will receive page proofs for correction by e-mail as a PDF document. These must be returned to Kyiv office (mfint@imp.kiev.ua with subject beginning by word 'mfint') within 5 days of receipt.

Page Charges: There are no page charges to individuals or institutions.

Reprints: Authors can freely download a PDF version of their published article from journal website: <https://mfint.imp.kiev.ua>. The printed issues may be ordered by completing the appropriate form sent with proofs and prepaid by authors under the terms as for subscription.

Further Information: All questions arising during the **peer review** or after acceptance of manuscripts, especially those relating to reprints, should be directed to G. V. Kurdyumov Institute for Metal Physics, N.A.S. of Ukraine, Executive Managing Editor, Editorial Office, 36 Academician Vernadsky Blvd., UA-03142 Kyiv, Ukraine;

Fax: +380 44 4242561, e-mail: mfint@imp.kiev.ua (with subject beginning by word 'mfint').

We ask the authors to apply with their manuscript Copyright Transfer Agreement form.

Copyright Transfer Agreement

We, the undersigned authors of the manuscript '_____', transfer to the Founders, Publisher, and Editorial Board of the Journal 'Metallophysics and Advanced Technologies' (according to agreements between them) the right to publish this manuscript in original language or in translation to the other languages. We confirm that publication of this manuscript **will not** infringe a copyright of other persons or organizations and publication ethics.

Author(s): _____
(Last Name, First Name, Affiliation)

Correspondence Address: _____

Phone and e-mail: _____

(Signature)

(Date)

ІНФОРМАЦІЯ (ПРАВИЛА) ДЛЯ АВТОРІВ

Науковий журнал «Металофізика та новітні технології» (МфНТ) щомісяця публікує статті, які раніше ще не публікувалися та не перебувають на розгляді для опублікування в інших виданнях. Статті мають містити результати експериментальних і теоретичних досліджень в області фізики та технологій металів, сполук з металічними властивостями; рецензії на монографії; інформацію про конференції, семінари; відомості з історії металофізики; рекламу нових технологій, матеріалів, приладів. Журнал дотримується загальноприйнятих принципів, зазначених на його сайті в документах з публікаційної етики та щодо неприйнятних практик.

Тематика журналу: *Електронні структура та властивості, Дефекти кристалічної ґратки, Фазові перетворення, Фізика міцності та пластичності, Металічні поверхні та плівки, Будова та властивості наномасштабних і мезоскопічних матеріалів, Аморфний і рідкий стани, Взаємодії випромінювання та частинок із конденсованою речовиною, Матеріали в екстремальних умовах, Реакторне й авіакосмічне металознавство, Медичне металознавство, Нові металеві матеріали та синтетичні метали, Металовмісні смарт-матеріали, Фізико-технічні основи експерименту та діагностики, Дискусійні повідомлення.*

Статті публікуються однією з двох мов: англійською (відається перевага) або українською.

Статті, в оформленні яких не дотримано наступних правил для опублікування в МфНТ, повертаються авторам без розгляду по суті. (Датою надходження вважається день повторного надання статті після дотримання зазначених нижче правил.)

1. Стаття має бути підписаною всіма авторами (із зазначенням їхніх адрес електронної пошти); слід вказати прізвище, ім'я та по батькові автора, з яким редакція буде вести листування, його поштову адресу, номери телефону та факсу й адресу електронної пошти.

2. Виклад матеріалу має бути чітким, структурованим (розділами, наприклад, «1. Вступ», «2. Експериментальна/Теоретична методика», «3. Результати та їх обговорення», «4. Висновки», «Цитована література»), стислим, без довгих преамбул, відхилень і повторів, а також без дублювання в тексті даних таблиць, рисунків і підписів до них. Анотація та розділ «Висновки» мають не дублювати один одного. Числові дані слід наводити в загальноприйнятих одиницях.

3. Об'єм оригінальної (неоглядової) статті має бути не більше 5000 слів (з урахуванням основного тексту, таблиць, підписів до рисунків, списку використаних джерел) і 10 рисунків. **Об'єм оглядової статті** — до 10000 слів та 30 рисунків.

4. За потреби до редакції може надаватися друкований (A4, подвійний інтервал) примірник рукопису з ілюстраціями.

5. До редакції обов'язково надається (по e-mail) файл статті, набраний у текстовому редакторі Microsoft Word, з назвою, що складається з прізвища першого автора (латиницею), наприклад, Hotovchenko.docx.

6. Електронна версія рукопису та його друкований варіант (в разі його надання) мають бути ідентичними. Вони мають оформлюватися за **шаблоном**, який можна завантажити з сайту журналу, і містити 5–7 **індексів PACS** в редакції 'Physics and Astronomy Classification Scheme 2010'. Тексти статей мають також містити **назву статті, список авторів, повні назви та поштові адреси установ**, в яких вони працюють, **анотацію статті** (200–250 слів), **5–7 ключових слів** двома мовами (англійською та українською), а заголовки таблиць і підписи до рисунків мають подаватися **як мовою рукопису, так і англійською мовою**; англійська анотація може бути представленою в більш розгорнутому варіанті (до 500 слів). Назва статті, її анотація та ключові слова мають не містити складні формули, математичні вирази чи позначення.

7. Електронні версії рисунків мають бути представленими у вигляді окремих файлів (у форматах TIF, EPS, JPG, PNG з розрізненням у 300–600 dpi) з назвами, що складаються з прізвища першого автора (латиницею) та номера рисунка, наприклад, Hotovchenko_fig2a.jpg. Додатково рисунки надаються у форматі програми, в якій вони створювалися.

8. Написи на рисунках (особливо на півтонових) слід по можливості замінити літерними позначеннями (набраними на контрастному фоні), а криві позначити цифрами або різними типами ліній/маркерів, які мають бути роз'ясненими в підписах до рисунків або в тексті. На графіках усі лінії/маркери мають бути достатньої товщини/розміру для якісного відтворення їх у зменшеному в 2–3 рази вигляді (рекомендована початкова ширина рисунка — 12,7 см). Світлини мають бути чіткими та контрастними, а написи та позначення мають не закривати істотні деталі (для чого можна використовувати стрілки). Замість зазначення в підтекстовці збільшення під час зйомки бажано проставити масштаб (на контрастному фоні) на одній з ідентичних світлин. На графіках підписи до осей, **виконані мовою статті**, мають містити позначення (або найменування) величин, що відкладаються вздовж осей, і відділені комою їхні одиниці вимірювання.

9. Формули в текст треба вставляти за допомогою редактора формул **MathType**, сумісного з MS Office. **Вектори** слід набирати напівтовстим шрифтом без стрілок зверху.

10. Рисунки, таблиці, формули, а також підрядкові примітки (виноски) мають нумеруватися поспіль по всій статті.

11. Посилання на літературні джерела слід давати у вигляді порядкового номера, надрукованого в рядок у квадратних дужках. Список цитованої літератури складається по чергово за першою згадкою джерела. Приклади оформлення посилань наведено нижче (просимо звернути увагу на порядок розташування ініціалів і прізвищ авторів, бібліографічних відомостей і на розділові знаки, а також на необхідність зазначення **всіх** співавторів цитованої роботи та її ідентифікатора **DOI**, якщо він є):

1. S. O. Firstov and T. G. Rogul, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **44**, No. 1: 127 (2022) (in Ukrainian). <https://doi.org/10.15407/mfint.44.01.0127>
2. V. B. Tarelnyk, O. P. Gaponova, and Ye. V. Konoplianchenko, *Prog. Phys. Met.*, **23**, No. 1: 27 (2022). <https://doi.org/10.15407/ufm.23.01.027>
3. A. Meisel, G. Leonhardt, and R. Szargan, *Röntgenspektren und Chemische Bindung* [X-Ray Spectra and Chemical Bond] (Leipzig: Akademische Verlagsgesellschaft Geest & Portig K.-G.: 1977) (in German).
4. J. M. Ziman, *Printsipy Teorii Tverdogo Tela* [Principles of the Theory of Solids] (Moscow: Mir: 1974) (Russian translation).
5. M. A. Stucke, D. M. Dimiduk, and D. M. Hazzledine, *High Temperature Ordered Intermetallic Alloys*. V (Eds. I. Baker and R. Darolia) (Pittsburgh, PA, USA: MRS: 1993), p. 471.
6. *Handbook of Mathematical Functions with Formulas, Graphs and Mathematical Tables* (Eds. M. Abramowitz and I. A. Stegun), Nat'l Bureau of Standards. Appl. Math. Ser. Vol. 55 (Washington, D.C.: U.S. Govt. Printing Office: 1964).
7. B. B. Karpovych and O. B. Borovkoff, *Proc. of Symp. 'Micromaterials Engineering' (Dec. 25–31, 1999)* (Kyiv: RVV IMF: 2000), vol. 2, p. 113 (in Russian).
8. A. Eh. Krug, *Abstr. Int. Conf. Phys. Phenomena (Dec. 25–31, 1991, Alushta)* (Kharkiv: 1991), p. 12.
9. T. M. Radchenko, *Vplyv Uporyadkuvannya Defektnoyi Struktury na Transportni Vlastyvosti Zmishanykh Krystaliv* [Influence of Ordering of the Defect Structure on Transport Properties of the Mixed Crystals] (Thesis of Diss. for the Degree of Dr. Phys.-Math. Sci.) (Kyiv: G. V. Kurdyumov Institute for Metal Physics, N.A.S.U.: 2015) (in Ukrainian). <https://doi.org/10.13140/RG.2.2.35430.22089>
10. E. M. Gololobov, V. B. Shipilo, N. I. Sedrenok, and A. I. Dudyak, *Sposob Polucheniya Karbonitridov Metallov* [Production Method of Metal Carbonitrides], Authors' Certificate 722341 SSSR (Publ. November 21, 1979) (in Russian).
11. V. G. Trubachev, K. V. Chuistov, V. N. Gorshkov, and A. E. Perekos, *Sposob Polucheniya Metallicheskikh Poroshkov* [The Technology of Metallic Powder Production]: Patent 1639892 SU. MKI, B22 F9/02, 9/14 (Otkrytiya i Izobreteniya, **34**, No. 13: 11) (1991) (in Russian).
12. Yu. M. Koval' and V. V. Nemoshkalenko, *O Prirode Martensitnykh Prevrashcheniy* [On the Nature of Martensitic Transformations] (Kyiv: 1998) (Prepr./N.A.S. of Ukraine. Inst. for Metal Physics. No. 1, 1998) (in Russian).

Слід використовувати загальноприйняті скорочення назв журналів:

<https://www.cas.org/support/documentation/references/corejournals>;
<https://cdn.journals.aps.org/files/rmpguapb.pdf>;
https://images.webofknowledge.com/WOK46P9/help/WOS/A_abrvjt.html;
<https://mathscinet.ams.org/msnhtml/serials.pdf>.

Необхідною вимогою є також надання авторами додаткового списку цитованої літератури (**References**) в латинський транслітерації (система BGN/PCGN; рекомендовані транслітератори: <http://www.slovyk.ua/services/translit.php>; <http://ru.translit.net/?account=bgn>).

Після транслітерованих назв книг, дисертацій, патентів та ін. слід у квадратних дужках наводити їхній англomовний переклад (див. приклади вище). При транслітерації статей з МФНТ слід використовувати написання П.І.Б. авторів, наведені лише в англomовному змісті відповідного випуску, і офіційну транслітеровану назву журналу (див. також першу сторінку кожної статті та сайт).

12. Коректура авторам надсилається електронною поштою у вигляді pdf-файлу після завершення етапу **рецензування**. На перевірку коректури авторам відводяться 5 робочих днів. Після закінчення зазначеного терміну стаття автоматично направляється до друку. Виправлення слід відмітити та прокоментувати в самому pdf-файлі або оформити у вигляді переліку виправлень (підписаного уповноваженим представником колективу авторів) і переслати електронною поштою на адресу редакції.

Електронний варіант статті надсилається на e-mail: mfint@imp.kiev.ua (з темою, що починається словом 'mfint'). Друкована версія рукопису (якщо у ній є потреба) надсилається за адресою: Інститут металофізики ім. Г. В. Курдюмова НАН України, редакція МФНТ; бульвар Акад. Вернадського, 36; 03142 Київ, Україна або відповідному регіональному редактору (див. сайт).

Автори можуть вільно завантажити pdf-файли опублікованих статей з сайту журналу (<https://mfint.imp.kiev.ua>), а також замовити друковані примірники випуску журналу зі своєю статтею, надіславши до редакції журналу разом з **коректурою відповідну заявку та квитанцію про оплату** друку необхідної кількості примірників випуску на умовах, аналогічних передплатним.

Відповідно до угод між редакцією МФНТ, засновниками та видавцем журналу, редакція вважає, що автори, надсилаючи їй рукопис статті, передають засновникам, видавцю та редколегії право опублікувати цей рукопис мовою оригіналу та в перекладі іншими мовами, і просить авторів відразу прикладати до рукопису «Угоду про передачу авторського права».

Угода про передачу авторського права

Ми, що нижче підписалися, автори рукопису «_____», передаємо засновникам, видавцю та редколегії журналу «Металофізика та новітні технології» (згідно з угодами між ними) право опублікувати цей рукопис мовою оригіналу та в перекладі іншими мовами. Ми підтверджуємо, що ця публікація не порушує авторського права інших осіб або організацій і принципів наукової етики. При цьому за авторами зберігаються всі інші права як власників цього рукопису.

Підписи авторів: _____ (П.І.Б., дата, адреса, тел., e-mail)

PACS numbers: 68.35.Ct, 68.49.Sf, 68.60.Dv, 75.50.Vv, 75.60.Ej, 75.70.Ak, 82.80.Ms

Structure, Magnetic Properties, and Thermal Stability of Mn/Pt/NiFe Stacks

M. Yu. Barabash^{*,**}, R. V. Pedan^{*}, O. Dubikovskiy^{*,***},
A. V. Bodnaruk^{*,****}, S. M. Voloshko^{*}, I. O. Kruhlov^{*}, A. K. Orlov^{*},
D. S. Leonov^{*}, A. Kaidatzis^{*****,*****}, and I. A. Vladymyrskiy^{*}

^{*}*National Technical University of Ukraine*
‘Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute’,
37, Beresteiskyi Ave.,
UA-03056 Kyiv, Ukraine

^{**}*Technical Centre, N.A.S. of Ukraine*,
13, Pokrovs’ka Str.,
UA-04070 Kyiv, Ukraine

^{***}*V. E. Lashkaryov Institute of Semiconductor Physics, N.A.S. of Ukraine*,
41 Nauky Ave.,
UA-03028 Kyiv, Ukraine

^{****}*Institute of Physics, N.A.S. of Ukraine*,
46 Nauky Ave.,
03028 Kyiv, Ukraine

^{*****}*Department of Physics*,
University of Patras,
26504 Rio, Greece

^{*****}*Institute of Nanoscience and Nanotechnology*,
N.C.S.R. ‘Demokritos’,
Patr. Gregoriou E and 27 Neapoleos Str.,
15310 Athens, Greece

Corresponding author: Maksym Yuriyovych Barabash
E-mail: mbarabash@nasu.kiev.ua

Citation: M. Yu. Barabash, R. V. Pedan, O. Dubikovskiy, A. V. Bodnaruk, S. M. Voloshko, I. O. Kruhlov, A. K. Orlov, D. S. Leonov, A. Kaidatzis, and I. A. Vladymyrskiy, Structure, Magnetic Properties, and Thermal Stability of Mn/Pt/NiFe Stacks, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **47**, No. 10: 1017–1026 (2025). DOI: [10.15407/mfint.47.10.1017](https://doi.org/10.15407/mfint.47.10.1017)

© Publisher PH ‘Akademperiodyka’ of the NAS of Ukraine, 2025. This is an open access article under the CC BY-ND license (<https://creativecommons.org/licenses/by-nd/4.0>)

In this study, we apply an original approach to form the PtMn antiferromagnetic (AFM) phase by using the sequential deposition of Mn and Pt layers onto a heated Si/SiO₂ substrate. At the following, this AFM phase is covered by the NiFe ferromagnetic (FM) layer to achieve the AFM/FM exchange coupling prominent for spintronic applications. As shown, the thermal stability of such structure is rather limited: post-deposition annealing at a temperature close to the blocking one (400°C) results in the complete absence of the exchange-bias shift of the hysteresis loop. *Per contra*, the pronounced exchange-bias effect is observed in the stack sample with Pt/Mn layer grown on the substrate heated up to 500°C.

Key words: annealing, structure, PtMn, FeNi, magnetic properties, antiferromagnet, coercivity, layered stack.

У цьому дослідженні запропоновано оригінальний підхід до формування антиферромагнетної (АФМ) фази PtMn шляхом послідовного осадження шарів Mn і Pt на нагріту підкладку Si/SiO₂. На наступному етапі на дану АФМ-фазу осаджено ферромагнетний (ФМ) шар NiFe з метою досягнення АФМ/ФМ обмінного зв'язку, потрібного для застосування у пристроях спинтроники. Показано, що термічна стійкість такої структури є достатньо обмеженою: відпал за температури, близької до температури блокування (400°C), призвів до повної відсутності зсуву польової залежності намагнетованості, зумовленої обмінним зв'язком. З іншого боку, виразний ефект обмінного зміщення спостерігався у зразку з шарами Pt/Mn, осадженими на підкладку, нагріту до 500°C.

Ключові слова: відпал, структура, PtMn, FeNi, магнетні властивості, антиферромагнетик, коерцитивна сила, шарувата композиція.

(Received 2 July, 2025; in final version, 12 September, 2025)

1. INTRODUCTION

Layered stacks containing exchange-coupled ferromagnetic (FM) and antiferromagnetic (AFM) layers are of strong practical interest due to their widespread applications in modern technologies of nanoelectronics and spintronics [1]. In particular, spin-valve structures are indispensable components of magnetic sensors and information storage devices [2]. Such structures consist of two FM layers separated by a non-magnetic one. Magnetization of the first FM layer reacts on the external field or electric current, while the second one reveals fixed magnetization (in the fields of up to several kOe) due to its strong coupling with the AFM layer and realization of the exchange bias phenomenon [3]. This effect is manifested in the shift of the hysteresis loop of the FM layer along the field axis due to spin configurational relaxation. Magnitude of this shift—exchange-bias field—decreases with temperature and vanishes at some critical temperature called the blocking temperature. Therefore, one of the main criteria determining the pos-

sibility of practical application of the AFM/FM heterostructures with exchange bias effect is their high thermal stability.

Thus, AFM materials with both high Néel and blocking temperatures are particularly relevant. In this regard, the chemically-ordered $L1_0$ -MnPt phase is attractive due to its high Néel (600°C) and blocking (400°C) temperatures, pronounced AFM anisotropy ($1.4 \cdot 10^6$ J/m³), and excellent corrosion resistance [1].

However, MnPt thin films deposited onto room-temperature substrate reveal a disordered A1 structure, paramagnetic properties, and no coupling with FM layers. Thermal processing of the initially disordered films or sputtering onto heated substrates is necessary to form the ordered $L1_0$ -MnPt phase.

Several approaches are widely used to fabricate AFM MnPt thin films. For instance, ion beam deposition, allowing precise control over layer thickness and interface quality, followed by the post-deposition heat treatment stage, could be used for this purpose. In this regard, M. Rickart *et al.* obtained MnPt films *via* ion-beam deposition onto Si/SiO₂ substrates with a Ta buffer layer and showed that both exchange coupling with FM CoFe layer and blocking temperature reveal pronounced dependence on the post-annealing conditions [4].

Molecular beam epitaxy could be used for epitaxial growth of MnPt films, providing atomically precise chemical composition of thin-film material, excellent crystalline quality, and a possibility to tune the thickness and orientation of the film. For instance, Zhiqi Liu *et al.* formed high-quality epitaxially grown MnPt films on oxide substrates (SrTiO₃, BaTiO₃, or MgAl₂O₄) *via* molecular-beam epitaxy, revealing a superiorly large exchange coupling with a FM layer [5].

In addition, conventional magnetron sputter deposition followed by thermal annealing is often used to promote the $L1_0$ -MnPt phase formation. In this case, a single-layer MnPt alloy film is deposited, for instance, onto glass [6, 7] or Si(100)/SiO₂ [8] substrates, exhibiting disordered A1-MnPt phase, which then transforms into the ordered $L1_0$ -MnPt one upon annealing at relatively high temperatures. Such a processing route, despite its advantages, still requires optimization of deposition and heat treatment conditions in order to minimize the onset temperature of $L1_0$ ordering and to control both grain size and orientation.

Alternatively, recently, we have reported an original approach of $L1_0$ -MnPt films' formation, which consisted in room-temperature deposition of Mn/Pt-based layered stacks, their following annealing in vacuum at relatively low temperatures (< 400°C) and formation of the required AFM phase *via* diffusion-driven structural transitions based on grain-boundary homogenization mechanism [9]. In particular, we have provided a quantitative estimation of diffusion coefficients under different mechanisms in Mn/Pt-based stacks with various initial

configurations of the metal layers.

It is important to note that the formation of the $L1_0$ -MnPt phase governed by the grain boundary diffusion is a technologically relevant approach. It allows lowering of the processing temperature and preventing undesirable structural changes like recrystallization-induced coarsening and surface morphology degradation. Moreover, we have achieved formation of the required $L1_0$ phase without application of additional seed layers and magnetic field during films' annealing or cooling, simplifying the technological route.

Considering the high interest in the chemically ordered AFM $L1_0$ -MnPt phase, its coupling with various FM layers has been widely reported. For instance, Pal and Das have recently reported the exchange-bias field of 6 mT in the annealed MnPt/Gd-based stacks, which was inversely dependent on the FM-layer thickness [10]. H. W. Chang *et al.* have investigated exchange coupling between MnPt and Co layers depending on their stacking sequence [7]. In this study, as commonly accepted, the MnPt layer has been deposited at room temperature from the alloy target and the following annealing has been performed to promote $L1_0$ ordering. It was found that the exchange bias field increases with annealing temperature due to the enhancement of the MnPt phase ordering degree. Moreover, the exchange bias field is strongly affected by the stacking of MnPt and Co layers (top or bottom position), caused by different stress/strain states of the layers. The thermal stability of AFM MnPt and IrMn layers exchange-coupled with FM CoFe layer has been investigated by Hua Lv *et al.* [11]. The authors have found that the MnPt alloy layer deposited at room temperature and subjected to the following annealing reveals a higher blocking temperature compared to the IrMn alloy after the same deposition/treatment route.

In a very recent paper by S. Isogami *et al.*, coupled $L1_0$ chemically-ordered FM FePt and AFM MnPt layers have been grown at elevated temperatures on MgO(001) single crystal substrate, evidencing the prospect of such stack application for advanced heat-assisted spin-torque magnetic recording [12].

In the present study, we applied an original approach—sequential deposition of the individual Mn and Pt layers onto a heated Si/SiO₂ substrate—to achieve MnPt alloy formation, and subsequently, a FM NiFe layer room temperature deposition on the top to investigate the magnetic behaviour of the formed AFM/FM heterostructure. We have applied different substrate temperatures (500°C and 600°C) when growing the Mn/Pt layers in order to reveal their effect on the layers' homogenization. Moreover, we investigated the thermal stability of the formed exchange-coupled AFM/FM stack at a relatively high temperature (vacuum annealing at 400°C) close to blocking one by means of analysis of the structural and magnetic properties change.

2. EXPERIMENTAL DETAILS

Layered Mn(20 nm)/Pt(24.5 nm)/NiFe(30 nm) stacks were obtained by DC magnetron sputtering (base pressure: $1 \cdot 10^{-9}$ mbar, Ar sputter pressure: $3 \cdot 10^{-3}$ mbar). Mn and Pt layers were deposited separately from pure metallic targets, at elevated temperature (500°C or 600°C) onto Si(001)/SiO₂(100 nm) substrates. After the sample holder had cooled down to the room temperature, the NiFe alloy layer was deposited at the top of the film. After that, a heat treatment of the AFM/FM stacks was performed at 400°C for 30 min in a vacuum of 10^{-6} mbar.

Chemical depth profiling of the thin films was performed using the secondary ion mass spectrometry (SIMS) technique with a primary beam of negative Cs⁻ (2 keV) ions at Ion ToF IV device. Phase composition of the as-deposited and post-annealed films was analysed using x-ray diffraction (XRD) in θ -2 θ geometry at Rigaku Ultima IV diffractometer equipped with CuK α radiation source. Finally, magnetic properties (M - H -hysteresis loops) of the samples were investigated by vibrating sample magnetometry (VSM) at room temperature.

3. RESULTS AND DISCUSSION

Figure 1 shows the x-ray diffraction patterns of the Mn(20 nm)/Pt(24.5 nm)/NiFe(30 nm) stack after deposition at various substrate temperatures (Fig. 1, *a, b*) and post-annealing in a vacuum at 400°C for 30 min (Fig. 1, *c, d*). The pronounced diffraction peaks of PtMn(111) and PtMn(200), as well as FeNi(111), are clearly seen in the XRD patterns of the as-deposited films regardless of the deposition temperature (Fig. 1, *a, b*). These results confirm that elevated temperatures used for Pt and Mn layers deposition are enough for activation of diffusion interaction between these elements and formation of PtMn alloy. It should be noted that no noticeable effect of the substrate temperature on the angle position and intensity of the mentioned diffraction peaks was detected. PtMn alloy exhibits a disordered cubic crystal structure in the as-deposited state, which is evidenced by the absence of superlattice peaks. This indicates that despite a relatively high substrate temperature, just heating the substrate is not enough for chemical ordering of the PtMn alloy.

Figure 2 shows the SIMS chemical depth profiles of the investigated Mn(20 nm)/Pt(24.5 nm)/NiFe(30 nm) stacks after deposition at various substrate temperatures and post-annealing in a vacuum at 400°C for 30 min. These data are displayed as secondary ions emission intensity as a function of sputtering time, which is related to the film depth. As can be seen, there are relatively sharp interfaces between the top FeNi and bottom PtMn layers in the as-deposited samples (Fig. 2, *a, b*). At the same time, Mn and Pt are already intermixed in the as-deposited

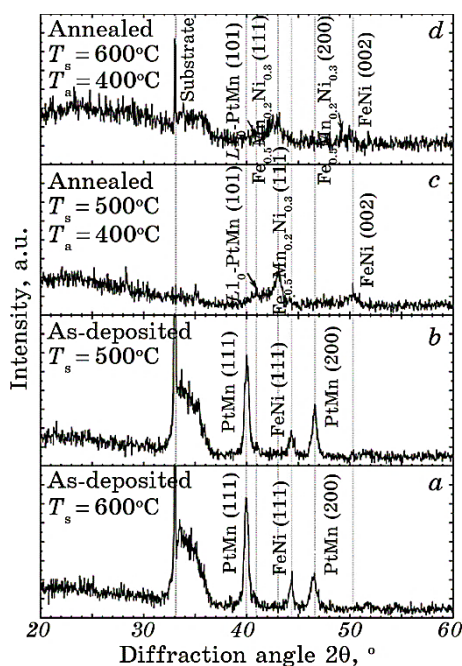


Fig. 1. XRD patterns of the sub/Mn(20 nm)/Pt(24.5 nm)/NiFe(30 nm) stack after deposition at various substrate temperatures and post-annealing in a vacuum at 400°C for 30 min.

samples that is well agreed with XRD data and is related to the formation of the relatively homogeneous PtMn-alloy layer.

In addition, it should be noted that the distribution of Ni and Fe through the top NiFe layer is fully homogeneous. An increase in the substrate temperature during deposition of Pt and Mn layers up to 600°C results in more uniform Pt distribution, while deposition at 500°C results in increased Pt concentration at the near-substrate region.

Annealing in vacuum at 400°C of the Mn(20 nm)/Pt(24.5 nm)/NiFe(30 nm) stack leads to formation of the ternary $\text{Fe}_{0.5}\text{Mn}_{0.2}\text{Ni}_{0.3}$ compound with a face-centred crystal structure and $L1_0$ ordering of the PtMn alloy, resulting in tetragonal distortion of its lattice (Fig. 1, c, d). Moreover, heat treatment leads to the whole homogenization of Pt, Fe, and Ni, as well as close-to-homogeneous spatial distribution of Mn through the film depth (Fig. 2, c, d). This indicates that the phase composition and distribution of the chemical elements of the formed stacks are not stable under temperatures close to the blocking one. Moreover, higher temperature of Pt/Mn layer deposition (600°C) leads to more uniform Mn distribution through the depth of the post-annealed stack.

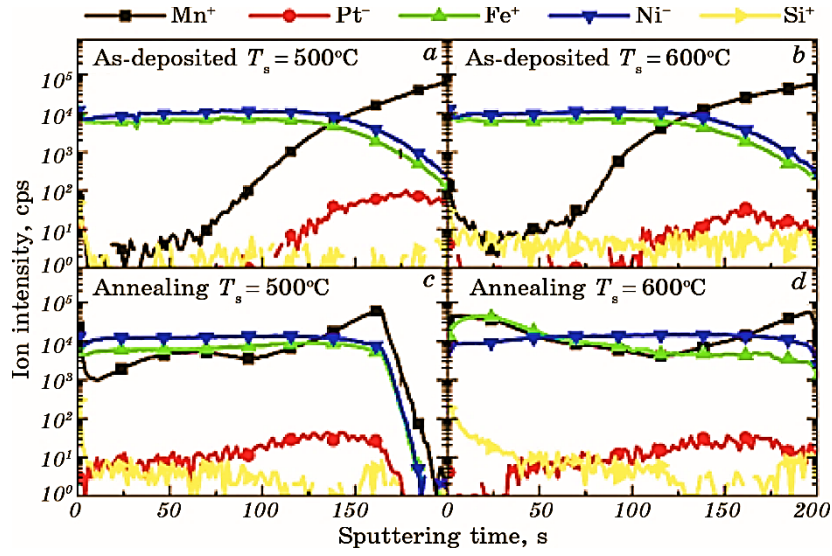


Fig. 2. SIMS chemical depth profiles of the sub/Mn(20 nm)/Pt(24.5 nm)/NiFe(30 nm) stack after deposition at various substrate temperatures and annealing at 400°C for 30 min.

Figure 3 shows the VSM M - H -hysteresis loops of the Mn(20 nm)/Pt(24.5 nm)/NiFe(30 nm) stacks deposited at various temperatures and subjected to the following annealing in vacuum. As can be seen in Fig. 3, *a*, the only case when the exchange-bias shift of the hysteresis loop is observed (in the magnetic field applied perpendicular to the film plane) is the sample deposited at 500°C. The value of this shift is 103 Oe in the direction of the positive field. Notably, this bias shift is not detected anymore after post-annealing of the sample. Furthermore, there is no exchange-bias shift for either the as-prepared stack deposited at higher substrate temperature, or the post-annealed stacks.

The in-plane magnetic anisotropy is typical for all investigated cases—magnetization is much higher in the case of the external field applied parallel to the film surface compared to a perpendicular one. This is quite common for thin films, exhibiting an easy magnetization axis that lies in the film plane. For the as-deposited samples, coercivity is higher for a perpendicularly applied field. At the same time, as has already been mentioned above, the post-annealing process leads to the vanishing of the exchange-bias shift. Moreover, post-annealed samples revealed lower magnetization and higher coercivity measured in the parallel field. As follows from the analysis of XRD and SIMS data, such annealing-induced changes in magnetic behaviour are attributed to drastic modification of the phase composition and elemental redis-

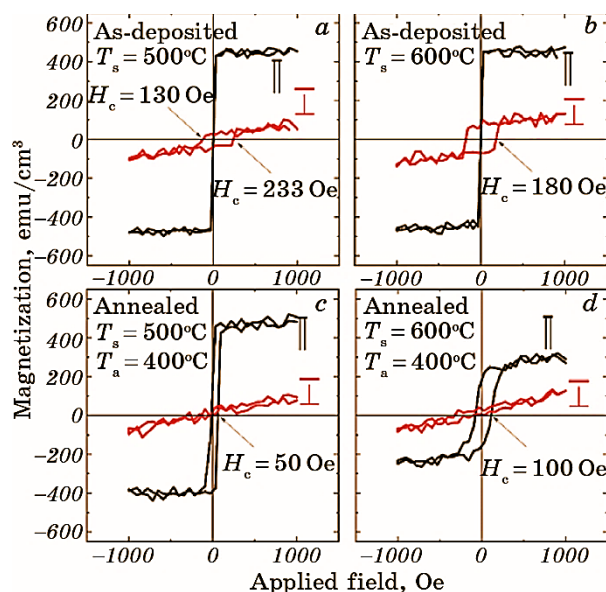


Fig. 3. VSM M - H -hysteresis loops of sub/Mn(20 nm)/Pt(24.5 nm)/NiFe(30 nm) stack after deposition at various substrate temperatures and post-annealing in a vacuum at 400°C for 30 min.

tribution as a result of heat treatment.

Magnetic characterization data indicate that the only sample demonstrating the exchange-bias shift among all thin films under study is the one deposited on the substrate heated to 500°C (Fig. 3, *a*). According to the SIMS depth profiling data (Fig. 2, *a*), this is the only sample where no diffusion of either Mn or Pt to the ferromagnetic NiFe layer is detected. Therefore, the integrity of the FM/AFM interface, when the diffusion intermixing between the AFM and FM materials is frozen, is crucial for the realization of the exchange bias phenomenon. When the substrate is heated to a higher temperature (600°C), the Mn-atoms' diffusion into the FeNi layer becomes more pronounced (Fig. 2, *b*), which eliminates the exchange bias (Fig. 3, *b*). Similarly, in both post-deposition annealed stacks, the FM/AFM interfaces are blurred (Fig. 2, *c*, *d*) due to the intensive diffusion of both Pt and Mn atoms towards the upper FeNi layer. Furthermore, higher substrate temperature as well as the post-annealing should negatively affect both the grain size and the interfacial roughness between metal layers, which can also contribute to the disappearance of the exchange bias shift.

Another point which is worth noting is that the exchange bias is observed in the sample, which, according to the XRD data (Fig. 1, *a*), is characterized by the disordered PtMn structure. As has already been mentioned, typically, the exchange bias is realized in the presence of

the chemically ordered $L1_0$ ferromagnetic phase. Therefore, it is most likely that the PtMn phase formed upon deposition of the initially layered stack at 500°C is characterized by a short-range ordering, which cannot be detected by XRD. Short-range ordering is not particularly new in thin films, for instance, it has already been observed in Pt/Co stacks upon annealing above 400°C [13].

It is also noticeable that the exchange bias disappears (Fig. 3, *c*) upon post-annealing of the sample deposited at 500°C, despite the corresponding XRD data showing the annealing-induced formation of the $L1_0$ -ordered phase. It is likely that the ordered phase formed during post-annealing is distributed in the film volume, not as a single layer but rather as island-type inclusions, which would not yield the exchange bias with the FM layer.

4. CONCLUSION

Thin films composed of exchange-coupled ferromagnetic (FM) and antiferromagnetic (AFM) layers are of high application interest due to their widespread use in magnetic sensors and magnetic storage devices. In this study, we intended to explore the thermal stability of the structural and magnetic characteristics of the AFM/FM structure, consisting of MnPt (AFM) and FeNi (FM) layers. For this purpose, we applied the following steps: (i) sequential deposition of the Mn and Pt layers onto a heated up to 500°C and 600°C Si/SiO₂ substrate, which was followed by (ii) the room-temperature deposition of the top NiFe layer, and then, (iii) vacuum post-annealing at 400°C for 30 min. As has been shown by means of the structural analysis and chemical depth profiling, regardless of the deposition temperature, the as-received stacks are characterized by the disordered MnPt structure covered by the homogeneous FeNi layer. However, the significant effect of substrate temperature has been found in the magnetic properties' behaviour: the only sample demonstrated pronounced exchange-bias effect in the perpendicular magnetic field was the one sputtered at 500°C, whereas the post-annealing resulted in the loss of this effect. Nevertheless, it is notably that the samples subjected to post-growth annealing revealed an increased coercivity in the parallel magnetic field, indicating the temperature-induced change of the magnetic behaviour.

The work was supported by the Ministry of Education and Science of Ukraine (projects 0123U101257 and 0124U001266).

REFERENCES

1. A. Hafarov, O. Prokopenko, S. Sidorenko, D. Makarov, and I. Vladymyrskyi, *Conf. Proc. 'Modern Magnetic and Spintronic Materials' NATO Science for*

- Peace and Security Series B: Physics and Biophysics* (Eds. A. Kaidatzis, S. Sidorenko, I. Vladymyrskyi, and D. Niarchos) (Dordrecht: Springer: 2020), p. 73.
2. J. M. Teixeira, J. Ventura, J. P. Araujo, J. B. Sousa, V. S. Amaral, B. Negulescu, M. Rickart, and P. P. Freitas, *J. Non-Crystalline Solids*, **354**, Iss. 47–51: 5275 (2008).
 3. R. Y. Umetsu, C. Mitsumata, A. Sakuma, and K. Fukamichi, *Tran. Magn. Society of Japan*, **3**, Iss. 3: 59 (2003).
 4. M. Rickart, P. P. Freitas, I. G. Trindade, N. P. Barradas, E. Alves, M. Salgueiro, N. Muga, J. Ventura, J. B. Sousa, G. Proudfoot, D. Pearson, and M. Davis, *J. Appl. Phys.*, **95**: 6317 (2004).
 5. Z. Liu, M. D. Biegalski, S.-L. Hsu, S. Shang, C. Marker, J. Liu, L. Li, L. Fan, T. L. Meyer, A. T. Wong, J. A. Nichols, D. Chen, L. You, Z. Chen, K. Wang, K. Wang, T. Z. Ward, Z. Gai, H. N. Lee, A. S. Sefat, V. Lauter, Z.-K. Liu, and H. M. Christen, *Adv. Mater.*, **28**, Iss. 1: 118 (2015).
 6. S. Honda, M. Nawate, and T. Norikane, *J. Magn. Magn. Mater.*, **220**, Iss. 1: 85 (2000).
 7. C. W. Chang, F. T. Yuan, P. Y. Yeh, Y. C. Chen, Y. L. Lai, P. H. Pan, C. R. Wang, L. Horng, and W. C. Chang, *AIP Advances*, **9**, Iss. 3: 035330 (2019).
 8. H. W. Chang, C. Y. Shen, F. T. Yuan, P. H. Pan, Y. H. Chien, C. R. Wang, L. Horng, and S. R. Jian, *Thin Solid Films*, **660**: 834 (2018).
 9. S. M. Voloshko, I. O. Kruhlov, R. Pedan, M. Garrido-Segovia, A. Orlov, O. Dubikovskiy, J. M. Garcia-Martin, A. Kaidatzis, and I. A. Vladymyrskyi, *Phys. Scripta*, **99**: 115973 (2024).
 10. K. Pal and I. Das, *Thin Solid Films*, **790**: 140211 (2024).
 11. H. Lv, D. C. Leitao, K. Pruegl, W. Raberg, P. P. Freitas, and S. Cardoso, *J. Magn. Magn. Mater.*, **477**: 68 (2019).
 12. S. Isogami, Y. Sasaki, Y. Fan, Y. Kubota, J. Gadbois, K. Hono, and Y. K. Takahashi, *Acta Mater.*, **286**: 120743 (2025).
 13. R. Pedan, P. Makushko, O. Dubikovskiy, A. Bodnaruk, A. Burmak, S. Sidorenko, S. Voloshko, V. Kalita, R. Hübner, and D. Makarov, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **55**, No. 40: 405004 (2022).

PACS numbers: 52.50.Dg, 52.77.-j, 68.35.Dv, 68.47.De, 81.15.Gh, 81.15.Rs, 89.20.Bb

Pulsed Vacuum-Arc Plasma Source for Multicomponent Coatings

Iu. O. Sysoiev, Yu. V. Shyrokyi, and K. V. Fesenko

*National Aerospace University 'Kharkiv Aviation Institute',
17, Vadym Man'ko Str.,
61070 Kharkiv, Ukraine*

The design and operating principle of a pulsed vacuum-arc plasma source for obtaining multicomponent coatings are presented. The proposed composite cathode assembly of this plasma source has a base made of a metal with high thermal conductivity, shaped like a cylinder with end surfaces, one of which is cooled. The cathode base has through holes arranged uniformly concentrically around the axis of the base, into which cylindrical inserts made of metals included in the coating composition are vacuum-sealed. The inserts are made in the form of sleeves with an insulator containing an igniting electrode tightly fitted inside each insert. In the case when the base material is part of the coating composition, instead of at least one hole for the insert, the cylindrical base has holes, into which insulators with igniting electrodes are vacuum-sealed. The principles of operation of the pulsed plasma source with the proposed composite cathode assembly for producing multicomponent coatings of a specified composition are described. Practical tests of the developed plasma source in the coating deposition mode (with an arc current amplitude of 420 A, arc pulse durations of 50 μ s for titanium, 45 μ s for molybdenum, and 665 μ s for aluminium) at varying pulse frequencies demonstrated that the obtained multicomponent coatings closely match the specified composition, and the pulsed plasma source is characterized by reliable performance.

Key words: vacuum-arc coatings, multicomponent coatings, vacuum-arc discharge, pulsed plasma source, composite cathode assembly.

Corresponding author: Kseniya Volodymyrivna Fesenko
E-mail: k.fesenko@khai.edu

Citation: Iu. O. Sysoiev, Yu. V. Shyrokyi, and K. V. Fesenko, Pulsed Vacuum-Arc Plasma Source for Multicomponent Coatings, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **47**, No. 10: 1027–1042 (2025). DOI: [10.15407/mfint.47.10.1027](https://doi.org/10.15407/mfint.47.10.1027)

© Publisher PH 'Akadempriodyka' of the NAS of Ukraine, 2025. This is an open access article under the CC BY-ND license (<https://creativecommons.org/licenses/by-nd/4.0>)

Наведено конструкцію й описано принцип дії імпульсного вакуумно-дугового джерела плазми для одержання багатокомпонентних покриттів. Запропонований складовий катодний вузол такого джерела плазми має основу, виконану з металу, що має високу теплопровідність, у вигляді циліндра з торцями, один з яких охолоджується. В основі катоди виконано наскрізні отвори, які розташовані рівномірно по концентричних колах відносно осі основи і в які вакуумно-щільно вмонтовано циліндричні вставки з металів, що входять до складу покриття. Вставки виконано у формі втулок; всередину кожної втулки щільно вмонтовано ізолятор з підпалювальною електродою. У випадку, коли матеріал основи входить до складу покриття, замість, як мінімум, одного отвору для втулки у циліндричній основі виконано отвори, в якій вакуумно-щільно вмонтовано ізолятори з підпалювальною електродою. Описано принципи дії імпульсного джерела плазми із запропонованим складовим катодним вузлом для одержання багатокомпонентних покриттів заданого складу. Практичні випробування розробленого джерела плазми у режимі нанесення покриттів (амплітудне значення струму дуги — 420 А, тривалість імпульсів дуги на титані — 50 мкс, на молібдені — 45 мкс, на алюмінії — 665 мкс) за різних частот проходження імпульсів показали, що одержані багатокомпонентні покриття мають склад, близький до заданого, а само імпульсне джерело плазми характеризується надійною роботою.

Ключові слова: вакуумно-дугові покриття, багатокомпонентні покриття, вакуумно-дуговий розряд, імпульсне джерело плазми, складовий катодний вузол.

(Received 4 November, 2024; in final version, 20 December, 2024)

1. INTRODUCTION

The requirements for extending the service life of machine parts and cutting tools in various industries impose special conditions on the formation of their surface layers. One of the leading methods of obtaining coatings with high functional characteristics is vacuum-arc technologies [1–3].

Recently, multicomponent coatings are increasingly used, when creating of coatings with enhanced functional characteristics. Composite cathodes (various systems of Ti–Si [4], Ti–V–Zr–Nb–Hf [5], *etc.*) and gas mixtures (reactive in various combinations with the addition of inert gases [6, 7]) are used for this purpose. The number of types of multicomponent coatings, including multilayer, gradient, nanostructured ones, available on the tool-making market, currently exceeds a hundred [8, 9].

To form multielement vacuum-arc coatings, it is necessary to create multicomponent plasma, from which their condensation occurs. There are two main methods for generating such plasma: creating multiple streams of metal plasma directed into the condensation zone with

evaporating two or more monoelement cathodes, and generating multielement plasma by evaporating composite cathodes containing several elements. The first method requires the use of multiple plasma sources with monoelement cathodes, which leads to a significant increase in the equipment costs for its implementation. Therefore, in practice, the second method of creating multielement plasma is typically used—with composite cathodes.

Materials for composite cathodes can be produced using methods of vacuum remelting [10, 11], powder technologies [12], self-propagating high-temperature synthesis (SHS) [13], *etc.* The use of cathodes made of such materials allows for obtaining multielement coatings, but their production is characterized by time-consuming and technologically complex tasks, as well as high equipment costs for their implementation.

Composite (mosaic) cathodes are much simpler to manufacture. They have a design when the base of the cathode made of one metal includes inserts made of other elements (metals). The design of one of the first such cathodes is described in [14]. Subsequently, composite cathodes with a number of inserts reaching several dozen were developed [15, 16].

Vacuum-arc plasma sources with composite cathodes allow for obtaining multicomponent coatings of the required composition. However, they have two significant drawbacks. Firstly, in composite cathodes, uneven wear of the cathode working surface occurs due to differences in the electron transport coefficients for different metals. For example, inserts made of aluminium or copper (which have a similar electron transport coefficient, around $120 \mu\text{g/K}$ [17]) will wear out almost four times faster than inserts made of titanium or chromium (with an electron transport coefficient of around $40 \mu\text{g/K}$ [17]) under the same conditions.

Secondly, the design of the known composite cathode assemblies is intended for their use in vacuum-arc plasma sources operating in stationary vacuum arc mode. Such a discharge is characterized by a significant number of macroparticles (droplets) of cathode material in the plasma flow, which enter the coating, reducing its quality (in the ion cleaning mode, there are about 30% cathode material droplets in the condensate, and in the deposition mode 20% [18]).

There are much fewer macroparticles (droplets) of cathode material in the plasma flow generated in the pulsed mode of a vacuum arc lifetime [19], which allows for obtaining higher-quality coatings. However, composite cathodes in their current form, as used in stationary vacuum-arc plasma sources, cannot be used in pulsed plasma sources. Therefore, the development of a pulsed vacuum-arc plasma source with the composite cathode assembly to obtain high-quality multicomponent coatings is a relevant task.

2. DESIGN OF A PULSED VACUUM-ARC PLASMA SOURCE

2.1. Design Features of the Pulsed Vacuum-Arc Plasma Source

The schematic design of the developed pulsed vacuum-arc plasma source is shown in Fig. 1. It consists of the pulsed vacuum-arc plasma source itself 1 and its power supply circuit 2.

The pulsed vacuum-arc plasma source 1 comprises an anode 3 and a cathode assembly 4. The anode and cathode assembly are enclosed by a solenoid (not shown in Fig. 1), which generates an axisymmetric uniform magnetic field within the plasma source.

The cathode assembly contains a base 5 made of a highly thermally conductive metal (aluminium was used) in the form of a cylinder (60 mm in diameter) with end surfaces, one of which is cooled (marked as 6 in Fig. 1). Cylindrical inserts 7, shaped like sleeves and made of metals used in the coating composition, are vacuum-sealed into through holes in the base 5.

The inserts 7 are of uniform size (outer diameter of 11 mm, inner

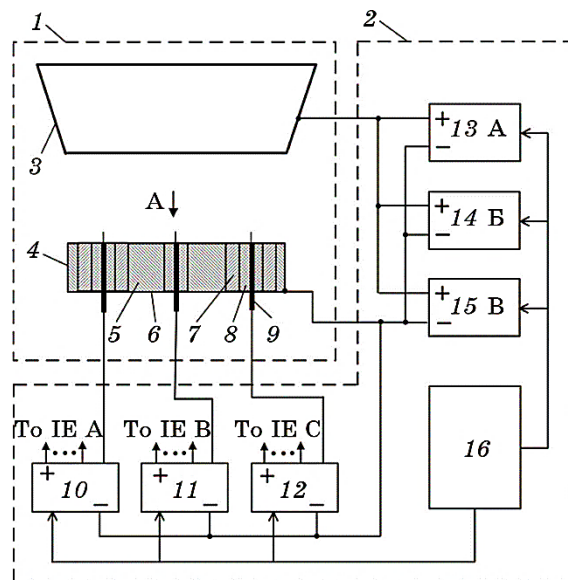


Fig. 1. Pulsed vacuum-arc plasma source with the composite cathode assembly: 1 is vacuum-arc plasma source schematic, 2 is power supply circuit, 3 is anode, 4 is cathode assembly, 5 is base of the cathode assembly, 6 is cooled end surface of the composite cathode, 7 is cylindrical inserts made of metals used in the coating composition, 8 is insulator, 9 is igniting electrode, 10, 11, 12 are igniting blocks, 13, 14, 15 are vacuum arc power supply blocks, 16 is control unit.

diameter of 5 mm) and have a length equal to the thickness of the base (10 mm). Inside each insert, an insulator 8 (diameter of 5 mm) with an igniting electrode 9 (diameter of 2 mm) is tightly fitted. The working surfaces of the inserts, insulator, and igniting electrode are flush with the working end surface of the base, opposite to the end surface 3, which improves the manufacturing conditions of the cathode assembly and enhances the reliability of vacuum-arc ignition.

The operation of the pulsed vacuum-arc plasma source 1 is supported by the power supply circuit 2. This circuit consists of igniting blocks 10, 11, 12 and pulsed vacuum arc power supply blocks 13, 14, 15, which are connected to the control unit 16 at the control input. The outputs of igniting block 10 are connected to the igniting electrodes 9 of the inserts made of the first metal (group of inserts A, made of titanium). The outputs of igniting block 11 are connected to the igniting electrodes 9 of the inserts made of the second metal (group of inserts B, made of molybdenum), and the outputs of ignition block 12 are connected to the igniting electrodes 9 of the inserts made of the third metal (group of inserts C, made of aluminium). In Figure 1, these are labelled 'To IE A', 'To IE B', and 'To IE C'. The outputs of the pulsed vacuum arc power supply blocks 13, 14, and 15 are connected to the anode and cathode of the pulsed vacuum-arc plasma source 1, where power supply block 13 supplies the arc on the group of inserts A, block 14 supplies the arc on the group of inserts B, and block 15 supplies the arc on the group of inserts C, ensuring the necessary arc pulse durations for each material. This circuit design provides the required frequency, duration, and sequence of pulsed arc discharges on each group of inserts to produce multicomponent coatings of the specified composition with an even distribution of components.

The cathode assembly 4 shown in Fig. 2 (view A from the anode 3 in Fig. 1) illustrates the case when the base material of the cathode 5 is part of the coating composition. It includes six inserts made of titanium (denoted by Ti, material of group A), with insulators 8 and igniting electrodes 9 embedded in them, uniformly arranged along the concentric circle 17 relative to the axis of the cathode base. Five inserts made of molybdenum (denoted by Mo, material of group B), with embedded insulators 8 and igniting electrodes 9, are evenly positioned along the concentric circles 17 and 18 around the cathode base axis. Two 'inserts' made of the base material (aluminium, denoted by Al, material of group C), with embedded insulators 8 and igniting electrodes 9, are positioned as follows: one in the centre of the cathode base and the other along the concentric circle 17 (a design where igniting units are embedded in the cathode base can be conditionally regarded as the putting of two aluminium 'inserts' in the base). The cathode base wearing zone is marked by a dashed circle 19 in Fig. 2, indicating the area where the aluminium 'inserts' wear down.

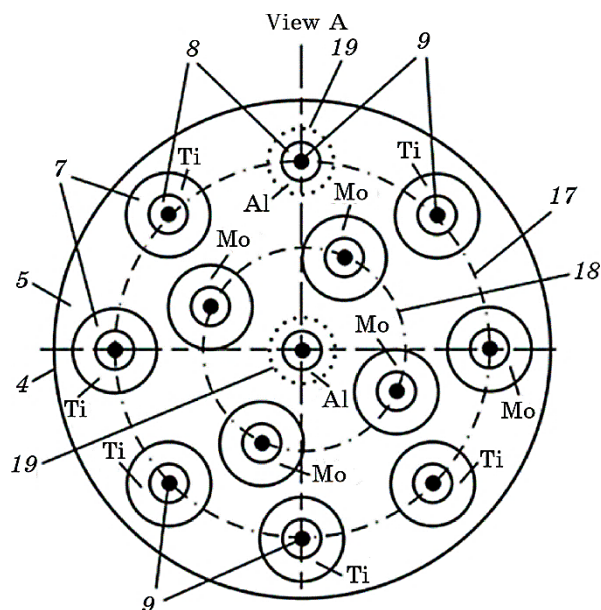


Fig. 2. Cathode assembly of the pulsed vacuum-arc plasma source: 17, 18 are circles concentric to the axis of the cathode base, 19 is wearing zone of the cathode base material, other positions as in Fig. 1.

The selection of the insert dimensions was made based on the following considerations. The length of the inserts was chosen to simplify the manufacturing technology of the composite cathode and to improve the cooling conditions of the inserts. The issue of optimal balance between the reserve of plasma-forming material in the insert and the stability of arc excitation and burning on its working surface was also taken into account. The outer and inner diameters of the inserts were determined as follows: the outer diameter was chosen based on the duration of the arc pulses and the uniform arrangement of inserts in the cathode base with a diameter of 60 mm, which was dictated by the design of the plasma source based on the standard plasma source of the 'Булат-6' installation; the inner diameter was determined by the minimum possible diameter of the insulator in the arc excitation system that ensures its reliable operation.

2.2. Ensuring the Airtightness of the Cathode Assembly

To ensure the airtightness between the working end and the cooled end surfaces of the cathode assembly, the assembly was manufactured as follows. First, a layer of bonding material was applied in the connection area on the metal inserts 7, insulators 8 (ceramic tubes of 22XC

material), and igniting electrodes 9. Sodium silicate $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ was used as the bonding material. After holding these components at room temperature for an hour, they were assembled and then placed in a shaft-type muffle furnace, where the temperature was gradually increased to 1200°C . After holding at this temperature for 30 minutes and then allowing the components to cool, the assemblies made up of elements 7, 8, and 9 were complete. In the next stage, the assembled units were press-fitted into the holes of the cathode base 5, ensuring airtightness [24]. This completed the manufacturing process of the composite cathode assembly.

3. PRINCIPLES OF OPERATION OF THE PULSED PLASMA SOURCE WITH THE COMPOSITE CATHODE

3.1. Ensuring Effective Cooling of the Cathode Assembly

In the proposed cathode assembly, one of the primary functional purposes of the cathode base is to cool the inserts, which is best achieved by using a metal with high thermal conductivity. For example, the thermal conductivity of aluminium is more than an order of magnitude higher than that of one of the most common cathode materials, titanium [20]. Thus, the proposed cathode assembly offers cooling conditions that are over an order of magnitude better. Furthermore, cooling the inserts in the proposed manner (not only from the cooled end surface but also along the lateral surface) is the most effective way to maintain the inserts temperature during operation at a low level, close to the temperature of the coolant. Additionally, the uniform arrangement of the inserts (equidistant from each other) in concentric circles relative to the base axis further contributes to their effective cooling. This cooling regime for the inserts during the cathode assembly operation ensures its low temperature, which in turn reduces the number of droplets in the plasma flow of the source [19, 21], leading to the production of high-quality coatings.

3.2. Ensuring Reliable Excitation of the Pulsed Vacuum Arc

To ensure the excitation of the vacuum arc, the inserts are designed as sleeves, inside which insulators with igniting electrodes are tightly fitted. When a start pulse is applied to the igniting electrode, initial plasma is generated, which leads to the formation of a cathode spot of the pulsed arc. This solution allows sequential ignition of the vacuum arc on each insert according to the timing algorithm needed to produce coatings of the desired composition. This approach increases the service life of the vacuum arc excitation system on the plasma source

cathode assembly by a factor of N , where N is the number of ignition units used, thereby enhancing the reliability of the plasma source with the proposed cathode assembly by the same factor. Moreover, this technical solution enables the plasma source to operate in the pulsed mode with pulse durations in the microsecond range. This reduces the number of macrodroplets in the plasma flow [19] compared to a stationary arc, thus, improving the quality of coatings applied to the substrate.

In our conditions, with the presence of the axisymmetric uniform magnetic field, there was no ‘attachment’ effect of the cathode spot to the metal–dielectric boundary during its excitation, similar to findings in Ref. [22]. This may also be attributed to the fact that current was supplied to the inserts through the aluminium cathode base.

3.3. Determining the Duration of Arc Pulses on Inserts Made of Different Metals

Excitation of the vacuum arc using the insulator with the ignition electrode on the working end surface of the insert leads to the evaporation of the insert metal and its penetration into the coating. Achieving conditions when the cathode spot of the arc remains only on the working end surface of the insert (thereby, preventing any unintended contribution of the composite cathode base material into the coating) is possible exclusively in the pulsed mode of the vacuum arc with pulse durations limited to the time required for the cathode spot to move from its ignition point (the boundary on the working surface of the insert between its inner surface and the insulator) to the boundary between its outer surface and the surface of the base. Since this distance is small (a few millimetres) and the cathode spot movement speed can reach several tens of meters per second or more, the vacuum arc pulse duration cannot exceed several tens of microseconds. It is also necessary to consider that the speed of the cathode spot movement depends on the material it exists on and the strength of the magnetic field, which is typically present in plasma sources to focus the plasma flow onto the substrate holder. Therefore, the arc-discharge duration on inserts made of different metals will vary to meet the condition of confinement only on the inserts working surface.

To determine the arc-pulse duration when the cathode spot remains confined to the insert working surface, studies were conducted for different insert materials using the setup shown in Fig. 3. Cathodes were fabricated with inserts (13 in total) made of only one of the composite cathode materials (in this case, titanium or molybdenum) that contributed to the coating composition. After installing this cathode in the pulsed plasma source and placing a sample on the substrate holder, the source operated for 15 minutes in a mode when the pulsed arc was ex-

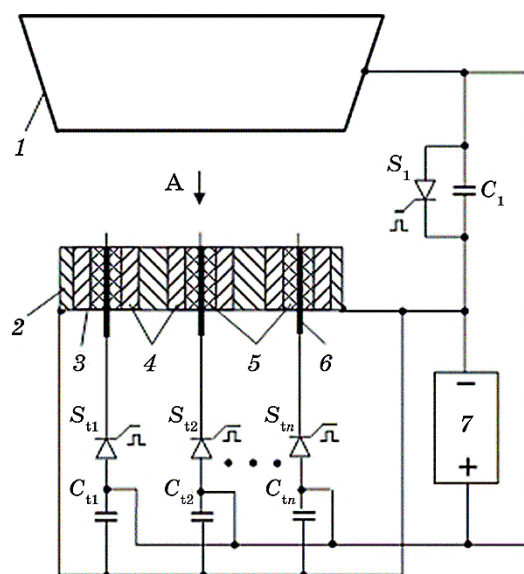


Fig. 3. Pulsed vacuum-arc plasma source for determining arc pulse duration: 1 is anode, 2–6 are components of the composite cathode assembly, 7 is power supply unit, C_1 is arc power capacitor, C_{t1} – C_{tn} are igniting capacitors, S_1 , S_{t1} – S_{tn} are switching elements.

cited only on one insert with arc-pulse duration of $30\ \mu\text{s}$ (the arc-pulse duration was controlled by the switching element S_1 , which activation interrupted the arc discharge). The initial arc pulse duration was selected to ensure that the arc cathode spot remained on the working surface of the insert of this material.

Next, the coating composition on the obtained sample was analysed using the energy-dispersive microanalysis system of the PEM-106 scanning electron microscope. If no base material (aluminium) was detected in the coating, the process was repeated—another sample was loaded into the vacuum chamber, and the coating was applied by the cathode assembly operating on the next insert with an increased pulsed arc discharge duration by $5\ \mu\text{s}$ (adjustments to the thyristor S_1 activation time were provided by its control system, not shown in Fig. 3).

This process continued until aluminium appeared in the coating on the sample. Then, the maximum arc pulse duration for the given insert material, when the cathode spot of the pulsed arc remained only on the working surface of the insert, was determined as the last pulse duration when aluminium was absent in the sample coating. The conducted studies showed that the base material did not appear in the coatings on the samples at maximum arc pulse durations of $50\ \mu\text{s}$ for titanium inserts and $45\ \mu\text{s}$ for molybdenum inserts.

In cases when the base material (aluminium) was included in the coating composition, certain factors should be considered. The speed of the cathode spot movement on aluminium is nearly an order of magnitude lower than on titanium and molybdenum [1], and the electron-transport coefficient is three times higher than that of these metals [17]. Thus, achieving an equal amount of material contribution to the coating over a given deposition time from both aluminium 'inserts' and inserts made of other metals can be managed by adjusting either the arc pulse duration or arc pulse frequency on these inserts, or by simultaneously regulating both parameters. It is essential to ensure that the base material wear occurs within zone 19 (Fig. 2), which reliably prevents the cathode spot from reaching the inserts made of other metals when the cathode assembly design in Fig. 2 is used.

The significant difference in the movement speed of the cathode spot on aluminium compared to other insert materials at equal vacuum arc pulse durations will result in substantial variation in the wearing (evaporation) zones on inserts made of these metals. For instance, with vacuum-arc pulse duration of 50 μs , the width of the wearing zone on the titanium insert will be about 2.5 mm, whereas on the aluminium 'insert', this zone width will not exceed 0.15 mm. Such a small erosion zone on the aluminium 'insert' will lead to its rapid wear and to the cathode spot sinking deeper into the 'insert'. This, in turn, will reduce the reliability of arc excitation on it and cause arc-pulse failures on the 'insert'. Such a process is undesirable, as it will uncontrollably decrease the aluminium content in the coating.

To prevent this phenomenon, it is necessary to increase the wearing zone on materials with a low cathode spot movement speed. This can be achieved by extending the duration of vacuum arc pulses on such materials. For example, by increasing the arc pulse duration on the aluminium 'insert' to 665 μs , the wearing zone close to 2 mm can be obtained, which is already acceptable.

The pulsed operation mode of the plasma source with arc-pulse durations in the tens of microseconds ensures the wear only the inserts materials with a minimal number of droplets entering the coating [19, 23]. Moreover, walls formed during insert wear act as barriers that prevent droplets from entering the generated plasma flow [15], thus, improving the coating quality.

3.4. Correlation between Insert Material Content in the Coating and Other Parameters

The quantity of material m_{hi} of inserts made of the same metal that enters the coating can generally be determined as follows:

$$m_{hi} = \mu k N_1 N_2 I_d t, \quad (1)$$

where μ is the electron-transport coefficient of the insert metal, k is the coefficient accounting for the fraction of evaporated metal that enters the coating (dependent on the design of the plasma source), N_1 is the number of inserts made of the same material, N_2 is the number of vacuum-arc discharges occurring on an insert, I_d is the average current of the vacuum-arc discharge during a pulse, and t is the duration of the vacuum arc pulse.

The area of the inserts S_{ki} , of which one type of metal evaporates, is determined as follows:

$$S_{ki} = 2\pi r_m h N_1, \quad (2)$$

where r_m is the average radius of the insert ring, h is the width of the ring of the insert working surface (the difference between the inner and outer radii).

After the cathode spot of the vacuum-arc discharge appears, it begins to move chaotically across the working surface of the insert. For a chaotic movement of the cathode spot, the maximum possible displacement x over a time interval t can be defined as follows [24]:

$$x^2 = 0.5\pi \frac{r_0^2}{\tau} t, \quad (3)$$

where r_0 is the size of the cathode spot cell, τ is the lifespan of an individual cathode spot cell.

Since the displacement x cannot exceed h , the following equation can be used to establish the relationship between the content of the insert material m_{ki} in the coating and other parameters of the composite cathode, as well as its operating mode:

$$m_{ki} = \frac{\mu k N_1 N_2 I_d \tau S_{ki}^2}{2\pi^3 r_m^2 r_0^2}. \quad (4)$$

The provided dependence (4) allows only for an approximate assessment of the correlation between the total working surface area of inserts made of the same metal and the amount of that metal in the coating. This is due to several factors: the spontaneous behaviour of the vacuum arc cathode spot (for example, the relationship between r_0^2 and τ (r_0^2 / τ) given in Ref. [25] is estimated at around 10^{-3} – 10^{-2} , indicating an error margin of at least an order of magnitude); the electron transport coefficients reported in the literature vary significantly; and the speed of the cathode spot movement is influenced by factors other than the cathode material, such as the presence and intensity of the magnetic field, the pressure and type of the gas in the plasma source volume, and other conditions.

It is also worth noting the following: to produce a titanium film with

a thickness of one micrometre under similar conditions, approximately $1.5 \cdot 10^5$ activations of the pulsed vacuum-arc plasma source are needed [26]. This indicates that, when operating in pulsed mode with pulse durations of several tens of microseconds, the existence of a vacuum arc on each material in the composite cathode enables the formation of multicomponent coatings with high precision in composition.

4. RESULTS AND DISCUSSION

The composite cathode was fabricated according to Fig. 2 for testing purposes. This composite cathode assembly was installed in a pulsed vacuum-arc plasma source, which was then set up in the vacuum chamber of the 'Булат-6' installation. To monitor the composition of the coating, three samples were placed in the vacuum chamber in each test series, onto which coatings were deposited.

The vacuum chamber was evacuated to the working pressure ($2 \cdot 10^{-3}$ Pa), and coatings of the specified composition were deposited onto the samples by sequentially initiating pulsed vacuum-arc discharges on the working surface of the inserts through electrical breakdown across the end surface of the insulator between the igniting electrode and the cathode.

These igniting discharges were initiated by applying voltage to the igniting electrodes from one of the igniting blocks (10, 11, or 12, Fig. 1), depending on which insert material (group A, B, or C) was to be deposited on the sample at a given moment of plasma source operation. The igniting blocks were managed by control unit 16, Fig. 1, which simultaneously with the igniting blocks activation signal turned on the vacuum arc power supply blocks (13, 14, or 15, Fig. 1) to provide the required duration of vacuum arc pulses depending on the material group of the insert. The resulting cathode arc spot then began moving randomly across the working end surface of the insert, generating a plasma flow, from which the coating was deposited.

Three modes for depositing multicomponent coatings of specified compositions were implemented. In mode 1, the target coating composition was of 33.4% titanium, 33.3% molybdenum, and 33.3% aluminium. In mode 2, the coating composition was set to 72.7% titanium, 9.1% molybdenum, and 18.2% aluminium. In mode 3, the specified coating composition was of 12.5% titanium, 62.5% molybdenum, and 25.0% aluminium.

A specific algorithm programmed in control unit 16 managed the appropriate mode for depositing coatings. In all modes, control unit 16 provided control pulses to igniting blocks 10, 11, 12 and corresponding power supply blocks 13, 14, 15, ensuring sequential activation of both groups of inserts and individual inserts within each material group. This approach facilitated an even distribution of materials in the coat-

ing composition.

The algorithm in control unit 16 provided the following timing parameters for each coating-depositing mode. Mode 1: on titanium inserts—arc-pulse frequency of 40 Hz with a duration of 50 μ s, on molybdenum inserts—arc-pulse frequency of 40 Hz with a duration of 45 μ s, on aluminium inserts—arc-pulse frequency of 1 Hz with a duration of 665 μ s. Mode 2: on titanium inserts—arc-pulse frequency of 160 Hz with a duration of 50 μ s, on molybdenum inserts—arc-pulse frequency of 20 Hz with a duration of 45 μ s, on aluminium inserts—arc-pulse frequency of 1 Hz with a duration of 665 μ s. Mode 3: on titanium inserts—arc-pulse frequency of 40 Hz with a duration of 50 μ s, on molybdenum inserts—arc-pulse frequency of 200 Hz with a duration of 45 μ s, on aluminium inserts—arc-pulse frequency of 2 Hz with a duration of 665 μ s.

In these modes, coatings were obtained on samples with deposition duration of 20 minutes. The plasma-source operation mode in all cases was as follows: amplitude value of the vacuum arc discharge current—420 A, with the corresponding delay time between vacuum arc pulses for each mode. The delay time included the time for restoring the dielectric strength of the cathode–anode gap after a vacuum-arc discharge; the time required for the plasma of the ignition discharge to form the necessary charged particle density in the cathode–anode gap to initiate the main vacuum-arc discharge (approximately 40 μ s), and the hold time between arc pulses to reduce thermal load on the cathode assembly [27].

Obtained coatings were analysed using a PEM-106 scanning electron microscope equipped with an energy-dispersive microanalysis system. The analysis results showed that the coating thickness on the samples was, on average: 2.4 μ m in mode 1, 4.1 μ m in mode 2, 6.7 μ m in mode 3. The resulting component composition of the coatings for the studied modes is presented in Table 1.

Analysis of the data presented in Table 1 shows that, with the specified frequency and duration of vacuum arc pulses for each group of inserts of the same material, and with consistent timing and sequential activation of each insert group—and within each group, each individual insert—the composition of the resulting multicomponent coating is entirely determined by the frequency of arc pulses in each insert group. So, when an even rate of material evaporation from each group of inserts is maintained per unit time, the coating composition has equal component content (Table 1, mode 1). When the duration of operation (the number of activations per unit time) in the insert groups for a particular material is increased or decreased, the content of those materials in the coatings changes accordingly (Table 1, modes 2 and 3, respectively). Deviations from the specified coating composition within 5% in various modes in Table 1 are attributed to measurement error

TABLE 1. The specified and obtained content of the insert materials in the coatings at arc pulse frequencies f .

No experiment	Ti content		Mo content		Al content	
	Specified, %	Obtained, %	Specified, %	Obtained, %	Specified, %	Obtained, %
Mode 1						
	$f = 40$ Hz		$f = 40$ Hz		$f = 1$ Hz	
1	33.4	31.9	33.3	34.2	33.3	31.9
2	33.4	34.1	33.3	32.4	33.3	34.4
3	33.4	32.6	33.3	32.8	33.3	32.2
Mode 2						
	$f = 160$ Hz		$f = 20$ Hz		$f = 1$ Hz	
1	72.7	71.4	9.1	10.3	18.2	17.3
2	72.7	73.9	9.1	8.9	18.2	19.1
3	72.7	72.0	9.1	9.9	18.2	18.5
Mode 3						
	$f = 40$ Hz		$f = 200$ Hz		$f = 2$ Hz	
1	12.5	12.1	62.5	61.6	25.0	24.2
2	12.5	12.8	62.5	62.3	25.0	26.1
3	12.5	11.7	62.5	63.7	25.0	25.6

in the component composition of the coating using the PEM-106 microscope and less than 100% reliability of vacuum arc initiating.

5. CONCLUSION

The design of a pulsed vacuum-arc plasma source with the composite cathode assembly was developed for obtaining multicomponent coatings. The use of a high-thermal-conductivity metal for the cathode base, with cylindrical inserts made of other metals (forming the coating composition) placed in the base holes uniformly along concentric circles relative to the base axis, enables effective cooling of cathode elements during plasma-source operation, allowing for high-quality multicomponent coatings. A manufacturing technique was developed to ensure the airtightness of the composite cathode.

The use of a separate arc igniting system on each insert, consisting of an insulator and an igniting electrode for excitation of the pulsed vacuum-arc discharge, significantly increases the service life of the pulsed plasma source (by a factor of N , where N is the number of inserts).

The experimental method was proposed to determine durations of vacuum arc pulses on inserts made of different materials to ensure ma-

terial deposition from only these inserts. The relationship between the content of a particular metal in the coating and parameters such as metal electron transport coefficients, the number of inserts, average arc current, arc pulse frequency for inserts of the same metal, and their operation time was demonstrated. The possibility of using the cathode base material as a component in the coating was also proven.

Practical tests of the pulsed plasma source with the composite cathode showed that the obtained coatings were of high quality. The plasma source itself demonstrated high service life with reliable excitation of the pulsed vacuum arc (vacuum-arc ignition probability close to 97%), and the composition of the obtained coatings was determined by the operation time of inserts made of different metals.

REFERENCES

1. A. A. Andreev, L. P. Sablev, and S. N. Hryhorev, *Vakuumno-Dugovoye Pokrytie* [Vacuum-Arc Coatings] (Kharkiv: NSC 'Kharkiv Institute of Physics and Technology': 2010) (in Russian).
2. Y. Y. Aksenov, A. A. Andreev, V. A. Belous, V. E. Strelnytskyi, and V. M. Khoroshykh, *Vakuumnaya Duga: Istochnyky Plazmy, Osazhdenie Pokrytiy, Poverkhnostnoye Modifitsirovanie* [Vacuum Arc: Plasma Sources, Coating Deposition, Surface Modification] (Kyiv: Naukova Dumka: 2012) (in Russian).
3. Iu. O. Sysoiev, *Tekhnolohiya Mashynobuduvannya. Zabezpechennya Ehfektyvnosti Protseiv Otrymannya Vakuumno-Duhovykh Pokryttiv* [Engineering Technology: Ensuring the Efficiency of Vacuum-Arc Coating Processes] (Kharkiv: National Aerospace University 'Kharkiv Aviation Institute': 2021) (in Ukrainian).
4. Y. Y. Aksionov, V. A. Belous, S. K. Holtvyanytsa, V. S. Holtvyanytsa, Yu. A. Zadneprovskyy, A. S. Kupryn, N. S. Lomynoy, and O. V. Sobol', *PAST*, No. 5: 119 (2010) (in Russian).
5. O. V. Sobol', A. O. Andreyev, I. V. Serdyuk, V. F. Horban', N. V. Pinchuk, A. O. Meylekhov, Ye. O. Duma, and D. M. Babets, *Visnyk Natsional'noho Tekhnichnoho Universytetu 'KhPI'. Seriya: Mekhaniko-Tekhnolohichni Systemy ta Komplekсы*, No. 60: 9 (2014) (in Ukrainian).
6. V. A. Belous, Yu. A. Zadneprovskyy, N. S. Lomyno, and O. V. Sobol', *J. Techn. Phys.*, **83**, No. 7: 69 (2013) (in Russian).
7. A. A. Andreev, H. N. Kartmazov, T. B. Kostrytsa, and A. A. Romanov, *Phys. Surf. Eng.*, **1**, Nos. 3–4: 300 (2003) (in Russian).
8. T. Cselle, *Werkzeug Technik*, No. 118: 2 (2011).
9. *PLATIT AG Catalog*; <https://www.platit.com/en>
10. N. D. Stepanov, N. Yu. Yurchenko, M. A. Tikhonovsky, and G. A. Salishchev, *J. Alloy. Compd.*, **687**: 59 (2016).
11. Y. A. Yvanov, A. H. Slutskyy, V. A. Sheynert, V. A. Khlebtsevych, and E. V. Kovalevych, *Sposob Yzhotovlenyya Kompozytsyonnykh Katodov na Os-nove Sylytsydov Tytana dlya Yonno-Plazmennoho Synteza Mnohokomponentnykh Nanostrukturnykh Pokrytyy* [Method for Production of Composite Cathodes Based on Titanium Silicides for Ionic-Plasma Synthesis of Multicomponent

- Nanostructure Coatings]: Patent No. 036799 B1 (2020) (in Belarusian).
12. V. M. Pleskach, *New Materials and Technologies in Metallurgy and Mechanical Engineering*, No. 2: 118 (2017) (in Ukrainian).
13. V. D. Rud, L. M. Samchuk, and I. V. Savyuk, *Proc. Sixth Int. Sci. Practical Conf. 'Energy Systems in Transport and Technologies and Equipment for Their Maintenance'* (Kherson: 2015), p. 71 (in Ukrainian).
14. N. A. Azarenkov, O. V. Sobol', A. D. Pogrebnyak, and V. M. Beresnev, *Inzheneriya Vakuumno-Plazmennyykh Pokrytiy* [Engineering of Vacuum-Plasma Coatings] (Kharkiv: V. N. Karazin Kharkiv National University: 2011) (in Russian).
15. E. V. Dabyzha, A. A. Leshchuk, Y. V. Bondar', and N. N. Borysova, *Modern Electrometallurgy*, No. 1 (110): 21 (2013) (in Russian).
16. S. D. Latushkyna, V. A. Shkrobot, Y. N. Zhohlyk, A. A. Predko, A. H. Artyomchyk, and O. Y. Posilkyna, *Modern Methods and Technologies for Creating and Processing Materials* (Minsk: PhTI NAS of Belarus: 2020), vol. 2, p. 266 (in Russian).
17. V. M. Khoroshykh, *PSE*, 2, No. 4: 184 (2004) (in Russian).
18. V. M. Khoroshykh, *PSE*, 2, No. 4: 200 (2004) (in Russian).
19. D. S. Akseyonov, Y. Y. Akseyonov, and V. E. Strel'nytskyy, *PAST*, No. 6: 106 (2007) (in Russian).
20. I. Mills, T. Cvita, K. Homman, N. Kallay, and K. Kuchitsu, *Quantities, Units and Symbols in Physical Chemistry* (Blackwell Publishing: 1993).
21. A. W. Nürnberg, D. Y. Fang, U. H. Bauder, R. Behrisch, and F. Brossa, *J. Nuclear Mater.*, **103**: 305 (1981).
22. V. Y. Asyunyn, S. H. Davydov, A. N. Dolhov, T. Y. Kozlovskaya, A. A. Pshenychnyy, and R. Kh. Yakubov, *PAST*, **38**, No. 3: 49 (2015) (in Russian).
23. Yu. O. Sysoiev, Yu. V. Shyrokyi, and K. V. Fesenko, *PAST*, No. 1 (149): 110 (2024).
24. E. Hantzsche, *Beitr. Plasmaphysik*, **17**, Iss. 1: 65 (1977).
25. B. Juttner, *Beitr. Plasmaphysik*, **19**, Iss. 1: 25 (1979).
26. H.-J. Scheibe, P. Siemroth, W. Pompe, and B. Schoeneich, *Surf. Coat. Technol.*, **47**, Iss. 1–3: 455 (1991).
27. Iu. Sysoiev, Yu. Shyrokyi, and K. Fesenko, *PAST*, No. 5 (147): 152 (2023).

PACS numbers: 43.35.Zc, 43.40.Le, 68.35.Iv, 68.60.Bs, 68.65.Ac, 81.15.-z, 81.70.Cv

Research on the Properties of Multilayer Nitride CrN/NbN Coatings Using Acoustic Emission Parameters. Pt. 2. Multilayer CrN/NbN Coatings with Bilayer Thickness of 67 nm

I. V. Serdyuk*, S. I. Petrushenko^{**,***}, V. O. Stolbovyi^{*,****},
and M. Fialkowsky^{***}

^{*}*National Science Centre
'Kharkov Institute of Physics and Technology', N.A.S. of Ukraine,
1 Akademichna Str.,
UA-61108 Kharkiv, Ukraine*

^{**}*V. N. Karazin Kharkiv National University,
4 Svobody Sqr.,
UA-61022 Kharkiv, Ukraine*

^{***}*Technical University of Liberec,
Studentska 1402/2,
46117 Liberec 1, Czech Republic*

^{****}*Kharkiv National Automobile and Highway University,
25 Yaroslava Mudrogo Str.,
UA-61002 Kharkiv, Ukraine*

The investigation of the properties of the vacuum-arc multilayer nitride CrN/NbN coatings with 270 layers and bilayer thickness of 67 nm is performed using a method of acoustic emission. The investigation is conducted using scratch testing and microscopic visual observation of scratches. Methods for statistical data analysis of acoustic emission are applied for comparing the properties of multilayer CrN/NbN coatings obtained at different technological parameters of deposition (the constant negative voltage on the

Corresponding author: Iryna Vitaliyivna Serdyuk
E-mail: iraserduk@kipt.kharkov.ua

Citation: I. V. Serdyuk, S. I. Petrushenko, V. O. Stolbovyi, and M. Fialkowsky, Research on the Properties of Multilayer Nitride CrN/NbN Coatings Using Acoustic Emission Parameters. Pt. 2. Multilayer CrN/NbN Coatings with Bilayer Thickness of 67 nm, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **47**, No. 10: 1043–1059 (2025). DOI: [10.15407/mfint.47.10.1043](https://doi.org/10.15407/mfint.47.10.1043)

© Publisher PH “Akademperiodyka” of the NAS of Ukraine, 2025. This is an open access article under the CC BY-ND license (<https://creativecommons.org/licenses/by-nd/4.0>)

substrate of 70–200 V and the nitrogen pressure in vacuum chamber of 0.08–0.27 Pa). Several parameters of acoustic emission (the maximum pulse amplitude, the average value, the median value, the mode value, the number of pulses, and the amplitude sum of all acoustic-emission pulses) are calculated for each coating. The studied parameters are calculated on four scratches for each multilayer coating. The influence of deposition technological parameters on the structure deformation processes of multilayer CrN/NbN coatings with 270 layers and bilayer thickness of 67 nm occurred during scratch testing is determined.

Key words: multilayer coatings, cathodic arc evaporation, acoustic emission, deformation, methods for statistical data analysis, coating embrittlement.

Дослідження властивостей вакуумно-дугових багат шарових нітридних CrN/NbN-покриттів, що складаються з 270 шарів із товщиною бішару у 67 нм, було проведено із використанням параметрів акустичної емісії. Дослідження проводилися під час скретч-тестування за рахунок оцінювання параметрів акустичної емісії та візуального обстеження подряпин за допомогою мікроскопії. Для порівняння властивостей багат шарових CrN/NbN-покриттів, одержаних за різних технологічних параметрів осадження (за постійної негативної напруги на підкладинці у –70––200 В, тиску азоту у вакуумній камері у 0,08–0,27 Па), було застосовано методи статистичної аналізи випадкової величини акустичної емісії. Для кожного багат шарового покриття було визначено максимальну амплітуду імпульсу, середнє значення, медіану, моду, кількість імпульсів і суму амплітуд усіх імпульсів. Досліджувані параметри оцінювалися по чотирьох подряпинах для кожного багат шарового покриття. Встановлено вплив технологічних параметрів осадження на деформаційні процеси, що відбуваються в структурі багат шарових CrN/NbN-покриттів, що складається з 270 шарів із товщиною бішару у 67 нм, під час скретч-тестування.

Ключові слова: багат шарові покриття, вакуумно-дугове осадження, акустична емісія, деформація, методи статистичної аналізи даних, крихкість покриття.

(Received 27 May, 2025; in final version, 10 October, 2025)

1. INTRODUCTION

The measurement of acoustic emission (AE) parameters refers to non-destructive research methods of the solid state. It is based on the registration, processing and analysis of the parameters of mechanical stress waves that occur as a result of the formation, local changes and destruction of the material structure [1–10]. The source of these waves is the local areas of the studied objects. This method is often used to research the properties of vacuum arc coatings with different architectures. The change in AE parameters of studied coatings indicates the beginning and dynamics of rapid degradation and relaxation processes in the material structure.

Acoustic emission is a phenomenon of induced spontaneous emission of acoustic waves, which is accompanied by the formation, failure, and relaxation of mechanical stresses in local volumes under the action of external fields [5]. Typical AE mechanisms are the microcracks formation [4, 7], plastic deformation [4, 11–15], phase structural transformations [16], *etc.* The excitation of acoustic waves is a certain set of physical and chemical processes occurring in the local volume of material. These processes are accompanied by a short-term release of excess energy, the elastic component of which is the external manifestation of acoustic emission [5, 10].

Some research has shown that in the load process of the vacuum arc coatings, the signal of acoustic emission appears only at the beginning of microplastic deformation, that is, it is associated with the movement of crystal lattice defects. Several works [11, 17–50] have been devoted to the research of the acoustic emission nature during deformation processes. The main acoustic emission sources are the following dislocation processes [11]: the development of slip lines [28, 29], the propagation of dislocations due to the Frank-Reed source [30, 31], dislocation exit to the free surface and dislocation annihilation [24, 32], the accelerated movement of dislocations or their movement at high speeds [33, 34], detachment of dislocation loops of critical size from their attachment sites [35, 36]. Besides that, there are other possible acoustic emission sources associated with the presence of impurities and particles of the second phase—cutting of particles by dislocations, decohesion along the interface, *etc.* [11].

The research of the acoustic emission nature during deformation processes in vacuum arc coatings with different architectures allow to obtain new data and expand the application possibilities in different fields of industry.

This paper presents the studied results of acoustic emission parameters obtained during loading of multilayer CrN/NbN coatings (bilayer thickness—67 nm, 270 layers). The influence of technological parameters of deposition on the structure formation processes of these coatings is determined.

2. MATERIALS AND METHODS

2.1. Materials and Deposition

Vacuum arc nitride multilayer CrN/NbN coatings were deposited in a modified installation ‘BULAT-6’. The evaporator materials were pure metals of vacuum melting—chromium (Cr99N1) and niobium (Nb1). AISI 430 BA + PVC stainless steel samples with a mirror-polished surface were used as substrates for deposition of coatings. Surface roughness of these samples R_a was lower than 0.05 μm . The dimensions of the

samples were $18 \times 18 \times 2$ mm. They were used to determine the mechanical and tribological properties of coatings. Before deposition of the vacuum arc coatings, the vacuum chamber with the samples was pumped to a pressure of $P = 1.3 \cdot 10^{-3}$ Pa. After this, the ionic cleaning and activation of the sample surface were carried out by bombardment with metal ions at a constant voltage on it $U_s = -1.1$ kV during ten minutes. After these processes, an underlayer of pure metal was deposited to improve the adhesive properties of the coatings. The technological deposition process of multilayer nitride CrN/NbN coatings to the samples took place within 1.5 hours. The nitrogen pressure in the vacuum chamber varied from 0.08 to 0.27 Pa. The constant negative voltage on the substrate was -70 and -200 V. The arc current of evaporators was 80 A (for chromium) and 100 A (for niobium). The distance from the evaporators to the axis of substrate-holder rotation was 500 mm [51, 52].

2.2. Structural Characterization and Mechanical Testing

Planar raster electron microscopic images were obtained using a Tescan Vega 3 SBU in secondary electron mode at an accelerating voltage of 30 kV. The samples were examined without applying any coatings. The study of physical and mechanical characteristics of coatings on stainless steel samples was carried out by the micro-indentation method using CMS hardness measurement equipped by standard Vickers pyramid. Microhardness numbers were determined under indentation loads not higher than 1.0 N. Microtester capable for load-displacement measurements and equipped by trihedral Berkovich pyramid was used to determine Young's modulus, E , according to the test method procedure originally proposed by Oliver and Pharr. Scratch testing was used for research the tribological properties of multilayer CrN/NbN coatings. It was performed using scratch tester CETR-UMT (Bruker) at linearly increasing load (2–20 N) with velocity of stylus movement 0.1 mm/s during 50.08 s. The time step of measurement is 0.01 s. For these investigations was applied Rockwell diamond indenter (stylus) with 200 μm tip radius. Several parameters of testing were recorded, namely normal and tangential forces, coordinates of stylus movement, acoustic emission and friction coefficient. Total scratch length is 5 mm, total scratch depth is in range of 340–360 μm . Four scratches were carried out for each coating to increase accuracy of calculated results.

2.3. Calculations of Research Results

To compare the properties of multilayer CrN/NbN coatings obtained at

different deposition technological parameters, to evaluate and to determine the processes occurring during the coating deformation, methods for statistical data analysis of acoustic emission were applied. The acoustic emission of each coating was evaluated according to the following parameters: the maximum pulse amplitude $AE_{\max}$, the average value AE_{medium} , the median AE_{median} , the mode AE_{moda} , the number of pulses N_{AE} and the amplitudes sum of all acoustic emission pulses SUM_{AE} . The maximum value $AE_{\max}$ characterizes the maximum elastic energy released when the coating is deformed. The average value AE_{medium} is the mathematical expectation of a random variable, while the median AE_{median} is the value located in the middle of the ranked AE series. The mode AE_{moda} indicates the value of the random variable that occurs most often in the set of observations. In addition, the scattering characteristics were evaluated for each of the above parameters. To increase the calculations reliability, the above parameters were evaluated for each multilayer CrN/NbN coating for four scratches.

3. RESULTS AND DISCUSSION

3.1. Parameters of Multilayer Nitride CrN/NbN Coatings and Scratches

Technological parameters of multilayer nitride CrN/NbN coatings' deposition (arc current of evaporators (chromium I_{Cr} and niobium I_{Nb}), constant negative voltage on the substrate U_{s} , and nitrogen pressure P_{N}) and mechanical properties of these coatings (medium hardness H_{med} , elasticity contact modulus E_{r} , and $H_{\text{med}}/E_{\text{r}}$ ratio) are presented in Table 1 [51].

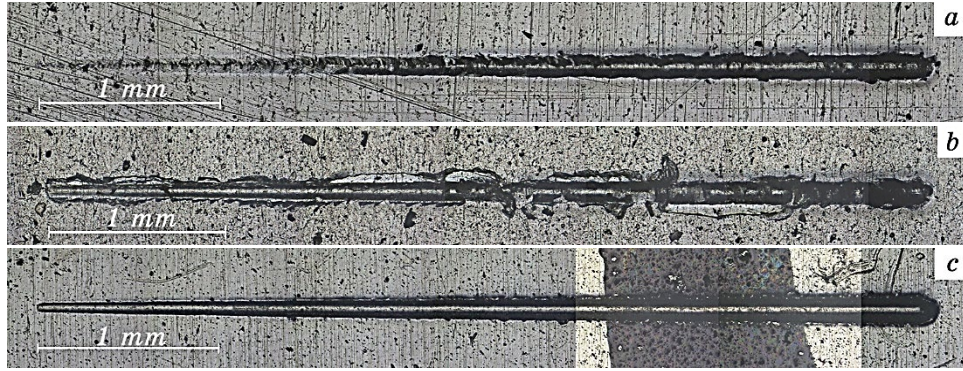
Table 2 shows the geometric parameters of the multilayer nitride CrN/NbN coatings, namely the layer thickness of the chromium nitride h_{CrN} and niobium nitride h_{NbN} , the bilayer thickness h_{b} , the total thickness of the multilayer coating h , the number of bilayers (periods), and the total number of layers.

TABLE 1. Technological deposition parameters of multilayer nitride CrN/NbN coatings.

No. sample	Coating composition	I_{Cr} , A	I_{Nb} , A	U_{s} , V	P_{N} , Pa	H_{med} , GPa	E_{r} , GPa	$H_{\text{med}}/E_{\text{r}}$
1	CrN/NbN	80	100	-200	0.27	23.435	299.55	0.078
2	CrN/NbN	80	100	-200	0.08	23.054	286.13	0.081
3	CrN/NbN	80	100	-70	0.27	23.723	335.33	0.071
4	CrN/NbN	80	100	-70	0.08	25.045	302.14	0.083

TABLE 2. Geometric parameters of multilayer nitride coatings CrN/NbN.

Coating composition	h_{CrN} , nm	h_{NbN} , nm	h_b , nm	h , μm	Number of bilayers	Total number of layers
CrN/NbN	17	50	67	9	135	270

**Fig. 1.** Photographs of scratches of multilayer CrN/NbN coatings obtained at different technological parameters: $U_s = -70$ V; $P_N = 0.08$ Pa (a), $U_s = -70$ V; $P_N = 0.27$ Pa (b) and scratch of uncoated stainless steel substrate (c).

Since the total depth of the scratch ($h_{\text{scratch}} = 343\text{--}350$ μm) is significantly greater than the total thickness of the multilayer CrN/NbN coating ($h = 9$ μm), then for a more detailed analysis of the obtained results and separation of the substrate material influence on the calculation results, it is advisable to consider the results obtained at scratch testing in two separate stages. Namely,

1) first research stage—analysis of acoustic emission parameters obtained during time τ when $h_{\text{scratch}} = h = 9$ μm ,

2) second research stage—analysis of acoustic emission data array obtained during the full time of research ($T = 50.08$ s).

Figure 1 shows scratches' photographs of multilayer CrN/NbN coatings and the uncoated stainless steel substrate.

3.2. Acoustic Emission Parameters of Multilayer CrN/NbN Coatings. First Research Stage

Table 3 shows the acoustic emission parameters obtained during scratch testing of uncoated stainless steel substrate (for time τ when the equation $h_{\text{scratch}} = 9$ μm is reached), namely the maximum pulse amplitude AE_{max} , the average value AE_{medium} , the median AE_{median} , the mode

TABLE 3. AE parameters of the uncoated stainless steel substrate.

	$AE_{\max},$ V	$AE_{\text{medium}},$ V	$AE_{\text{median}},$ V	$AE_{\text{moda}},$ V	N_{AE}	$\text{RMSD}(N_{\text{AE}})$	$SUM_{\text{AE}},$ V	$h_{\text{scratch}},$ μm
Sample	0.18	0.043	0.0417	0.0417	7	10.44	6.38	9

TABLE 4. AE parameters of multilayer CrN/NbN coatings.

No. sample	$AE_{\max},$ V	$AE_{\text{medium}},$ V	$AE_{\text{median}},$ V	$AE_{\text{moda}},$ V	N_{AE}	$\text{RMSD}(N_{\text{AE}})$	$SUM_{\text{AE}},$ V
1	1.0	0.069	0.0486	0.0472	113	28.28	24.77
2	0.72	0.081	0.0594	0.0489	211.33	12.9	28.48
3	2.18	0.115	0.0480	0.0471	92.5	50.43	41.56
4	0.20	0.061	0.0532	0.0473	165.67	8.08	21.44

AE_{moda} , the number of pulses N_{AE} , the root mean square deviation $\text{RMSD}(N_{\text{AE}})$, and the sum SUM_{AE} .

Table 4 presents the acoustic emission parameters obtained during scratch testing of multilayer CrN/NbN coatings when the scratch depth was 9 μm . The presented parameters are based on the analysis of 4 scratches for each coating.

Figure 2 shows the dependence of the calculated acoustic emission parameters of multilayer CrN/NbN coatings and the uncoated substrate (sample) (line 3) on constant negative voltage on the substrate (sample) U_s at constant values of the nitrogen pressure P_N in the vacuum chamber (line 1— $P_N = 0.27$ Pa, line 2— $P_N = 0.08$ Pa).

Increasing the constant negative voltage on the substrate U_s from -70 to -200 V leads to:

- a decrease in the maximum value $AE_{\max}$ by 2.18 times at the nitrogen pressure $P_N = 0.27$ Pa and an increase in $AE_{\max}$ by 3.6 times at the nitrogen pressure $P_N = 0.08$ Pa, as can be seen in Fig. 2, *a*;
- a decrease in the average value AE_{medium} by 40% at the nitrogen pressure $P_N = 0.27$ Pa and an increase in AE_{medium} by 32.8% at the nitrogen pressure $P_N = 0.08$ Pa, as can be seen in Fig. 2, *b*;
- an increase in the median value AE_{median} from 0.0480 V to 0.0486 V at the nitrogen pressure $P_N = 0.27$ Pa (by 1.25%, which is within calculation error) and an increase in AE_{median} by 11.7% (from 0.0532 V to 0.0594 V) at the nitrogen pressure $P_N = 0.08$ Pa, as can be seen in Table 4;
- changes in the mode value AE_{moda} are within 0.2% and 3.4% at the nitrogen pressure $P_N = 0.27$ Pa and 0.08 Pa, respectively, as can be seen in Table 4;
- an increase in the value N_{AE} by 22.2% at the nitrogen pressure

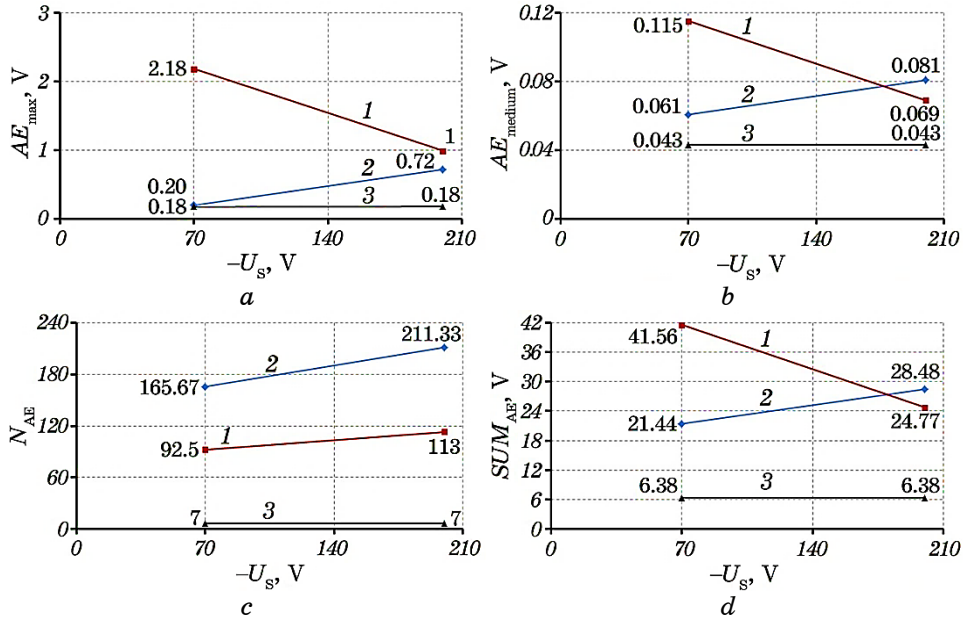


Fig. 2. Graphs of AE parameters' dependence of multilayer CrN/NbN coatings and the substrate on the deposition technological parameter U_s at constant values of the nitrogen pressure in the vacuum chamber P_N : $AE_{\max}$ (a); AE_{medium} (b); N_{AE} (c); SUM_{AE} (d).

$P_N = 0.27$ Pa, as can be seen in Fig. 2, c. At the same time root mean square deviation $RMSD(N_{AE})$ decreases by 1.8 times (from 50.43 to 28.28), as can be seen in Table 4;

- an increase in the value N_{AE} by 27.6% at the nitrogen pressure $P_N = 0.08$ Pa, as can be seen in Fig. 2, c, and root mean square deviation $RMSD(N_{AE})$ increases by 1.6 times (from 8.08 to 12.9), as can be seen in Table 4;

- a decrease in the value SUM_{AE} by 40.4% at the nitrogen pressure $P_N = 0.27$ Pa and an increase in SUM_{AE} by 32.8% at the nitrogen pressure $P_N = 0.08$ Pa, as can be seen in Fig. 2, d.

Figure 3 shows the dependence of the calculated acoustic emission parameters of multilayer CrN/NbN coatings and the uncoated substrate (line 3) on the nitrogen pressure P_N at constant negative voltage on the substrate U_s (line 1— $U_s = -70$ V, line 2— $U_s = -200$ V).

Increasing in the nitrogen pressure P_N in the vacuum chamber from 0.08 to 0.27 Pa leads to:

- an increase in the maximum value $AE_{\max}$ by 10.9 and 1.4 times at the constant negative voltage on the substrate $U_s = -70$ V and -200 V, respectively, as can be seen in Fig. 3, a;

- an increase in the average value AE_{medium} by 88.5% at the constant

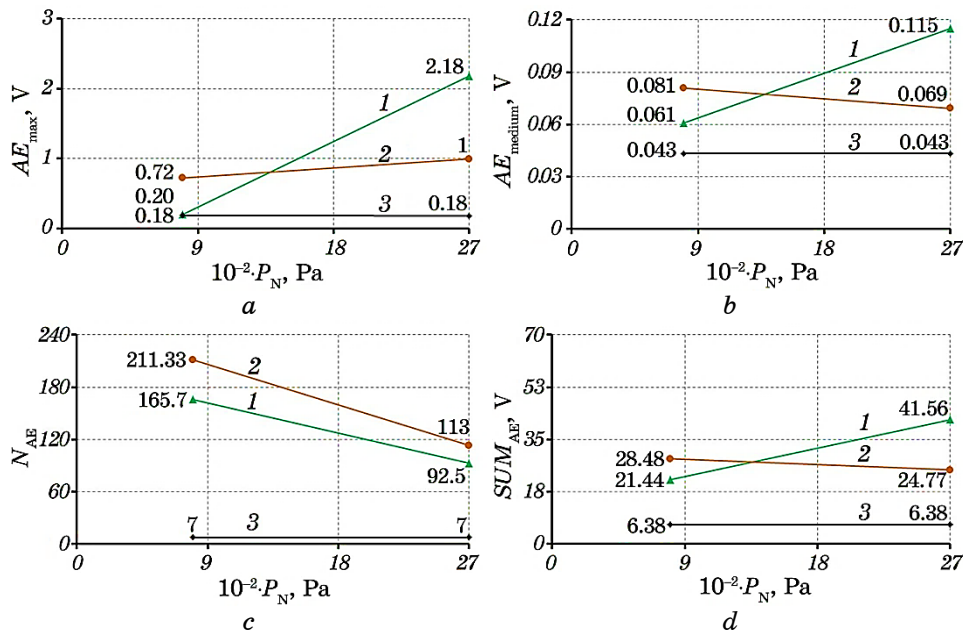


Fig. 3. Graphs of AE parameters' dependence of multilayer CrN/NbN coatings and substrate on the deposition technological parameter P_N at the constant negative voltage on the substrate U_s : AE_{max} (a); AE_{median} (b); N_{AE} (c); SUM_{AE} (d).

negative voltage on the substrate $U_s = -70$ V and a decrease in AE_{median} by 14.8% at the constant negative voltage on the substrate $U_s = -200$ V, as can be seen in Fig. 3, b;

- a decrease in the median value AE_{median} by 9.8% (from 0.0532 V to 0.0480 V) and 18.2% (from 0.0594 V to 0.0486 V) at the constant negative voltage on the substrate $U_s = -70$ V and -200 V, respectively, as can be seen in Table 4;

- a decrease in the mode value AE_{moda} by 0.42% and 3.5% at the constant negative voltage on the substrate $U_s = -70$ V and -200 V, respectively, as can be seen in Table 4;

- a decrease in the value N_{AE} by 44.2% and 46.5% at the constant negative voltage on the substrate $U_s = -70$ V and -200 V, respectively, as can be seen in Fig. 3, c;

- an increase in the value SUM_{AE} by 93.8% at the constant negative voltage on the substrate $U_s = -70$ V and a decrease in the value SUM_{AE} by 13% at the constant negative voltage on the substrate $U_s = -200$ V, as can be seen in Fig. 3, d.

The graphs of dependence in Figs. 2, 3 show the structure reconstruction of the multilayer CrN/NbN coatings. It is accompanied by

the formation, breakdown and relaxation of mechanical stresses in local volumes of the coatings under the load ($F = 2.8$ H). Obtained results show structural heterogeneity within the volume of multilayer CrN/NbN coatings and indicate the presence of local microvolumes in the coating with a greater number of defects (dislocations, vacancies, *etc.*). The multilayer structure of CrN/NbN coatings (270 layers with layer thicknesses $h_{\text{CrN}} = 17$ nm, $h_{\text{NbN}} = 50$ nm) also affects the studied parameters.

3.3. Acoustic Emission Parameters of Multilayer CrN/NbN Coatings. Second Research Stage

Table 5 shows the acoustic emission parameters obtained during scratch testing of the uncoated stainless steel sample over the full research time ($T = 50.08$ s), namely, the maximum pulse amplitude AE_{max} , the average value AE_{medium} , the median AE_{median} , the mode AE_{moda} , the number of pulses N_{AE} , the root mean square deviation $\text{RMSD}(N_{\text{AE}})$, the sum of amplitudes of all acoustic emission pulses SUM_{AE} , and the scratch depth h_{scratch} .

Table 6 presents the acoustic emission parameters obtained during scratch testing of multilayer CrN/NbN coatings for the full time of research ($T = 50.08$ s). These parameters are based on the analysis of 4 scratches for each coating.

Figure 4 shows the dependences of the calculated acoustic emission parameters of multilayer CrN/NbN coatings and the uncoated substrate (line 3) on the constant negative voltage on the substrate (sample) U_s at constant values of the nitrogen pressure P_N in the vacuum

TABLE 5. AE parameters of the uncoated stainless steel substrate.

	$AE_{\text{max}},$ V	$AE_{\text{medium}},$ V	$AE_{\text{median}},$ V	$AE_{\text{moda}},$ V	N_{AE}	$\text{RMSD}(N_{\text{AE}})$	$SUM_{\text{AE}},$ V	$h_{\text{scratch}},$ μm
Sample	8.5	0.252	0.0615	0.0414	1079	88.3	506	347.3

TABLE 6. AE parameters of multilayer CrN/NbN coatings.

No. sample	$AE_{\text{max}},$ V	$AE_{\text{medium}},$ V	$AE_{\text{median}},$ V	$AE_{\text{moda}},$ V	N_{AE}	$\text{RMSD}(N_{\text{AE}})$	$SUM_{\text{AE}},$ V	$h_{\text{scratch}},$ μm
1	1.76	0.084	0.0649	0.0478	3729	30	422	348.1
2	8.99	0.374	0.0919	0.0544	4394	115	1872	344
3	6.89	0.196	0.0613	0.0480	3077	294	982	349.3
4	6.77	0.143	0.0859	0.0600	4544	55	716	342.3

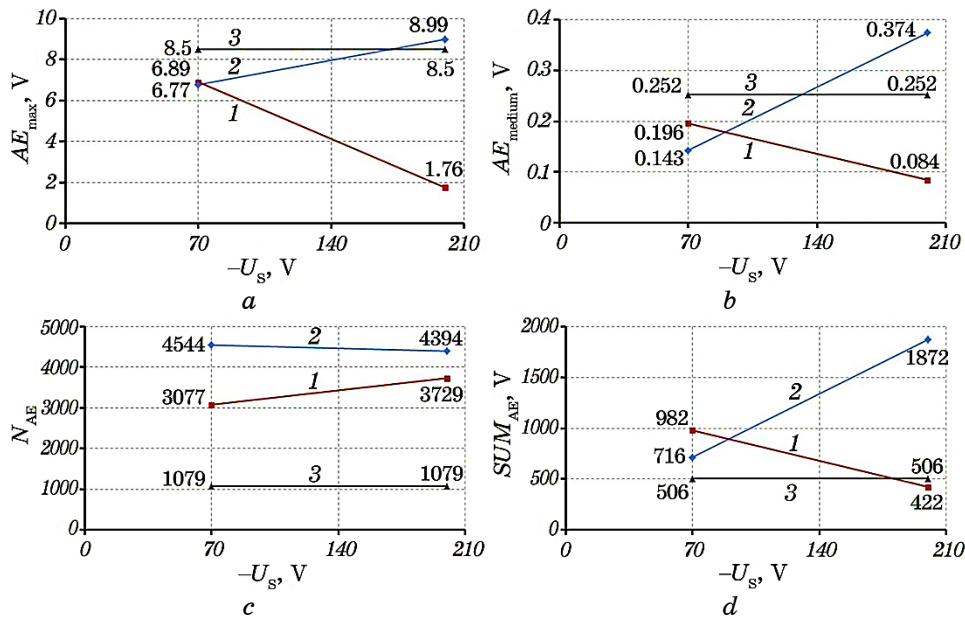


Fig. 4. Graphs of acoustic emission parameters' dependence of multilayer CrN/NbN coatings and the substrate on the deposition technological parameter U_s at constant values of the nitrogen pressure in the vacuum chamber P_N : AE_{max} (a); AE_{medium} (b); N_{AE} (c); SUM_{AE} (d).

chamber (line 1— $P_N = 0.27$ Pa, line 2— $P_N = 0.08$ Pa).

Increasing the constant negative voltage on the substrate U_s from -70 to -200 V leads to:

- a decrease in the maximum value AE_{max} by 74.5% at the nitrogen pressure $P_N = 0.27$ Pa and an increase in AE_{max} by 32.8% at the nitrogen pressure $P_N = 0.08$ Pa, as can be seen in Fig. 4, a;
- a decrease in the average value AE_{medium} by 57% at the nitrogen pressure $P_N = 0.27$ Pa and an increase in AE_{medium} by 161.5% at the nitrogen pressure $P_N = 0.08$ Pa, as can be seen in Fig. 4, b;
- an increase in the median value AE_{median} by 6% and 7% at the nitrogen pressure $P_N = 0.27$ Pa and 0.08 Pa, respectively, as can be seen in Table 6;
- a decrease in the mode value AE_{moda} by 0.4% and 9.3% at the nitrogen pressure $P_N = 0.27$ Pa and 0.08 Pa, respectively, as can be seen in Table 6;
- an increase in the value N_{AE} by 21.2% at the nitrogen pressure $P_N = 0.27$ Pa and a decrease in N_{AE} by 3.3% at the nitrogen pressure $P_N = 0.08$ Pa, as can be seen in Fig. 4, c;
- a decrease in the value $RMSD(N_{AE})$ by 10 times at the nitrogen pressure $P_N = 0.27$ Pa and an increase in $RMSD(N_{AE})$ by 2 times at the

nitrogen pressure $P_N = 0.08$ Pa, as can be seen in Table 6;

- a decrease in the value SUM_{AE} by 57% at the nitrogen pressure $P_N = 0.27$ Pa and an increase in SUM_{AE} by 161.5% at the nitrogen pressure $P_N = 0.08$ Pa, as can be seen in Fig. 4, *d*.

Figure 5 shows the dependence of the calculated acoustic emission parameters of multilayer CrN/NbN coatings and the substrate (line 3) on the nitrogen pressure P_N at constant negative voltage on the substrate U_S (line 1— $U_S = -70$ V, line 2— $U_S = -200$ V).

Increasing in the nitrogen pressure P_N in the vacuum chamber from 0.08 to 0.27 Pa leads to:

- an increase in the maximum value AE_{max} by 1.8% at the constant negative voltage on the substrate $U_S = -70$ V and a decrease in AE_{max} by 80.4% at the voltage $U_S = -200$ V, as can be seen in Fig. 5, *a*;

- an increase in the average value AE_{medium} by 37% at the constant negative voltage on the substrate $U_S = -70$ V and a decrease in AE_{medium} by 77.5% at the voltage $U_S = -200$ V, as can be seen in Fig. 5, *b*;

- a decrease in the median value AE_{median} by 28.6% and 29.4% at the constant negative voltage on the substrate $U_S = -70$ V and -200 V, respectively, as can be seen in Table 6;

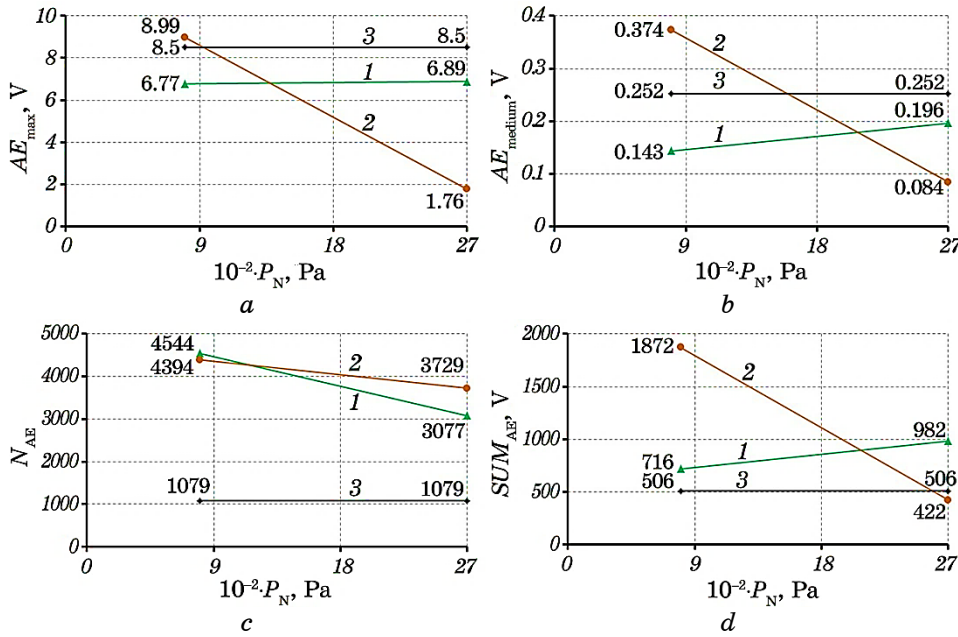


Fig. 5. Graphs of acoustic emission parameters' dependence of multilayer CrN/NbN coatings and the substrate on the deposition technological parameter P_N at the constant negative voltage on the substrate U_S : AE_{max} (*a*); AE_{medium} (*b*); N_{AE} (*c*); SUM_{AE} (*d*).

- a decrease in the mode value AE_{moda} by 20% and 12% at the constant negative voltage on the substrate $U_s = -70$ V and -200 V, respectively, as can be seen in Table 6;

- a decrease in the value N_{AE} by 32.3% and 15% at the constant negative voltage on the substrate $U_s = -70$ V and -200 V, respectively, as can be seen in Fig. 5, c;

- an increase in the value $\text{RMSD}(N_{\text{AE}})$ by 5.3 times at the constant negative voltage on the substrate $U_s = -70$ V and a decrease in $\text{RMSD}(N_{\text{AE}})$ by 3.8 times at the voltage $U_s = -200$ V, as can be seen in Table 6;

- an increase in the value SUM_{AE} by 37% at the constant negative voltage on the substrate $U_s = -70$ V and a decrease in SUM_{AE} by 77.5% at the voltage $U_s = -200$ V, as can be seen in Fig. 5, d.

The graphs in Figures 4–5 clearly demonstrate the local structure reconstruction of the multilayer CrN/NbN coating together with the substrate, which is accompanied by the formation, breakdown and relaxation of mechanical stresses in local volumes of not only the coating, but also the substrate under the action of a higher load ($F = 20$ N).

The analysis of AE parameters at this research stage showed that the nitrogen pressure P_N affects the parameter AE_{moda} the most. The increase in P_N leads to a decrease in AE_{moda} .

Figure 6 shows the acoustic emission amplitude AE observed when a substrate with the multilayer CrN/NbN coatings (sample No. 4—technological parameters of deposition $U_s = -70$ V and $P_N = 0.08$ Pa, and sample No. 3—technological parameters of deposition $U_s = -70$ V and $P_N = 0.27$ Pa) and uncoated substrate are scratched. The load F was changing from 2 to 20 N.

The amplitude and shape of the acoustic emission peaks are affected not only by the physical and chemical properties of the coating components (CrN and NbN), but also by the multilayer coatings' architecture (the number of layers and their thicknesses, properties of the interlayer boundary, etc.).

4. CONCLUSION

The dependence of the acoustic emission parameters on the deposition technological parameters (constant negative voltage on the substrate U_s , nitrogen pressure P_N) was investigated. This study characterizes the multilayer CrN/NbN coating with 270 layers (135 bilayers), bilayer thickness $h_b = 67$ nm.

The obtained research results can be summarized in the form of the following conclusions:

1. The change trend of the parameter AE_{max} remains unchanged at increasing in the constant negative voltage both at the beginning of the scratch and along its entire scratch length. But increasing the nitrogen pressure in the vacuum chamber at the constant negative voltage

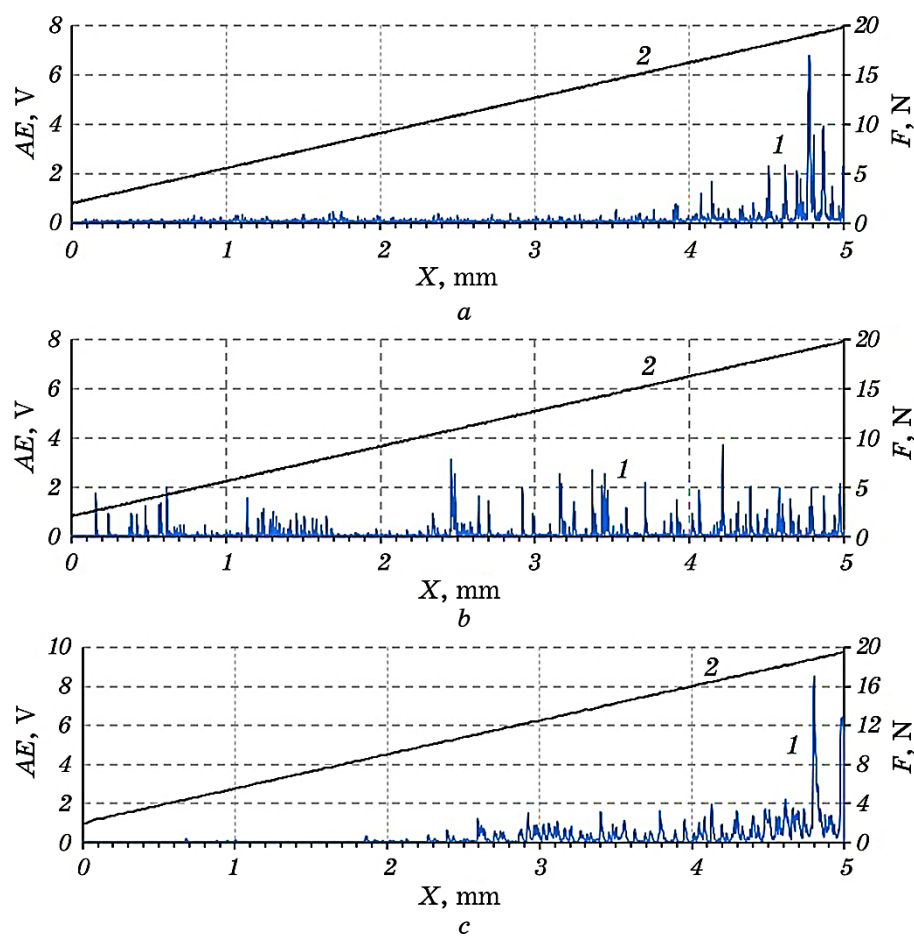


Fig. 6. Dependence of the acoustic emission AE of multilayer CrN/NbN coatings and substrate on the movement of diamond indenter (stylus): sample No. 4 (a), sample No. 3 (b), uncoated substrate (c) at the load F .

$U_S = -200$ V leads to changing this trend from increasing in $AE_{\max}$ by 39% at the beginning of the scratch to decreasing in $AE_{\max}$ by 80.4% along scratch length.

2. The change trend of the parameter AE_{medium} remains unchanged both at the beginning of the scratch and along its entire scratch length. These changes are more significant along the entire scratch length, except in case of increasing in the nitrogen pressure at the voltage on the substrate $U_S = -70$ V, when AE_{medium} increases by 88.5% at the beginning of the scratch.

3. The change trend of the parameter AE_{median} , which characterises the median value by position, remains unchanged both at the beginning of

the scratch and along its entire length, depending on the technological parameter (U_S , P_N) of the coating deposition. The change range of the parameter AE_{median} is from 1.25% to 18.2% at the beginning of the scratch and from 6% to 29.4% along the entire length of the scratch.

4. The change trend of the parameter N_{AE} depending on the technological parameter of coating deposition remains unchanged both at the beginning of the scratch and along the entire length of the scratch, except in case of increasing in the constant negative voltage U_S at the nitrogen pressure in vacuum chamber $P_N = 0.08$ Pa, when N_{AE} increases by 27.6% at the beginning of the scratch and decreases by 3.3% along the entire scratch length.

5. Along the entire scratch length, parameters AE_{medium} and SUM_{AE} have the same trend of changes, unlike the parameter N_{AE} .

The obtained research results can help us understand the changes in the coating structure under loading along the entire scratch length. It can be used for prediction of the multilayer coatings' properties depending on the technological parameters of the deposition and the coating architecture.

REFERENCES

1. A. E. Lord and W. Mason, *Phys. Acoustic*, **11**: 289 (1975).
2. M. V. Kravtsov, O. V. Lyashenko, and A. P. Onanko, *Funct. Mater.*, **11**, No. 2: 353 (2004).
3. O. V. Lyashenko and V. P. Veleshchuk, *Ukr. J. Phys.*, **48**, No. 9: 981 (2003) (in Ukrainian).
4. O. V. Gusev, *Akusticheskaya Emissiya pri Deformatsii Monokristallov Tugoplavkikh Metallov* [Acoustic Emission During Deformation of Single Crystals of Refractory Metals] (Moskva: Nauka: 1982).
5. O. I. Vlasenko, M. P. Kyseliuk, V. P. Veleshchuk, Z. K. Vlasenko, I. O. Lyashenko, and O. V. Lyashenko, *Optoelectronics and Semiconductor Technique*, **49**: 5 (2014) (in Ukrainian).
6. V. M. Perga, *Novi Metody Doslidzhennya Fizychnykh Vlastyvostei Tverdykh Til. Akustychna Emisiya. Chastyny 1 i 2* [New Methods of Studying the Physical Properties of Solid Bodies. Acoustic Emission. Parts 1 and 2] (Kyiv: 1991).
7. V. P. Babak and S. F. Filonenko, *Advances in Aerospace Technology*, **1**, No. 1: 54 (1998) (in Ukrainian).
8. V. I. Artiukhov, K. B. Vakar, and V. I. Makarov, *Akusticheskaya Emissiya i Yeyo Primenenie dlya Nerazrushayushchego Kontrolya v Yadernoi Ehnergetike* [Acoustic Emission and its Application for Non-Destructive Testing in Nuclear] (Moskva: Atomizdat: 1980).
9. V. A. Kalitenko, V. M. Perga, and I. N. Salivonov, *Phys. Solid State*, **22**, No. 6: 1838 (1980).
10. DSTU 2374-94, *Rozrakhunky na Mitsnist ta Vyprovuvannya Tekhnichnykh Vyrobov. Akustychna Emisiya* [Strength Calculations and Testing of Technical Products. Acoustic Emission] (Kyiv: Derzhstandart Ukrainy: 1994) (in Ukrainian).

11. A. Yu. Vinogradov and D. L. Merson, *Low Temp. Phys.*, **44**, No. 9: 1186 (2018).
12. A. M. Leskovskiy and Sh. Sh. Azimov, *Tech. Phys. Lett.*, **10**, No. 5: 307 (1997).
13. G. I. Prokopenko, T. V. Golub, O. N. Kashevskaia, B. N. Mordyuk, N. A. Efymov, and V. G. Bezkorovainyi, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **28**, No. 2: 151 (2006).
14. L. V. Tikhonov and G. I. Prokopenko, *Tech. Diagnostics and Non-Destructive Testing*, **8**: 73 (1991).
15. P. I. Stoev, I. I. Papirova, and V. I. Moschenok, *Probl. Atom. Sci. Tech.*, **1**: 15 (2006).
16. V. A. Kalitenko, I. Ya. Kucherov, V. M. Perga, and V. A. Tkoryk, *Phys. Solid State*, **30**, No. 12: 3677 (1988).
17. B. Polyzos, E. Douka, and A. Trochidis, *J. Appl. Phys.*, **89**: 2124 (2001).
18. A. Sendrowicz, A. O. Myhre, A. V. Danyuk, and A. Vinogradov, *Mater. Sci. Eng. A*, **856**: 143969 (2022).
19. A. M. Kosevich and V. S. Boyko, *Physics-Uspeski*, **104**: 201 (1971).
20. A. M. Kosevich, *Ukr. J. Phys.*, **84**: 579 (1964).
21. J. D. Eshelby, *Proc. Roy. Soc.*, **260**: 222 (1962).
22. A. Trochidis and B. Polyzos, *J. Mech. Phys. Solids*, **42**: 1933 (1994).
23. D. G. Eitzen and H. N. G. Wadley, *J. Res. Natl. Bur. Stand.*, **89**: 75 (1984).
24. N. Kiesewetter and P. Schiller, *Scr. Met.*, **8**: 249 (1974).
25. A. Trochidis and B. Polyzos, *J. Appl. Phys.*, **78**: 170 (1995).
26. A. M. Kosevich, *Zh. Eksp. Teor. Fiz.*, **42**: 152 (1962).
27. V. R. Skalskiy, Yu. Ya. Matviiv, and O. G. Simakovych, *Physicochemical Mechanicals of Materials*, **48**, No. 6: 76 (2012).
28. Yu. B. Drobot and V. V. Korchevsky, *Flaw Detection*, **6**: 38 (1985).
29. R. M. Fisher and L. S. Lally, *Canad. J. Phys.*, **45**: 1147 (1967).
30. J. R. Frederick and D. K. Felbeck, *Acoustic Emission* (Baltimore: ASTM STP: 1972).
31. T. Imanaka and K. Sano, *Crystal Lattice Defects*, **4**: 57 (1973).
32. V. S. Boyko, V. F. Kivshik, and L. F. Krivenko, *Zh. Eksp. Teor. Fiz.*, **78**: 797 (1980).
33. C. B. Scruby and H. N. G. Wadley, *Met. Science*, **15**: 599 (1981).
34. D. Rouby and P. Fleischmann, *Internal Friction and Ultrasonic Attenuation Solids* (1977), p. 811.
35. D. R. James and S. N. Carpenter, *J. Appl. Phys.*, **42**: 4685 (1971).
36. F. P. Higgins and S. N. Carpenter, *Acta Metallurg.*, **26**: 133 (1978).
37. N. H. Faisal, R. Ahmed, and R. L. Reuben, *Int. Mat. Rev.*, **56**, No. 2: 98 (2011).
38. S. Yamamoto and H. Ichimura, *J. Mater. Res.*, **7**: 2240 (1992).
39. R. K. Choudhary and P. Mishra, *J. of Mater. Eng. and Perform.*, **25**: 2454 (2016).
40. M. A. Hassan, A. R. Bushroa, and Reza Mahmoodian, *Surf. Coat. Tech.*, **277**: 216 (2015).
41. Kaoru Ikenaga, Akira Yanagida, and Akira Azushima, *J. of Solid Mechanics and Materials Engineering*, **3**, No. 2: 347 (2009).
42. J. Tomastik, R. Ctvrtlik, P. Bohac, M. Drab, V. Koula, K. Cvrk, and L. Jastrabik, *Key Eng. Mater.*, **662**: 119 (2015).
43. B. Warcholiński, A. Gilewicz, Z. Kukliński, and P. Myśliński, *Vacuum*, **83**, No. 4: 715 (2008).
44. Nicholas X. Randall, *Surf. Coat. Tech.*, **380**: 125092 (2019).

45. J. Tomastik, R. Ctvrtlik, M. Drab, and J. Manak, *Coatings*, **8**, No. 5: 196 (2018).
46. E. Hamzah, M. Ali, and M. R. HJ. Mohd Toff, *Surf. Rev. Lett.*, **13**, No. 6: 763 (2006).
47. H. Jensen, U. M. Jensen, and G. Sorensen, *Surf. Coat. Tech.*, **74–75**: 297 (1995).
48. P. Drobny, D. Mercier, V. Koula, S. I. Škrobáková, L. Čaplovič, and M. Sahul, *Coatings*, **11**, No. 8: 919 (2021).
49. Tian-Shun Dong, Ran Wang, Guo-Lu Li, and Liu Ming, *High Temp. Mater. Proc.*, **38**: 601 (2019).
50. T. Z. Kattamis, F. Chang, and M. Levy, *Surf. Coat. Tech.*, **43–44**, No. 1: 390 (1990).
51. I. V. Serdiuk, S. I. Petrushenko, V. O. Stolbovyi, and M. Fijalkowski, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **46**, No. 1: 23 (2024).
52. V. P. Rudenko, V. O. Stolbovoy, I. V. Serdiuk, and K. G. Kartmazov, *East.-Eur. J. Enterp. Tech.*, **48**, No. 6/1: 66 (2010).

PACS numbers: 62.20.Qp, 68.35.Ct, 68.35.Gy, 68.55.J-, 68.55.Ln, 81.15.Rs, 81.65.Lp

Дослідження впливу продуктивності на формування структури поверхневих шарів крицевих деталей під час азотування методом електроіскрового легування (ЕІЛ). І. Оцінка впливу продуктивності на параметри якості поверхневих шарів крицевих деталей під час азотування методом ЕІЛ

В. Б. Тарельник, О. П. Гапонова^{1,2}, Н. В. Тарельник, Т. М. Воліна³,
В. М. Зубко, М. Ю. Думанчук, О. М. Лавренко, М. О. Мікуліна,
А. О. Доценко, О. Є. Білий, С. С. Шевченко⁴, С. Г. Бондарев,
О. В. Семерня

*Сумський національний аграрний університет,
вул. Герасима Кондратьєва, 160; 40021 Суми, Україна*

¹*Сумський державний університет,
вул. Харківська, 116; 40007 Суми, Україна*

²*Інститут фундаментальних технологічних досліджень ПАН,*

Corresponding author: Vyacheslav Borysovych Tarelnyk
E-mail: tarelnik@i.ua

*Sumy National Agrarian University,
160 Gerasym Kondratiev Str., UA-40021 Sumy, Ukraine*

¹*Sumy State University,
116 Kharkivska Str., UA-40007 Sumy, Ukraine*

²*Institute of Fundamental Technological Research, Polish Academy of Sciences,
5B Pawińskiego Str., 02-016 Warsaw, Poland*

³*National University of Life and Environmental Sciences of Ukraine,
15 Heroyiv Oborony Str., UA-03041 Kyiv, Ukraine*

⁴*G. E. Pukhov Institute for Modelling in Energy Engineering, N.A.S. of Ukraine,
15 General Naumov Str., 03164 Kyiv, Ukraine*

Citation: V. B. Tarelnyk, O. P. Haponova, N. V. Tarelnyk, T. M. Volina, V. M. Zubko, M. Yu. Dumanchuk, O. M. Lavrenko, M. A. Mikulina, A. O. Dotsenko, O. Ye. Bilyi, S. S. Shevchenko, S. G. Bondarev, and O. V. Semernya, Research of Influence of Productivity on Structural Formation of Surface Layers of Steel Details during Nitriding by Means of the Electrospark Alloying (ESA) Method. I. Evaluation of the Impact of Productivity on the Quality Parameters of the Surface Layers of Steel Parts during Nitriding by the ESA Method, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **47**, No. 10: 1061–1081 (2025) (in Ukrainian). DOI: [10.15407/mfint.47.10.1061](https://doi.org/10.15407/mfint.47.10.1061)

© Publisher PH ‘Akadempriodyka’ of the NAS of Ukraine, 2025. This is an open access article under the CC BY-ND license (<https://creativecommons.org/licenses/by-nd/4.0>)

вул. Павінського, 5В; 02-016 Варшава, Польща

³*Національний університет біоресурсів і природокористування України,
вул. Героїв Оборони, 15; 03041 Київ, Україна*

⁴*Інститут проблем моделювання в енергетиці ім. Г. Є. Пухова НАН України,
вул. Генерала Наумова, 15; 03164 Київ, Україна*

В статті обґрунтовано важливість і актуальність проблеми підвищення параметрів якості поверхневих шарів відповідальних деталей динамічного обладнання (насосних і компресорних агрегатів, турбін, центрифуг і т.ін.), які лімітують їхню надійність і довговічність. Підкреслено, що під час дослідження параметрів якості поверхневих шарів, синтезованих технологіями електроіскрового легування (ЕІЛ), задля визначення впливу енергетичних параметрів обладнання на їхнє структуроутворення основна увага приділялася впливу енергії розряду W_p , а величина продуктивності оброблення Q [см²/хв.] практично не враховувалася. Щоб оцінити вплив продуктивності на параметри якості одержаних покриттів, в дослідженнях використовувалася продуктивність приблизно у два, три й чотири рази менша за традиційну, тобто час оброблення τ одиниці площі (трудомісткість процесу ЕІЛ) збільшувався у два, три й чотири рази. Проведено дослідження особливостей формування мікроструктури, розподілу мікротвердості в покритті, проаналізовано зміну шерсткості. В результаті мікроструктурної аналізи обробленої поверхні після азотування криць 20 і 40 методом ЕІЛ з використанням азотомісного спеціального технологічного насичувального середовища встановлено, що для всіх варіантів параметра Q структура покриття складається з трьох ділянок — «білого шару», дифузійної зони й основного металу. Водночас зі збільшенням W_p зростають товщини «білого» шару та дифузійної (перехідної) зони, збільшуються мікротвердість, шерсткість і суцільність поверхні. Зі збільшенням параметра τ зростають товщини «білого» шару та дифузійної (перехідної) зони, збільшуються мікротвердість і суцільність поверхні. Із заміною криці 20 на крицю 40 незначно збільшуються товщини «білого» шару й дифузійної зони та мікротвердість поверхні.

Ключові слова: електроіскрове легування, покриття, матеріал електроди, криця, товщина шару, шерсткість, суцільність.

The importance and relevance of the problem of improving the quality parameters of surface layers of responsible parts of dynamic equipment (pump and compressor units, turbines, centrifuges, etc.), which limit their reliability and durability, are substantiated in the article. As emphasized, during the investigation of the quality parameters of surface layers synthesized by means of the electrospark alloying (ESA) technologies, during determining the influence of the energy parameters of the equipment on their structure formation, the main attention is paid to the influence of the energy discharge W_p , but the value of the processing productivity Q [cm²/min] is not practically taken into account. For evaluating the impact of productivity on the quality parameters of obtained coatings, the productivity is used in the research approximately two, three, and four times as less than the traditional one, i.e., the processing time τ of a unit of area (the labour intensity of the ESA pro-

cess) is increased by two, three, and four times. Investigation of the features of microstructure formation and distribution of microhardness in the coating is carried out, and changes in roughness are analysed. As a result of the microstructural analysis of the treated surface after nitriding of steels 20 and 40 by the ESA method using a nitrogen-containing special technological saturating medium, it is revealed that, for all variants of the parameter Q , the structure consists of three areas: the 'white layer', the diffusion zone, and the base metal. At the same time, with an increase in W_p , the thicknesses of the 'white' layer and the diffusion (transitional) zone increase, and the microhardness, roughness, and integrity of the surface increase too. As the parameter τ increases, the thicknesses of the 'white' layer and the diffusion (transitional) zone increase, and the microhardness and integrity of the surface increase too. During replacing steel 20 with steel 40, the thicknesses of the 'white' layer and the diffusion zone, as well as the microhardness of the surface, increase slightly.

Key words: electrospark alloying, coating, electrode material, steel, layer thickness, roughness, integrity.

(Отримано 25 грудня 2023 р.; остаточн. варіант — 20 червня 2024 р.)

1. ВСТУП

У зв'язку зі зростанням науково-технічного прогресу має підвищуватись якість відповідальних деталей динамічного обладнання (насосних і компресорних агрегатів, турбін, центрифуг і т.ін.), які лімітують їхню надійність і довговічність. В процесі підвищення їхніх режимних параметрів (швидкості, температури, тиску, впливу радіації) збільшуються вимоги як до в'язкості та пластичності їхньої основи, так і до захисних властивостей поверхневих шарів. Наприклад, з появою конструкції імпульсних ущільнень із зазором, що саморегулюється, які є найбільш перспективними вузлами для ущільнення валів насосів атомних електростанцій (АЕС) з високими параметрами [1–3], у технологів-трибологів виникають проблеми з забезпеченням експлуатаційних властивостей їхніх робочих поверхонь тертя [4].

На сьогодні є велика кількість технологій, які здатні поліпшити параметри якості поверхонь: підвищити твердість і зносостійкість шляхом нанесення металокерамічних покриттів [5–7], наотопленям покриттів з композиційних матеріалів [8, 9], шляхом відцентрового армування карбідом Вольфраму [10], з шарами оксиду Алюмінію [11–13], хромуванням у проточному електроліті [14] тощо. Крім того, серед технологій, спрямованих на забезпечення експлуатаційних властивостей поверхонь і, як наслідок, на підвищення надійності та довговічності деталей, слід виділити такі, що направлені ще на стадії проектування на забезпечення потрібної геометрії поверхневого шару виробу. Так, ряд робіт присвячено дослідженню

відцентрових розсіювальних апаратів [15–17], гравітаційного або самопливного транспорту [18], циліндричних поверхонь деталей [19].

Перспективним шляхом підвищення зносостійкості поверхонь пар тертя можуть бути багатошарові покриття, що поєднують у собі змащувальні й антизношувальні властивості [20]. Такими покриттями можуть бути комбіновані покриття, синтезовані методом електроіскрового легування, що поєднують у собі тверді зносостійкі та м'які антифрикційні матеріяли [21–25].

Таким чином, нові композиційні матеріяли поєднують захисні властивості покриттів із механічною міцністю основи. Деталі, що виготовляються з більш дешевого й легко оброблюваного матеріялу основи та мають поверхневий шар, одержаний шляхом застосування прогресивної, малоенергоємної й екологічно безпечної технології, не поступаються, а часто за окремими показниками (довговічність, вартість, витрата металорізального інструменту й оснастки, можливість легування певними елементами та ін.) перевершують деталі, виготовлені з литого матеріялу. Таким чином, технологічні рішення, спрямовані на створення принципово нових матеріялів, що мають підвищену поверхневу зносостійкість, відносно високу міцність і в'язкість [26–29], є актуальними та затребуваними.

Особливе місце серед технологій, використовуваних для підвищення показників якості поверхонь деталей, займає хеміко-термічне оброблення (ХТО) [30–32], яке поєднує в собі цементацію, азотування, нітроцементацію та ряд інших методів.

Одним із затребуваних методів ХТО є алітування [33–35], яке забезпечує залізовуглецевим стопам підвищену жужелетривкість, опір атмосферній корозії та ряд інших корисних властивостей. Крім того, комплексні алюмінієві покриття [36] характеризуються високою температурою топлення, низькою густиною, високим модулем пружності, жароміцністю, стійкістю до окиснення і займання. Незважаючи на позитивні результати, технологія алітування має ряд недоліків, притаманних ХТО.

Багато робіт присвячено опромінюванню алюмінієвих стопів імпульсними електронними жмутами для поліпшення якості покриттів [37, 38] і способів їхнього нанесення [39–41].

З появою нових технологій підвищення параметрів якості поверхонь деталей машин методом ЕІЛ із застосуванням спеціальних технологічних насичувальних середовищ (СТНС), використання яких дає змогу одержувати поверхневі структури з унікальними фізико-механічними та трибологічними властивостями на нанорівні. Із ЕІЛ, застосовуючи СТНС, можна одержати однокомпонентні покриття: алітувальні [42–44], цементувальні [45–48], азотувальні [49] та багатокомпонентні [50–52].

Враховуючи, що за традиційного ХТО найбільш позитивні ре-

зультати (твердість і глибина зміцненого шару) за азотування забезпечують високолеговані та високовартісні криці, до складу яких входить Алюміній (38Х2МЮА, 38ХМЮА, 38Х2ЮА, 38ХВФЮ, 38Х2Ю, 38Х2Ю), для ЕІЛ із застосуванням СТНС можна використовувати менш дорогі вуглецеві та хромисті криці (40, 45, 50, 40Х та ін.), попередньо леговані методом ЕІЛ АІ.

Таким чином, використовуючи нанесення на зміцнювану поверхню СТНС, що містять азотовмісні компоненти, можна проводити азотування поверхонь деталей із криці, а попереднє ЕІЛ оброблюваної поверхні Алюмінієм може бути корисним для підвищення параметрів якості їхнього поверхневого шару [52].

Аналіза робіт стосовно азотування, нітроцементзації та цементзації поверхонь із криці методом ЕІЛ як компактними електродами-інструментами, так і з застосуванням СТНС показала, що параметри якості сформованих поверхневих шарів досліджували переважно залежно від основного параметра роботи обладнання — енергії розряду W_p . Водночас величина продуктивності оброблення Q , тобто кількість 100%-обробленої площі в одиницю часу [$\text{см}^2/\text{хв.}$], приймалася згідно з рекомендаціями табл. 1. Також відомо, що для більшості матеріалів товщина сформованого на катоді (деталі) шару обмежена.

В роботі [53] стверджується, що в процесі ЕІЛ з часом уповільнюється та припиняється осадження матеріалу аноди, а не ерозія та його викид. Це пов'язують з утворенням оксидів і нітридів у поверхневому шарі, які перешкоджають взаємочині порцій матеріалу аноди, які знову надходять на катоду, з раніше нанесеними та призводять до окрихчування та руйнування сформованого шару.

Як наслідок вичерпання енергоємності металу за багаторазової деформації в контакті з поверхнево-активним розтопом, динаміка формування поверхневих шарів характеризується тим, що інтенсивність перенесення є максимальною в перші хвилини процесу; далі вона зменшується і зрештою, при певних значеннях W_p перенесення змінюється ерозією вже нанесеного шару, а приріст стає негативним.

Слід відмітити, що наявність між анодою та катодою СТНС переважно в пастоподібному (рідкому) стані приводить до зміни величини електроіскрового розряду, і процес масоперенесення значно відрізняється від традиційного.

ТАБЛИЦЯ 1. Залежність продуктивності ЕІЛ від енергії розряду.

TABLE 1. Dependence of ESA productivity on energy discharge.

Енергія розряду W_p , Дж	0,52	1,3	2,6	4,6	6,8
Продуктивність, $\text{см}^2/\text{хв.}$	1,0–1,3	1,3–1,5	1,5–2,0	2,0–2,5	2,5–3,0

Фізико-хемічна природа структуроутворення поверхневого шару за ЕІЛ зумовлює великі труднощі вибору технологічних параметрів процесу. Тому є наукова та практична доцільність у проведенні досліджень впливу продуктивності ЕІЛ в більшому діапазоні на параметри якості сформованого поверхневого шару за використання компактних електрод-інструментів із застосуванням СТНС.

Таким чином, метою даної роботи є підвищення експлуатаційних показників деталей із криці шляхом удосконалення технології азотування поверхонь із криці методом ЕІЛ з використанням СТНС за рахунок дослідження впливу на параметри якості поверхневих шарів трудомісткості процесу.

2. МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ

Щоб оцінити вплив продуктивності на параметри якості одержаних покриттів, нами в подальших дослідженнях використовувалася продуктивність приблизно у два, три та чотири рази менша, тобто час оброблення τ одиниці площі (трудомісткість процесу ЕІЛ) збільшувався у два, три та чотири рази (табл. 2).

Враховуючи [52], кращі результати визначено за ЕІЛ алюмінійовою електродою-інструментом і з $W_p = 3,40$ Дж; тому в подальших дослідженнях використовували зазначений режим оброблення.

Процес азотування методом ЕІЛ проводили наступним чином. Спочатку поверхню зразків із криць 20 і 40 розміром $15 \times 15 \times 8$ мм легували Алюмінієм на установці ЕІЛ моделю «Елітрон-52А» із енергією розряду $W_p = 3,40$ Дж за допомогою електроди-інструменту з алюмінійового дроту $\varnothing 3,0$ мм марки АД згідно з ГОСТ 14838-78. Потім на леговану Алюмінієм поверхню наносили СТНС у вигляді пастоподібної суміші, приготовленої замішуванням $\cong 90\%$ порошку сечовини у вазеліні (10%), і, не чекаючи висихання, проводили ЕІЛ електродою-інструментом із криць 20 і 40 відповідно для зразків з ідентичних матеріалів із $W_p = 0,13, 0,52$ й $3,40$

ТАБЛИЦЯ 2. Залежність продуктивності ЕІЛ від енергії розряду.

TABLE 2. Dependence of ESA productivity on energy discharge.

Енергія розряду W_p , Дж		0,13	0,52	3,4
Продуктивність Q , см ² /хв.	перший варіант	$\cong 0,3$	$\cong 0,6$	$\cong 1,0$
	другий варіант	$\cong 0,2$	$\cong 0,3$	$\cong 0,5$
	третій варіант	$\cong 0,1$	$\cong 0,2$	$\cong 0,3$
Трудомісткість τ , хв./см ²	перший варіант	$\cong 3,3$	$\cong 1,7$	$\cong 1,0$
	другий варіант	$\cong 5,0$	$\cong 3,3$	$\cong 2,0$
	третій варіант	$\cong 10,0$	$\cong 5,0$	$\cong 3,3$

Дж і продуктивністю згідно з табл. 2.

Для проведення металографічних досліджень підготовлених зразків використовували оптичний мікроскоп «Неофот-2», за допомо-

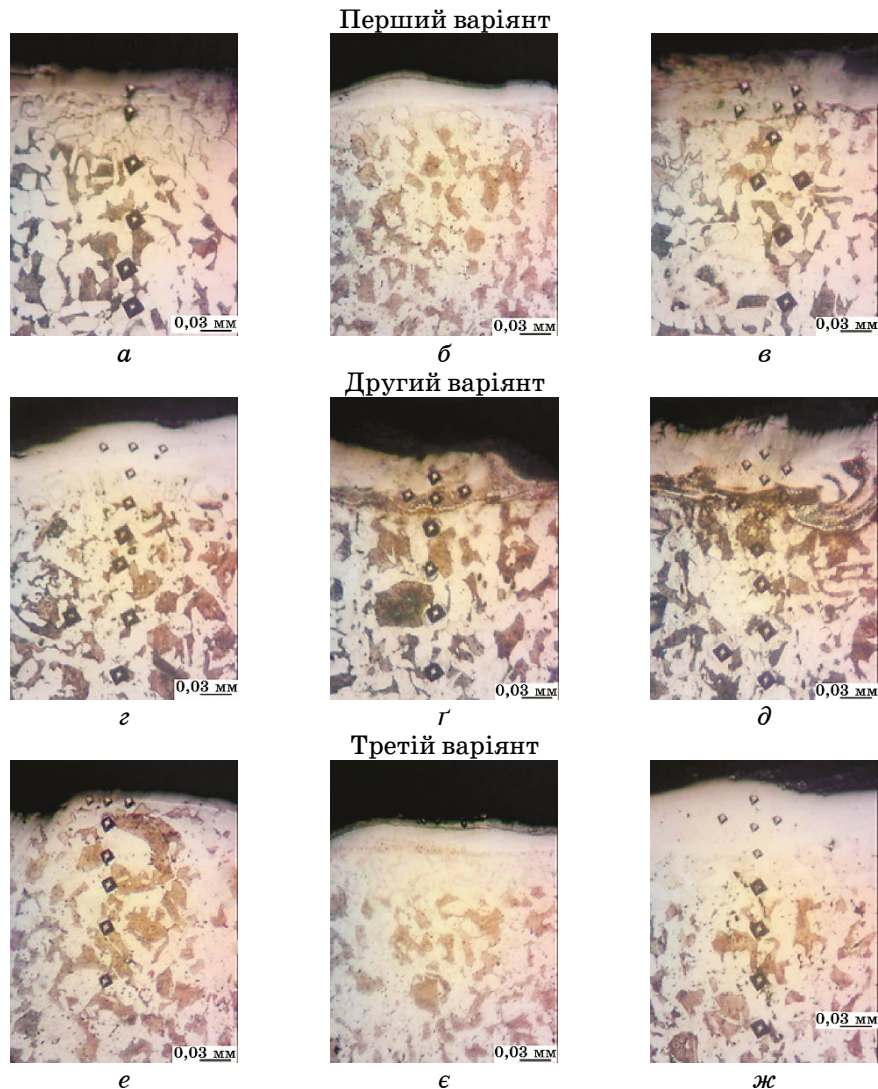


Рис. 1. Мікроструктури поверхневого шару зразка криці 20 після азотування методом ЕІЛ з $W_p = 0,13, 0,52$ й $3,40$ Дж і продуктивністю згідно з першим, другим і третім варіантами відповідно до табл. 2.

Fig. 1. Microstructures of the surface layer of steel 20 sample after nitriding by the ESA method with $W_p = 0.13, 0.52$ and 3.40 J and productivity, according to the first, second, and third variants according to the Table 2.

гою якого оцінювали якість шару, його суцільність, товщину та будову зон підшару — дифузійної зони та зони термічного впливу.

Також проводили дюрометричну аналізу розподілу мікротвердості в поверхневому шарі та по глибині шліфу від поверхні.

Мірювання мікротвердості проводили на мікротвердомірі ПМТ-3 вдавлюванням алмазної піраміди під навантаженням у 0,05 Н згідно з ГОСТ 9450-76.

На всіх етапах оброблення вимірювали шерсткість поверхні на приладі профілограф-профілометр мод. 201 заводу «Калібр». Результати фіксували за допомогою спеціальної приставки.

3. РЕЗУЛЬТАТИ ДОСЛІДЖЕННЯ

На рисунку 1 показано мікроструктури поверхневого шару зразка криці 20 після азотування методом ЕІЛ з $W_p = 0,13, 0,52$ й $3,40$ Дж і продуктивністю згідно з першим, другим і третім варіантами відповідно до табл. 2.

Мікроструктурна аналіза показала, що покриття за усіх трьох варіантів (див. табл. 2) складається з трьох ділянок — «білого шару», дифузійної зони й основного металу. Водночас за використання кожного з варіантів зі збільшенням енергії розряду збільшуються товщини «білого» шару та дифузійної (перехідної) зони.

ТАБЛИЦЯ 3. Результати дюрометричної аналізу поверхневих шарів криці 20.

TABLE 3. Results of durometric analysis of surface layers of steel 20.

Енергія розряду, Дж	Розподіл мікротвердості H_n у поверхневому шарі по мірі поглиблення із кроком мірювання у 30 мкм										
	30	60	90	120	150	180	210	240	270	300	340
Криця 20											
Перший варіант											
0,13	6490	5650	4800	2750	2100	1700	1700				
0,52	9530	8850	8300	7450	5750	3200	2200	1700	1700		
3,4	9870	9250	8560	7950	6850	5520	3160	2500	2100	1700	1700
Другий варіант											
0,13	6540	5930	5350	4530	2720	2000	1700	1700			
0,52	9890	9130	8540	7530	5910	4500	3400	2300	1700	1700	
3,4	9910	9340	8790	7980	6420	5150	3650	2450	1950	1700	1700
Третій варіант											
0,13	6560	5590	4810	3940	2710	1700	1700				
0,52	9900	9350	8670	7650	6220	4650	3460	2460	2120	1700	1700
3,4	9920	9550	8650	7550	6520	5250	3740	2950	2240	1700	1700

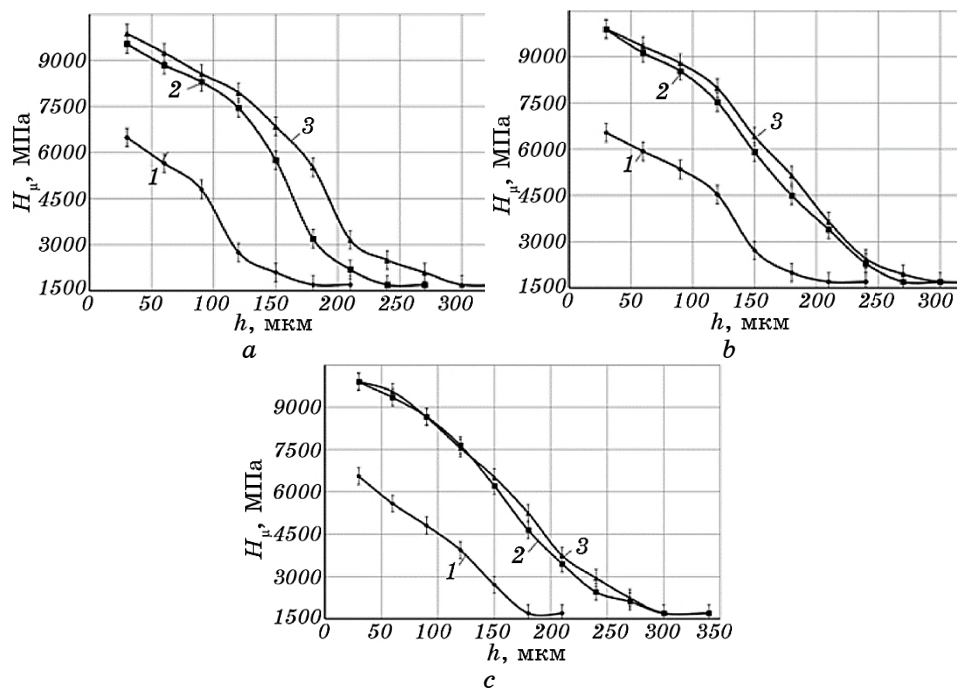


Рис. 2. Розподіл мікротвердості по глибині шару поверхні зразка криці 20 після азотування методом ЕІЛ, де *a*, *б*, *в* — перший, другий і третій варіанти зміни продуктивності відповідно. На графіку: 1, 2 і 3 — ЕІЛ за енергій розряду $W_p = 0,13, 0,52$ і $3,4$ Дж відповідно.

Fig. 2. Distribution of microhardness along the depth of the surface layer of steel 20 sample after nitriding by the ESA method, where *a*, *б*, *в* are the first, second, and third variants of changing productivity, respectively. In the graph: 1, 2, and 3—ESA at discharge energies $W_p = 0.13, 0.52$, and 3.4 J, respectively.

Крім цього, зі зменшенням продуктивності ЕІЛ збільшуються мікротвердість, шерсткість і суцільність поверхні.

У таблиці 3 та на рис. 2 представлено розподіл мікротвердості по мірі віддалення від поверхні вглиб криці 20 згідно з рис. 1.

Результати мірвання товщини, мікротвердості та суцільності «білого шару», а й величини шерсткості поверхні зразків з криці 20 після азотування методом ЕІЛ з використанням СТНС зведено до табл. 4.

На рисунках 3–6 показано залежності товщини зміцненого шару (*a*) і мікротвердості (*б*) «білого» шару від енергії розряду та трудомісткості за азотування методом ЕІЛ криці 20 для наявної технології (рис. 3) і першого (рис. 4), другого (рис. 5) та третього (рис. 6) варіантів оброблення.

ТАБЛИЦЯ 4. Параметри якості азотованих шарів, одержаних методом ЕІЛ, на зразках із криці 20.**TABLE 4.** Parameters of the quality of nitrided layers obtained by the ESA method on steel 20 samples.

Енергія розряду, Дж	Продуктивність Q , $\text{см}^2/\text{хв.}$	Трудомісткість τ , $\text{хв.}/\text{см}^2$	Товщина зміцненого шару, мкм	Мікротвердість, МПа		Шерсткість Ra , мкм	Суцільність «білого» шару, %
				«білого» шару	перехідної зони		
Наявна технологія							
0,13	0,6	1,7	150,0	6350	4350	1,1	70
0,52	1,2	0,8	160,0	9421	4550	1,5	80
3,40	2,0	0,5	225,0	9721	4870	6,5	90
Перший варіант							
0,13	0,3	3,3	165,0	6490	4750	1,0	80
0,52	0,6	1,7	175,0	9530	5750	1,6	90
3,40	1,0	1,0	240,0	9870	6850	6,4	95
Другий варіант							
0,13	0,2	5,0	172,5	6540	4810	1,1	100
0,52	0,3	3,3	185,0	9890	5910	1,5	100
3,40	0,5	2,0	250,0	9910	6420	6,3	100
Третій варіант							
0,13	0,1	10,0	177,5	6560	5350	1,0	100
0,52	0,2	5,0	190,0	9900	6220	1,4	100
3,40	0,3	3,3	255,0	9920	6520	6,2	100

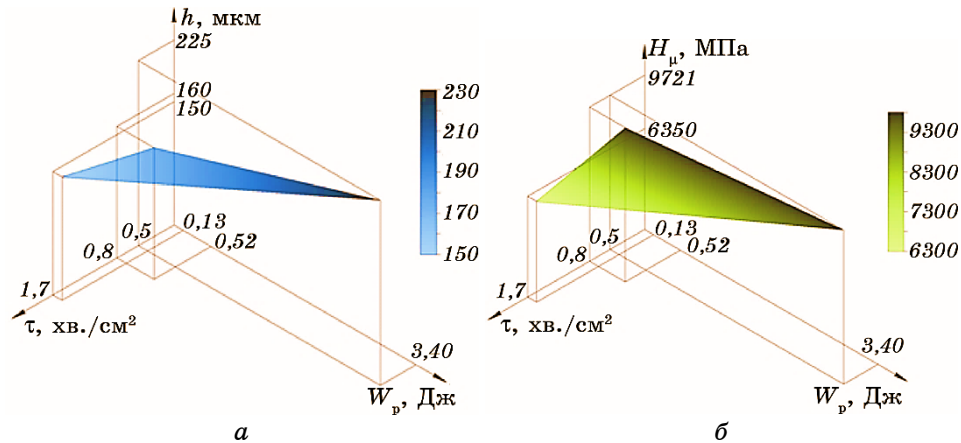


Рис. 3. Залежності товщини зміцненого шару (а) та мікротвердості (б) «білого» шару від енергії розряду й трудомісткості за азотування методом ЕІЛ криці 20 за наявною технологією.

Fig. 3. Dependences of the thickness of the strengthened layer (a) and the microhardness (b) of the 'white' layer on the discharge energy and labour intensity during nitriding by the ESA method of steel 20 for the available technology.

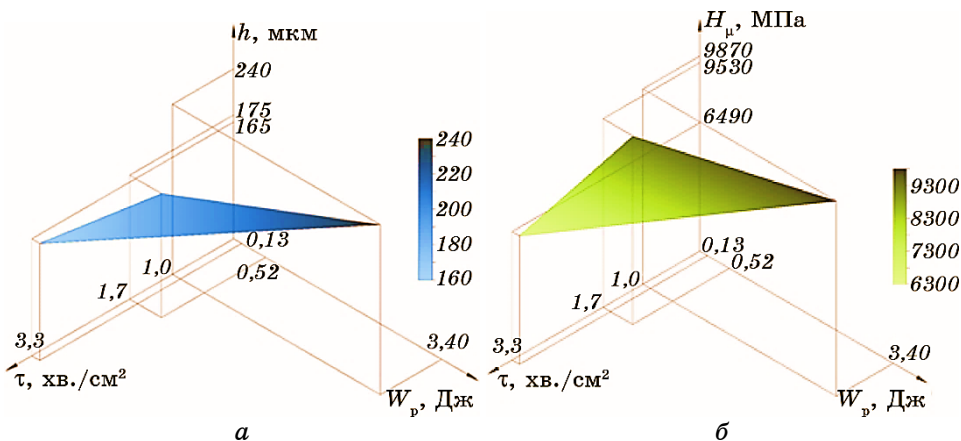


Рис. 4. Залежності товщини зміцненого шару (а) та мікротвердості (б) «білого» шару від енергії розряду й трудомісткості за азотування методом ЕІЛ криці 20 за першим варіантом оброблення.

Fig. 4. Dependences of the thickness of the strengthened layer (a) and the microhardness (b) of the 'white' layer on the discharge energy and labour intensity during nitriding by the ESA method of steel 20 for the 1st processing variant.

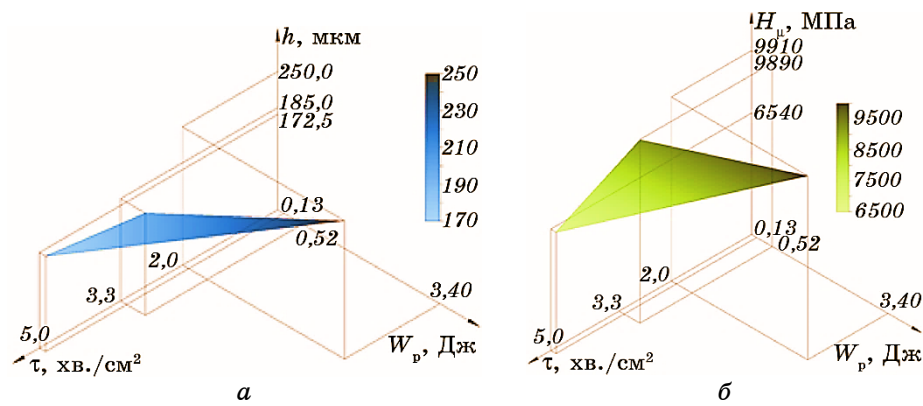


Рис. 5. Залежності товщини зміцненого шару (а) та мікротвердості (б) «білого» шару від енергії розряду й трудомісткості за азотування методом ЕІЛ криці 20 за другим варіантом оброблення.

Fig. 5. Dependences of the thickness of the strengthened layer (a) and the microhardness (б) of the 'white' layer on the discharge energy and labour intensity during nitriding by the ESA method of steel 20 for the 2nd processing variant.

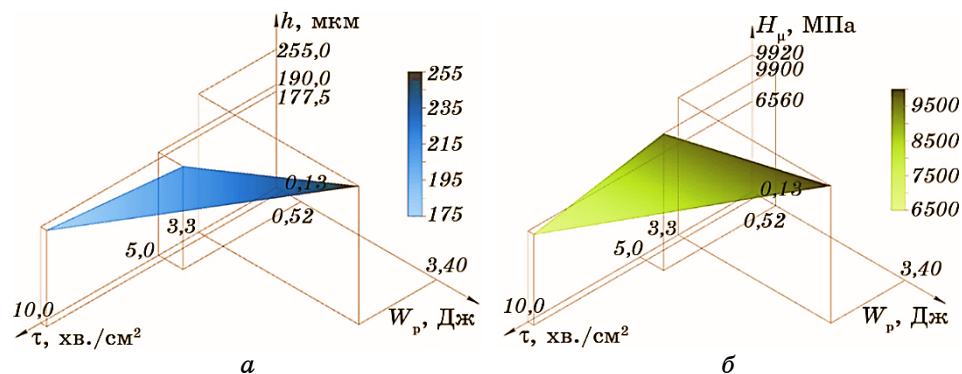


Рис. 6. Залежності товщини зміцненого шару (а) та мікротвердості (б) «білого» шару від енергії розряду й трудомісткості за азотування методом ЕІЛ криці 20 за третім варіантом оброблення.

Fig. 6. Dependences of the thickness of the strengthened layer (a) and the microhardness (б) of the 'white' layer on the discharge energy and labour intensity during nitriding by the ESA method of steel 20 for the 3rd processing variant.

На рисунку 7 показано мікроструктури поверхневого шару зраз-

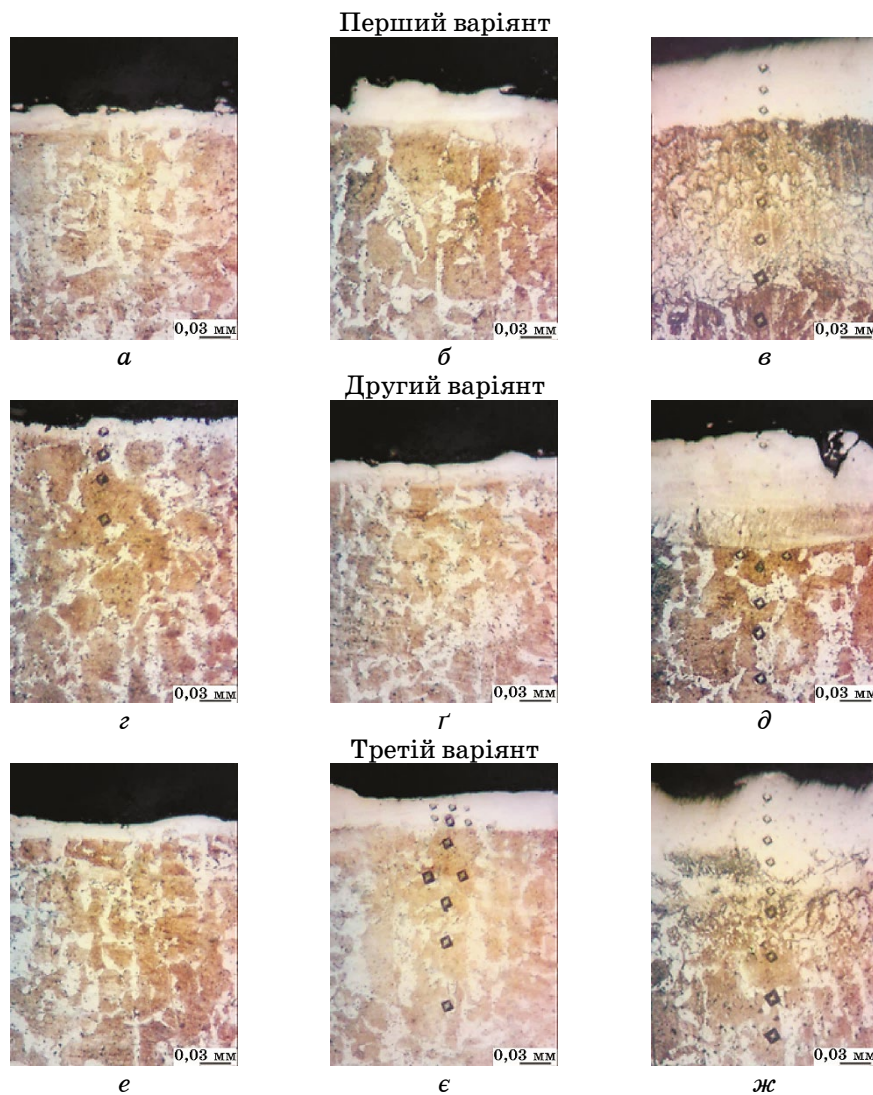


Рис. 7. Мікроструктури азотованого поверхневого шару зразків криці 40 за ЕІЛ електродою-інструментом із криці 40 з енергіями розряду: $W_p = 0,13$ (а, б, в), $W_p = 0,52$ (г, д, е) і $W_p = 3,40$ Дж (ж, з, и) та трудомісткістю згідно з табл. 2.

Fig. 7. Microstructures of the nitrided surface layer of samples of steel 40 during ESA with an electrode instrument made of steel 40 at discharge energies: $W_p = 0.13$ (a, б, в), $W_p = 0.52$ (г, д, е) and $W_p = 3.40$ J (ж, з, и) and labour intensity, according to the Table 2.

ка криці 40 після азотування методом ЕІЛ за продуктивності згідно з першим, другим і третім варіантами відповідно до табл. 2.

Аналіза мікроструктур показала, що, як і на рис. 1, поверхневий шар за усіх трьох варіантів (див. табл. 2) складається з трьох ділянок — «білого шару», дифузійної зони й основного металу.

Також, як і для криці 20, по кожному з варіантів зі збільшенням енергії розряду збільшуються товщини «білого» шару та дифузійної (перехідної) зони.

Крім цього, зі зменшенням продуктивності ЕІЛ (збільшенням трудомісткості) зростають значення мікротвердості, шерсткості та суцільності поверхні.

В таблиці 5 і на рис. 8 представлено розподіл мікротвердості в поверхневому шарі криці 40 згідно з рис. 7.

Результати мірювання товщини, мікротвердості та суцільності «білого шару», а також величини шерсткості поверхні зразків з криці 40 після азотування методом ЕІЛ зведено до табл. 6.

На рисунках 9–12 показано залежності товщини зміцненого шару (а) та мікротвердості (б) «білого» шару від енергії розряду та трудомісткості за азотування методом ЕІЛ криці 40 для наявної технології (рис. 9) і першого (рис. 10), другого (рис. 11) і третього (рис. 12) варіантів оброблення.

ТАБЛИЦЯ 5. Результати дюрометричної аналізи поверхневих шарів криці 40, структури яких представлено на рис. 7.

TABLE 5. Results of durometric analysis of the surface layers of steel 40, structures of which are presented in Fig. 7.

Енергія розряду, Дж	Розподіл мікротвердості H_v у поверхневому шарі по мірі поглиблення із кроком мірювання у 30 мкм											
	30	60	90	120	150	180	210	240	270	300	340	390
Перший варіант												
0,13	7100	6540	5860	5250	4520	3800	2790	1900	1700			
0,52	9980	9320	8610	7360	6330	5220	4170	3240	2210	1700	1700	
3,4	10080	9660	9140	8250	7050	5750	4810	3780	2520	2000	1700	1700
Другий варіант												
0,13	7130	6550	5790	5350	4630	4020	2850	2000	1700	1700		
0,52	9990	9230	8450	7350	6500	5500	4300	3250	2230	1700	1700	
3,4	10100	9750	9250	8400	7110	5770	4720	3730	2650	2100	1700	1700
Третій варіант												
0,13	7140	5340	4320	3640	2750	2400	2000	1750	1700			
0,52	10010	9360	8560	7480	6000	5000	4000	3240	2300	1700	1700	
3,4	10110	9790	9050	7900	7010	5600	4560	3850	2800	2300	1700	1700

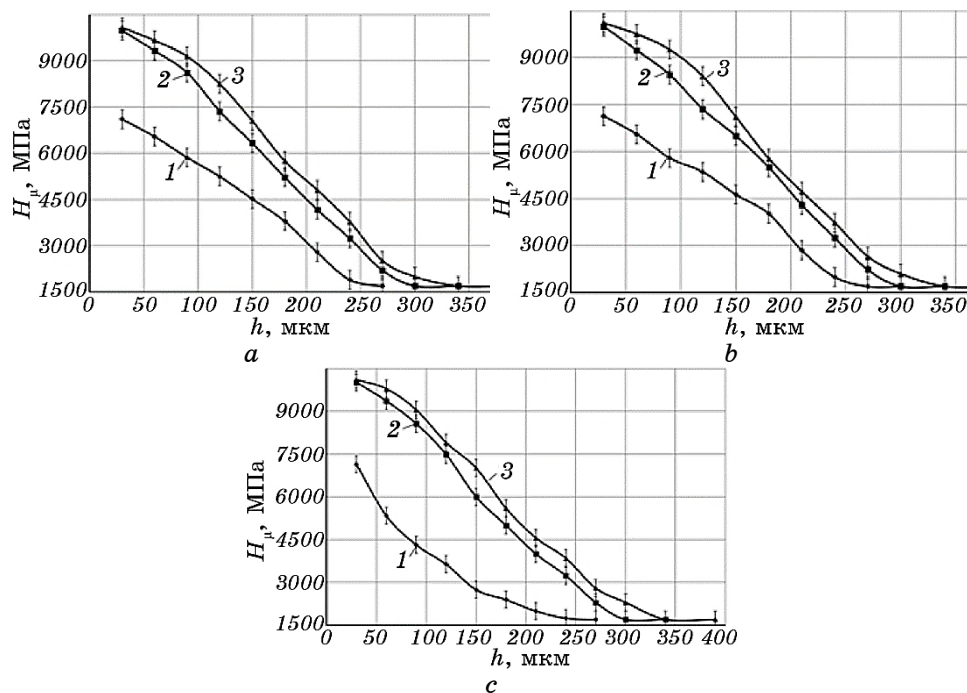


Рис. 8. Розподіл мікротвердості по глибині шару поверхні зразка криці 40 після азотування методом ЕІЛ, де *a*, *б*, *в* — перший, другий і третій варіанти зміни продуктивності процесу ЕІЛ відповідно. На графіку: 1, 2 та 3 — енергія розряду $W_p = 0,13, 0,52$ і $3,4$ Дж відповідно.

Fig. 8. Distribution of microhardness along the depth of the surface layer of steel 40 sample after nitriding by the ESA method, where *a*, *б*, *в* are the first, second, and third variants of changing productivity of the ESA process. In the graph: 1, 2, and 3—ESA at discharge energies $W_p = 0.13, 0.52$, and 3.4 J, respectively.

4. ВИСНОВКИ

В результаті аналізу структури поверхневих шарів після азотування криць 20 і 40 методом ЕІЛ з використанням азотовмісного СТНС встановлено наступне.

1. Зі збільшенням енергії розряду зростають товщини «білого» шару та дифузійної (перехідної) зони, а також збільшується мікротвердість, шерсткість і суцільність поверхні.
2. Зі зменшенням продуктивності ЕІЛ і, відповідно, збільшенням трудомісткості процесу зростають товщини «білого» шару та дифузійної (перехідної) зони; крім цього, збільшуються мікротвердість і суцільність покриття.
3. Із заміною криці 20 на крицю 40 незначно збільшуються товщи-

ни «білого» шару й дифузійної (перехідної) зони та мікротвердість поверхневого шару.

ПОДЯКИ

Результати даної роботи частково було одержано в рамках виконання науково-дослідного проєкту Сумського державного університету «Розробка екологічно безпечних технологій модифікації поверхні деталей обладнання електростанцій комбінованими методами, заснованими на електроіскровому легуванні» за фінансування Міністерством освіти і науки України (державний реєстраційний № 0124U000539).

ТАБЛИЦЯ 6. Параметри якості азотованих шарів, одержаних методом ЕІЛ на зразках зі криці 40.

TABLE 6. Quality parameters of nitrided layers obtained by the ESA method on steel 40 samples.

Енергія розряду, Дж	Продуктивність Q, см²/хв.	Трудомісткість τ, хв./см²	Товщина зміцненого шару, мкм	Мікротвердість, МПа		Шерсткість Ra, мкм	Суцільність «білого» шару, %
				«білого» шару	перехідної зони		
Існуюча технологія							
0,13	1,7	1,7	155	6650	4350	0,9	85
0,52	0,8	0,8	165	9850	4550	1,3	90
3,40	0,5	0,5	230	9910	4870	5,9	95
Перший варіант							
0,13	0,3	3,3	170	7100	4500	1,0	90
0,52	0,6	1,7	180	9980	4570	1,4	95
3,40	1,0	1,0	245	10080	4970	6,1	100
Другий варіант							
0,13	0,2	5,0	180	7130	4540	1,1	100
0,52	0,3	3,3	190	9990	4630	1,4	100
3,40	0,5	2,0	255	10100	4980	6,0	100
Третій варіант							
0,13	0,1	10,0	185	7140	4540	1,0	100
0,52	0,2	5,0	195	10010	4590	1,4	100
3,40	0,3	3,3	260	10110	4920	6,2	100

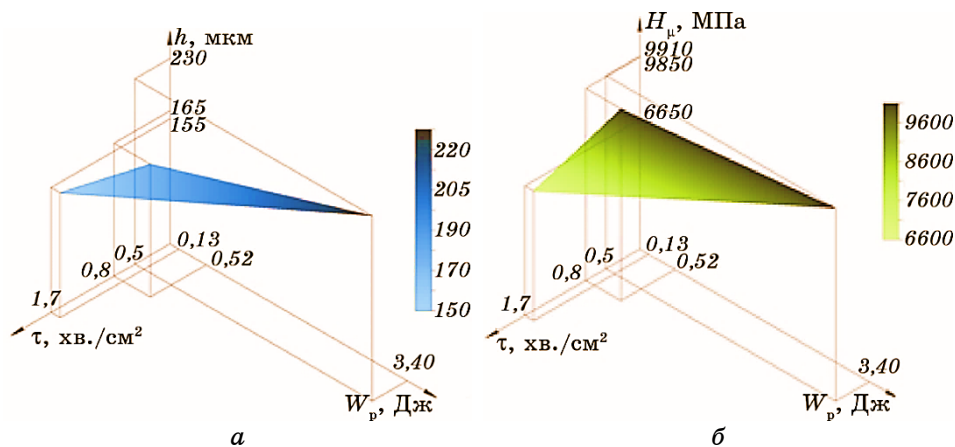


Рис. 9. Залежності товщини зміцненого шару (а) й мікротвердості (б) «білого» шару від енергії розряду та трудомісткості за азотування методом ЕІЛ криці 40 для наявної технології.

Fig. 9. Dependences of the thickness of the strengthened layer (a) and the microhardness (b) of the 'white' layer on the discharge energy and labour intensity during nitriding by the ESA method of steel 40 for the available technology.

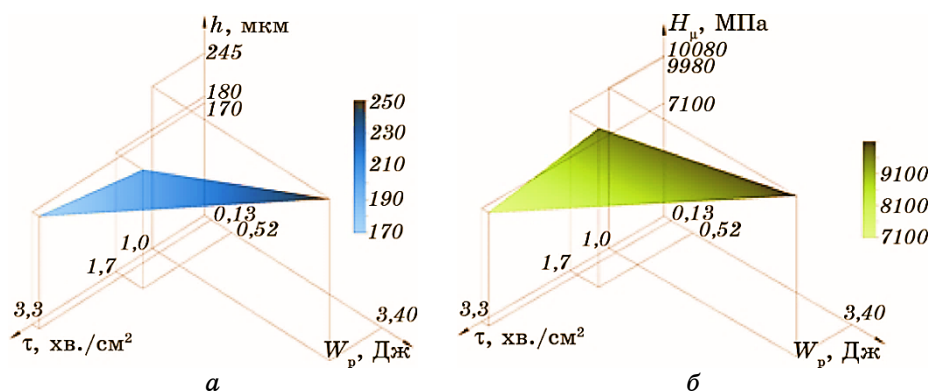


Рис. 10. Залежності товщини зміцненого шару (а) й мікротвердості (б) «білого» шару від енергії розряду та трудомісткості за азотування методом ЕІЛ криці 40 за першим варіантом оброблення.

Fig. 10. Dependences of the thickness of the strengthened layer (a) and the microhardness (b) of the 'white' layer on the discharge energy and labour intensity during nitriding by the ESA method of steel 40 for the 1st processing variant.

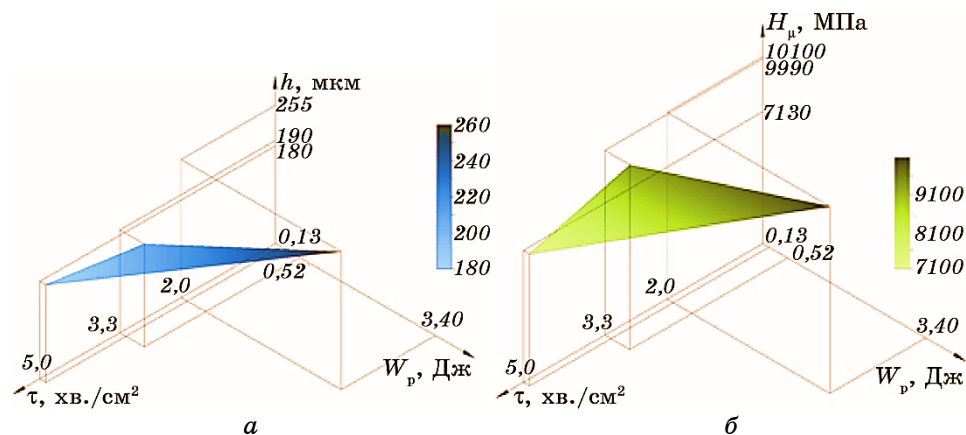


Рис. 11. Залежності товщини зміцненого шару (а) й мікротвердості (б) «білого» шару від енергії розряду та трудомісткості за азотування методом ЕІЛ криці 40 за другим варіантом оброблення.

Fig. 11. Dependences of the thickness of the strengthened layer (a) and the microhardness (б) of the 'white' layer on the discharge energy and labour intensity during nitriding by the ESA method of steel 40 for the 2nd processing variant.

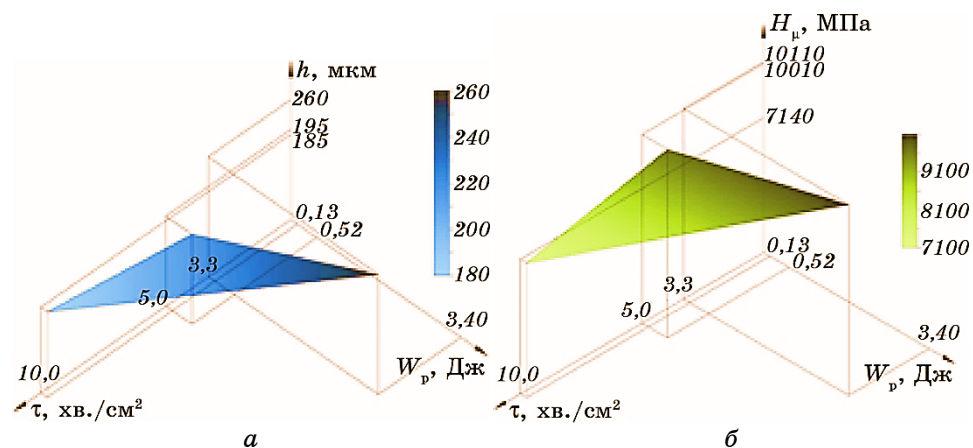


Рис. 12. Залежності товщини зміцненого шару (а) й мікротвердості (б) «білого» шару від енергії розряду та трудомісткості за азотування методом ЕІЛ криці 40 за третім варіантом оброблення.

Fig. 12. Dependences of the thickness of the strengthened layer (a) and the microhardness (б) of the 'white' layer on the discharge energy and labour intensity during nitriding by the ESA method of steel 40 for the 3rd processing variant.

ЦИТОВАНА ЛІТЕРАТУРА—REFERENCES

1. S. Shevchenko, O. Shevchenko, and S. Vynnychuk, *Nuclear and Radiation Safety*, No. 1 (89): 80 (2021).
2. S. Shevchenko and O. Shevchenko, *Nuclear and Radiation Safety*, No. 4 (88): 47 (2020).
3. V. S. Vahrusheva, D. B. Hlushkova, V. M. Volchuk, T. V. Nosova, S. I. Mamhur, N. I. Tsokur, V. A. Bagrov, S. V. Demchenko, Yu. V. Ryzhkov, and V. O. Scrypnikov, *PAST*, No. 4: 137 (2022).
4. B. Antoszewski, S. Tofil, M. Scendo, and W. Tarelnik, *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.*, **233**: 012036 (2017).
5. I. P. Shatskyi, V. V. Perepichka, and L. Ya. Ropyak, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **42**, No. 1: 69 (2020) (in Ukrainian).
6. M. S. Storozhenko, A. P. Umanskii, A. E. Terentiev, and I. M. Zakiev, *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, **56**, Nos. 1–2: 60 (2017).
7. O. Umanskyi, M. Storozhenko, G. Baglyuk, O. Melnyk, V. Brazhevsky, O. Chernyshov, O. Terentiev, Yu. Gubin, O. Kostenko, and I. Martsenyuk, *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, **59**, Nos. 7–8: 434 (2020).
8. M. Bembenek, P. Prysyazhnyuk, T. Shihab, R. Machnik, O. Ivanov, and L. Ropyak, *Materials*, **15**, No. 14: 5074 (2022).
9. B. O. Trembach, M. G. Sukov, V. A. Vynar, I. O. Trembach, V. V. Subbotina, O. Yu. Rebrov, O. M. Rebrova, and V. I. Zakiev, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **44**, No. 4: 493 (2022).
10. L. Ropyak, I. Schuliar, and O. Bohachenko, *Eastern-European J. Enterprise Technol.*, **1**, No. 5: 53 (2016) (in Ukrainian).
11. I. Ivasenko, V. Posuvailo, H. Veselivska, and V. Vynar, *2020 IEEE 15th Int. Conf. on Computer Sci. and Information Technol. (CSIT) (Zbarazh, 2020)*, p. 50.
12. M. Bembenek, M. Makoviichuk, I. Shatskyi, L. Ropyak, I. Pritula, L. Gryn, and V. Belyakovskiy, *Sensors*, **22**, No. 21: 8105 (2022).
13. M. M. Student, V. M. Dovhunyuk, V. M. Posuvailo, I. V. Koval'chuk, and V. M. Hvozdet's'kyi, *Mater. Sci.*, **53**, No. 3: 359 (2017).
14. O. Bazaluk, O. Dubei, L. Ropyak, M. Shovkopliash, T. Pryhorovska, and V. Lozynskiy, *Energies*, **15**, Iss. 1: 83, (2022).
15. S. Pylypaka, T. Volina, A. Nesvidomin, I. Zakharaova, and A. Rebrii, *Advances in Design, Simulation and Manufacturing IV* (Eds. V. Ivanov, I. Pavlenko, O. Liaposhchenko, J. Machado, and M. Edl) (Springer: 2021), p. 156.
16. S. Pylypaka, V. Nesvidomin, T. Volina, L. Sirykh, and L. Ivashyna, *Agricultural Eng.*, **62**, No. 3: 79 (2020).
17. T. Volina, S. Pylypaka, A. Rebrii, O. Pavlenko, and Ya. Kremets, *Advanced Manufacturing Processes II* (Eds. V. Tonkonogyi, V. Ivanov, J. Trojanowska, G. Oborskyi, A. Grabchenko, I. Pavlenko, M. Edl, I. Kuric, and P. Dasic) (Springer: 2021), p. 237.
18. S. Pylypaka, T. Volina, M. Mukvich, G. Efremova, and O. Kozlova, *Advances in Design, Simulation and Manufacturing III* (Eds. V. Ivanov, I. Pavlenko, O. Liaposhchenko, J. Machado, and M. Edl) (Springer: 2020), p. 63.
19. S. Pylypaka, T. Zaharova, O. Zalevska, D. Kozlov, and O. Podliniaieva, *Advanced Manufacturing Processes* (Eds. V. Tonkonogyi, V. Ivanov, J. Trojanowska, G. Oborskyi, M. Edl, I. Kuric, I. Pavlenko, and P. Dasic)

- (Springer: 2020), p. 582.
20. O. D. Pogrebnjak, K. O. Dyadyura, and O. P. Gaponova, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **37**, No. 7: 899 (2015) (in Russian).
 21. V. B. Tarel'nik, V. S. Martsinkovskii, and A. N. Zhukov, *Chem. Petroleum Eng.*, **53**: 266 (2017).
 22. V. B. Tarel'nik, V. S. Martsinkovskii, and A. N. Zhukov, *Chem. Petroleum Eng.*, **53**: 385 (2017).
 23. V. Martsinkovsky, V. Yurko, V. Tarelnik, and Yu. Filonenko, *Proc. Eng.*, **39**: 157 (2012).
 24. V. B. Tarelnyk, O. P. Gaponova, Ye. V. Konoplyanchenko, N. S. Yevtushenko, and V. O. Herasymenko, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **40**, No. 6: 795 (2018) (in Russian).
 25. V. Martsinkovsky, V. Yurko, V. Tarelnik, and Yu. Filonenko, *Proc. Eng.*, **39**: 148 (2012).
 26. V. Tarelnyk, I. Konoplianchenko, N. Tarelnyk, and A. Kozachenko, *Mater. Sci. Forum*, **968**: 131 (2019).
 27. V. A. Tatarenko, T. M. Radchenko, A. Yu. Naumuk, and B. M. Mordiyuk, *Progress in Physics of Metals*, **26**, No. 1: 3 (2025).
 28. D. B. Hlushkova, V. A. Bagrov, S. V. Demchenko, V. M. Volchuk, O. V. Kalinin, and N. E. Kalinina, *PAST*, No. 4: 125 (2022).
 29. A. Zahorulko, C. Kundera, and S. Hudkov, *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.*, **233**: 012039 (2017).
 30. F. A. P. Fernandes, S. C. Heck, R. G. Pereira, A. Lombardi-Neto, G. E. Totten, and L. C. Casteletti, *J. Achievements Mater. Manufacturing Eng.*, **40**: 175 (2010).
 31. S.-H. Yeh, L.-H. Chiu, and H. Chang, *Eng.*, **3**, No. 9: 942 (2011).
 32. S. Ben Slima, *Mater. Sci. Applications*, **3**, No. 9: 640 (2012).
 33. E. J. Lavernia and T. S. Srivastan, *J. Mater. Sci.*, **45**: 287 (2010).
 34. M. Salehi and K. Dehghani, *J. Alloys Compd.*, **457**: 357 (2008).
 35. F. Zupanic, T. Boncina, A. Krizman, W. Grogger, C. Gspan, B. Markoli, and S. Spaic, *J. Alloys Compd.*, **452**: 343 (2008).
 36. M. Brochu, J. G. Portillo, J. Milligan, and D. W. Heard, *Open Surface Sci. J.*, **3**: 105 (2011).
 37. V. V. Bryukhovetsky, V. F. Klepikov, V. V. Lytvynenko, D. E. Myla, V. P. Poyda, A. V. Poyda, V. T. Uvarov, Yu. F. Lonin, and A. G. Ponomarev, *Nuclear Inst. Methods in Phys. Research B*, **499**: 25 (2021).
 38. V. P. Poida, D. E. Pedun, V. V. Bruhovetskii, A. V. Poida, R. V. Sukhov, A. L. Samsonik, and V. V. Litvinenko, *Phys. Metals Metallography*, **114**: 779 (2013).
 39. S. E. Donets, V. F. Klepikov, V. V. Lytvynenko, Yu. F. Lonin, A. G. Ponomarev, O. A. Startsev, and V. T. Uvarov, *PAST*, No. 4: 302 (2015).
 40. V. F. Klepikov, V. V. Lytvynenko, Yu. F. Lonin, A. G. Ponomarev, O. G. Tolstolutskiy, V. V. Uvarov, and V. T. Uvarov, *PAST*, No. 1: 119 (2009).
 41. V. F. Klepikov, E. M. Prokhorenko, V. V. Lytvynenko, A. A. Zakharchenko, and M. A. Hazhmuradov, *PAST*, No. 2: 193 (2015).
 42. O. Gaponova, C. Kundera, G. Kirik, V. Tarelnyk, V. Martsynkovskyy, Ie. Konoplianchenko, M. Dovzhyk, A. Belous, and O. Vasilenko, *Advances in Thin Films, Nanostructured Materials, and Coatings* (Eds. A. D. Pogrebnjak and V. Novosad) (Springer: 2019), p. 249.

43. V. B. Tarelnyk, O. P. Gaponova, N. V. Tarelnyk, and O. M. Myslyvchenko, *Progress in Physics of Metals*, **24**, No. 2: 282 (2023).
44. G. V. Kirik, O. P. Gaponova, V. B. Tarelnyk, O. M. Myslyvchenko, and B. Antoszewski, *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, **56**: 688 (2018).
45. V. Tarelnyk and V. Martsynkovskyy, *Applied Mech. Mater.*, **630**: 397 (2014).
46. V. B. Tarel'nik, E. V. Konoplyanchenko, P. V. Kosenko, and V. S. Martsinkovskii, *Chem. Petroleum Eng.*, **53**: 540 (2017).
47. V. Tarelnyk, V. Martsynkovskyy, O. Gaponova, I. Konoplianchenko, A. Belous, V. Gerasimenko, and M. Zakharov, *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.*, **233**: 012048 (2017).
48. V. B. Tarelnik, A. V. Paustovskii, Yu. G. Tkachenko, V. S. Martsinkovskii, A. V. Belous, E. V. Konoplyanchenko, and O. P. Gaponova, *Surf. Eng. Applied Electrochem.*, **54**, No. 2: 147 (2018).
49. V. B. Tarelnyk, Ie. V. Konoplianchenko, O. P. Gaponova, N. V. Tarelnyk, V. S. Martsynkovskyy, B. O. Sarzhanov, O. A. Sarzhanov, and B. Antoszewski, *Powder Metall. Met. Ceram.*, **58**: 703 (2020).
50. V. Martsynkovskyy, V. Tarelnyk, I. Konoplianchenko, O. Gaponova, and M. Dumanchuk, *Advances in Design, Simulation and Manufacturing II* (Eds. V. Ivanov, J. Trojanowska, J. Machado, O. Liaposhchenko, J. Zajac, I. Pavlenko, M. Edl, and D. Perakovic) (Springer: 2019), p. 216.
51. B. Antoszewski, O. P. Gaponova, V. B. Tarelnyk, O. M. Myslyvchenko, P. Kurp, T. I. Zhylenko, and I. Konoplianchenko, *Materials*, **14**, Iss. 4: 739 (2021).
52. O. P. Gaponova, V. B. Tarelnyk, B. Antoszewski, N. Radek, N. V. Tarelnyk, P. Kurp, O. M. Myslyvchenko, and J. Hoffman, *Materials*, **15**, Iss. 17: 6085 (2022).
53. V. B. Tarelnyk, O. P. Gaponova, V. B. Loboda, E. V. Konoplyanchenko, V. S. Martsinkovskii, Yu. I. Semirnenko, N. V. Tarelnyk, M. A. Mikulina, and B. A. Sarzhanov, *Surf. Eng. Applied Electrochem.*, **57**: 173 (2021).

PACS numbers: 61.72.Ff, 62.20.Qr, 81.10.Fq, 81.30.Fb, 81.40.Cd, 81.40.Jj, 83.60.La

Структура та властивості авіаційного мікролегованого ступу системи Al–Cu, одержаного методом лиття під тиском

А. Ю. Сезоненко*, М. М. Ямшинський**, Є. Г. Биба**,****,
І. В. Лук'яненко**, Я. І. Євич***, Д. С. Леонов*, А. В. Мініцький**,
Р. В. Литвин*,***, М. Ю. Барабаш*,**,****

*Технічний центр НАН України,
вул. Покровська, 13,
04070 Київ, Україна

**Національний технічний університет України
«Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського»,
просп. Берестейський, 37,
03056 Київ, Україна

***Інститут проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАН України,
вул. Омеляна Пріцака, 3,
03142 Київ, Україна

****Інститут газу НАН України,
вул. Дегтярівська, 39,
03113 Київ, Україна

Corresponding author: Maksym Yuriyovych Barabash
E-mail: mbarabash@nasu.kiev.ua

*Technical Centre, N.A.S. of Ukraine,
13 Pokrovs'ka Str., UA-04070 Kyiv, Ukraine

**National Technical University of Ukraine 'Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute',
37 Beresteyskyi Ave., UA-03056 Kyiv, Ukraine

***I. M. Frantsevich Institute for Problems in Materials Science, N.A.S. of Ukraine,
3 Omeljan Pritsak Str., UA-03142 Kyiv, Ukraine

****Gas Institute of N.A.S. of Ukraine,
39, Degtyarivska Str., UA-03113 Kyiv, Ukraine

*****Institute for Applied Control Systems, N.A.S. of Ukraine,
42 Akademician Hlushkov Ave., UA-03187 Kyiv, Ukraine

Citation: A. Yu. Sezonenko, M. M. Yamshinskij, Ye. G. Byba, I. V. Lukianenko, Y. I. Yevych, D. S. Leonov, R. V. Lytvyn, and M. Yu. Barabash, Structure and Properties of an Aviation Microalloyed Alloy of the Al–Cu System Obtained by Injection Moulding, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **47**, No. 10: 1083–1099 (2025) (in Ukrainian). DOI: [10.15407/mfint.47.10.1083](https://doi.org/10.15407/mfint.47.10.1083)

© Publisher PH 'Akademperiodyka' of the NAS of Ukraine, 2025. This is an open access article under the CC BY-ND license (<https://creativecommons.org/licenses/by-nd/4.0>)

*****Інститут прикладних систем управління НАН України,
просп. Академіка Глушкова, 42,
03187 Київ, Україна*

Реалізовано ламінарне заповнення форми розтопом на основі системи Al–Cu з мінімальним формуванням технологічних недосконалостей і дефектів лиття. За допомогою надлишкового тиску під час кристалізації одержано удосконалений високоміцний і жароміцний ливарний стоп АМ4.5Кд (ВАЛ110). Показано, що зона прикладання додаткового тиску на розтоп під час кристалізації істотно впливає на пластичність і твердість матеріалу. Виявлено, що важливою особливістю стопів АМ4.5Кд є наявність у їхній матриці частинок зміцнювальних фаз. Такі фази не взаємодіють з Al-матрицею й утворюються в результаті спеціального термічного оброблення. Основою для реалізації дисперсійного зміцнення такого типу твердих розчинів є їхня мікрогетерогенність усередині зерен α -твердого розчину, що більш ефективно підвищує жароміцність стопу. Повний комплекс легувальних елементів уможливорює створити композити, в яких одночасно реалізується твердорозчинний і дисперсійний механізми зміцнення.

Ключові слова: ливарні стопи алюмінію, легування, механічні властивості, зміцнення, рентгенофазова аналіза.

Laminar filling of the mould with a melt based on the Al–Cu system is successfully implemented, resulting in a minimal formation of technological imperfections and casting defects. By applying an overpressure during solidification, the improved high-strength and heat-resistant casting AM4.5Kd alloy (BAL110) is obtained. As demonstrated, the region of additional pressure applied on the melt during crystallization influences significantly on the plasticity and hardness of the material. As determined, a key feature of the AM4.5Kd alloys is the presence of strengthening phase particles distributed in the matrix. These phases do not interact with the Al matrix and originate from a targeted thermal-treatment process. The base for the dispersion strengthening in such solid solutions is their microheterogeneity within the grains of the α -solid solution, which more effectively enhances the heat resistance of the alloy. The complete set of alloying elements enables the creation of composites, in which the solid solution and dispersion strengthening mechanisms are simultaneously realized.

Key words: cast aluminium alloys, mechanical properties, hardening, x-ray phase analysis.

(Отримано 1 липня 2025 р.; остаточн. варіант — 2 липня 2025 р.)

1. ВСТУП

Алюміній і його стопи завдяки унікальному поєднанню властивостей є одними з найважливіших матеріалів техніки. Використання

алюмінієвих стопів дає змогу ефективно вирішувати глобальні проблеми світової спільноти, пов'язані у першу чергу з екологією й енергозбереженням. Алюмінієві стопи займають особливе положення серед конструкційних матеріалів через унікальне поєднання основних властивостей та експлуатаційних характеристик [1]. Ливарні та деформовані алюмінієві стопи завдяки низькій густині, високій питомій міцності, пластичності та технологічності є перспективними конструкційними матеріалами, які використовуються у авіабудуванні, машинобудуванні та космічній техніці [1–4].

У теперішній час є багато класифікацій стопів алюмінію за технологічними властивостями, здатністю до зміцнення, термічним обробленням і хімічним складом. Систематизація стопів ґрунтується на діаграмах стану алюмінієвих стопів (рис. 1).

Умовно всі стопи алюмінію за технологічними властивостями можна розділити на ливарні, які призначені для виробництва відливок, і деформовані — для виготовлення прокату та поковок [5]. Межа між стопами таких двох груп визначається лімітом насичення твердого розчину за евтектичної температури (точка М на рис. 1). Зміна технологічних властивостей (ливарних і деформованих) у відповідності до діаграми стану свідчить, що стопи з вмістом

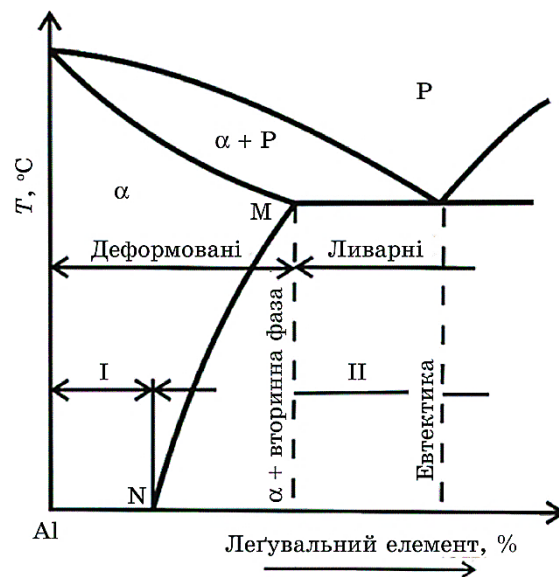


Рис. 1. Діаграма стану стопів алюміній–легувальний елемент: I — стопи, незміцнені термічним обробленням, II — стопи, зміцнені термічним обробленням.

Fig. 1. Phase diagram of aluminium–alloying element alloys: I are alloys not strengthened by heat treatment, II are alloys strengthened by heat treatment.

компонента менше границі розчинності за підвищеної температури мають найбільшу пластичність і найменшу міцність, тобто добре піддаються обробленню тиском. Наявність евтектики у стопів, які знаходяться праворуч від точки М, значно знижує їхню пластичність. Оброблення таких стопів пластичним деформуванням ускладнюється внаслідок можливого руйнування заготовок під час оброблення. Натомість, утворена евтектика забезпечує кращі ливарні властивості. Стопи з концентрацією легувальних елементів нижче границі розчинності (точка N на рис. 1) мають однофазну структуру α -фази і тому не можуть бути термічно зміцнені. Стопи з концентрацією елементів вище точки N зазнають фазових перетворень із виділенням з твердого розчину вторинних фаз і, відповідно, термічно зміцнюються під час гартування та штучного старіння.

Відомо, що для одержання високих фізико-механічних властивостей алюмінієвих стопів за різних температур вміст Купруму у стопах системи Al–Cu має бути близьким до граничної розчинності в алюмінії [6]. Системи Al–Cu, порівняно з силуміном і стопами Al–Mg, мають високий ефект зміцнення за рахунок термічного оброблення, низький коефіцієнт дифузії Купруму в алюмінії. Таким чином забезпечується висока термічна стабільність твердих розчинів і жароміцність, що в значній мірі визначає області застосування високоміцних стопів. Однак, разом із тим, стопи системи Al–Cu мають недоліки, що полягають у порівняно низькій корозійній стійкості та низьких ливарних властивостях.

Важливу роль у стопах таких систем відіграють невеликі добавки перехідних металів (Mn, Ti та Cd). Перехідні метали (ПМ) значно підвищують основні характеристики і є незамінними компонентами для промислових стопів даних систем легування. З таких стопів дуже перспективним є стоп AM4.5Кд (ВАЛ10), який відноситься до системи Al–Cu з добавкою Мангану, Титану та Кадмію. Підвищення механічних властивостей таких стопів може сприяти збільшенню концентрації як основних легувальних елементів, так і ПМ. Проте, такі можливості обмежені за використання традиційних технологій одержання виливків методом неперервного лиття. Значний ефект в області створення високоміцних стопів системи Al–Cu пов'язаний з використанням методу [1] надлишкового тиску під час кристалізації.

Метою даної роботи було дослідження особливостей фазового складу, мікроструктури та фізико-механічних властивостей стопу AM4.5Кд (ВАЛ10), одержаного за умов прикладання надлишкового тиску в процесі кристалізації.

2. МАТЕРІАЛИ ТА МЕТОДИ ЕКСПЕРИМЕНТУ

Для приготування стопу AM4.5Кд (ВАЛ10) використовували на-

ступні вихідні шихтові матеріяли: високочистий алюміній марки А99 (1199 alloy), лігатуру AlCu (50% Cu), лігатуру AlCd, лігатуру AlTiB.

Оскільки механічні властивості високоміцних стопів на основі системи Al–Cu дуже чутливі до шкідливих домішок, використання високоякісних шихтових матеріялів є обов’язковим.

Топлення шихтових матеріялів проводили у керамічному тиглі марки BU 50 Stabil (Noltina/Morgam, Germany) місткістю у 50 кг за алюмінієм.

В роботі було використано піч електроопору, що дало змогу точно підтримувати задану температуру на всіх етапах топлення та технологічного оброблення розтопу перед литтям. Також це уможливило одержати мінімальне газонасичення розтопу.

Дослідження атомово-кристалічної структури стопів Al–Cu здійснено методом Рентгенової дифрактометрії [7] на Рентгеновому дифрактометрі Ultima-IV виробництва Rigaku, Японія (Національний технічний університет України «Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського», Київ). Зйомку полікристалічного матеріялу проводили в паралельному пучку монохроматичного (характеристичного) випромінення з мідної аноди (довжина хвилі для $\text{CuK}_\alpha = 1,54051 \text{ \AA}$). Ідентифікацію піків на дифрактограмах проводили за допомогою програмного комплексу ICDD PDF-2 та PDF-4.

Хемічну аналізу стопів проводили за допомогою рентгенофлюоресцентної аналізи на приладі Expert 3L. Встановлено, що стопи належать до марки АМ4.5Кд (ВАЛ10-ДСТУ 2839) (табл. 1).

Фізико-механічні властивості стопів на розтяг здійснювали на універсальній машині УТМ-100 з автоматичним записом діяграми навантаження за швидкості розтягу у $10^{-3} \text{ мм} \cdot \text{с}^{-1}$, використовуючи циліндричні зразки, діаметер робочої частини яких складав 3 мм, а робоча довжина — 40 мм. Механічні випробування зразків легованих стопів проводили за кімнатної температури. За результатами випробувань визначали границі плинності $\sigma_{0.2}$ та міцності σ_b , рівномірне подовження δ_p і відносне звуження ψ .

Дослідження структури та характеру руйнування стопів проводили методами світлової (AM-Scope FMA050) і сканувальної (СЕМ; JSM-6490LV (JEOL, Японія)) мікроскопій, оснащених приставкою для енергодисперсійної мікроаналізи. Для обробки даних і кількіс-

ТАБЛИЦЯ 1. Хемічний склад стопу АМ4.5Кд (ВАЛ10).

TABLE 1. Chemical composition of the АМ4.5Кд (ВАЛ10) alloy.

Марка стопу	Легувальний елемент, % мас. частки							Домішки	
	Al, %	Cu, %	Mn, %	Ti, %	Cd, %	Fe, %	Zn, %	Zr, %	Cr, %
ВАЛ10 основа	5,250	0,540	0,21–0,25	0,194	0,089	0,009	0,009	0,03	0,02

ної мікроаналізи використовували програмне забезпечення INCA Energy за схемою корекції матричних ефектів ХРР. Такий підхід на основі методу PhiRho-Z забезпечує високу точність обрахунку та точну аналізу елементів у матриці зразка.

Мірювання мікротвердості за Віккерсом проводили за допомогою автоматичного мікроіндентора фірми Leeb Testing Instrument на мікротвердомірі (LHVS-1000Z). Мірювання відбувалося за навантаження у 0,198 Н і витримки упродовж 10 с.

2.1. Особливості технології топлення та підготовки розтопу до лиття

Основні етапи технологічного оброблення розтопу перед литтям склалися з рафінування, дегазації розтопу та введення спеціальної лігатури.

Рафінування розтопу здійснювали за допомогою введення в розтоп спеціального покривально-рафінувального гранульованого флюсу на основі хлоридів, карбонатів і фторидів. Було використано флюс марки Elimoxal KF28/GF (Aluminium Martigny France, Франція) в загальній кількості у 0,2% від маси шихтових матеріалів. Флюс вводили двома етапами для максимальної ефективності рафінування розтопу. На першому етапі флюс вводили разом із шихтовими матеріалами на дзеркало розтопу. На другому етапі після розтоплення всіх шихтових матеріалів флюс вводили під дзеркало розтопу за допомогою спеціального інструменту — занурюваного «дзвіночка». Тривалість рафінування складала 2–3 хв.

Дегазацію розтопу для зменшення вмісту розчиненого в алюмінієвому розтопі Гідрогену проводили введенням спеціального таблетованого флюсу марки Desydral N71P (Aluminium Martigny France, Франція) в кількості у 0,1% від маси розтопу. Таблетований флюс вводили в розтоп за допомогою занурюваного «дзвіночка». За хемічною реакцією виділявся чистий Нітроген та відбувався процес барботації розтопу. Тривалість дегазації складала 3 хв.

Введення лігатури проводили з метою подрібнення зерен матеріалу виливка для гомогенізації структури та підвищення механічних характеристик. У теперішній час одним із найбільш ефективних способів зменшення розміру зерен є введення у розтоп лігатури AlTiB (5% Ti, 1% B, решта — Al). Використовували лігатуру AlTiB (KBM Master Alloys B.V., Нідерланди) у формі стрижнів діаметром у 9,5 мм кількістю у 0,1% від маси розтопу. Формування додаткових центрів кристалізації в розтопі відбувалося вже на 2-й хв. після введення лігатури.

Після проведення всіх вищезазначених технологічних операцій і видалення шлаку з поверхні розтопу відбувався процес лиття. Для цього використовували металеву форму (кокіль), покриту антипригарним покриттям Vernifond (Fondermat, Італія).

2.2. Особливості технології одержання виливок

Стоп марки АМ4.5Кд (ВАЛ10) має високі механічні властивості (високу міцність і високу пластичність); тому він широко застосовується для виробництва високонавантажених частин літаків, безпілотних літальних апаратів і ракет. Водночас, стопи цієї групи мають недоліки: низькі ливарні властивості (низьку плинність розтопу, схильність до ліквацій і т. ін.); схильність до утворення «гарячих» тріщин через значну усадку розтопу під час кристалізації.

Для вирішення задачі одержання литих виробів з мінімальними технологічними дефектами та з найліпшим комплексом механічних властивостей було розроблено та використано технологію лиття зі стопу АМ4.5Кд (ВАЛ10) у форму з криці (кокіль) під надлишковим тиском. Розробниками цієї технології є SA-Foundry sp. z.o.o., Польща й Aerolux, Україна. Розроблена технологія базується на наступних трьох основних елементах (рис. 2).

1. Ламінарне заповнення форми (кокілю) розтопом. Для реалізації ламінарного заповнення форми розтопом використовували кокільну нахильну (поворотну) машину. Нахил форми (кокілю) на кут у 45–90 градусів перед заливанням з наступним повертанням форми у вихідну позицію із заданою постійною швидкістю уможливило забезпечити ламінарне заповнення форми розтопом.

2. Створення умов для неперервного направленої руху фронту кристалізації розтопу. Геометрія, конструктивні особливості обладнання та використання спеціальних теплоізоляційних покриттів уможливили максимально розтягнути час кристалізації розтопу в частині форми (кокілю) — «riser/feeder». Це дало змогу створити постійний градієнт температури в заданому напрямку під час кристалізації виливка та забезпечити постійну присутність рідкої фази під час затвердіння виливка.

3. Створення умов для кристалізації під надлишковим зовнішнім тиском. Технологія лиття під надлишковим тиском порівняно із звичайним литвом дає змогу одержати виливки з мінімальними технологічними дефектами та високою газоцільністю одержаних виливків [1, 2]. Тиск на розтоп складав 49 кПа (0,5 атм), що підтримували постійним упродовж всього часу твердіння виливка. Вектор прикладання тиску збігався з віссю симетрії ливника («runner»).

У результаті застосування вищезазначеної технології лиття було одержано виливок з високими експлуатаційними характеристиками та мінімальною кількістю технологічних дефектів.

2.3. Термічне оброблення виливків

Всі виливки, одержані за технологією, описаною в п. 2.2., піддавали термічному обробленню за режимом T6 (ASTM B917): solution

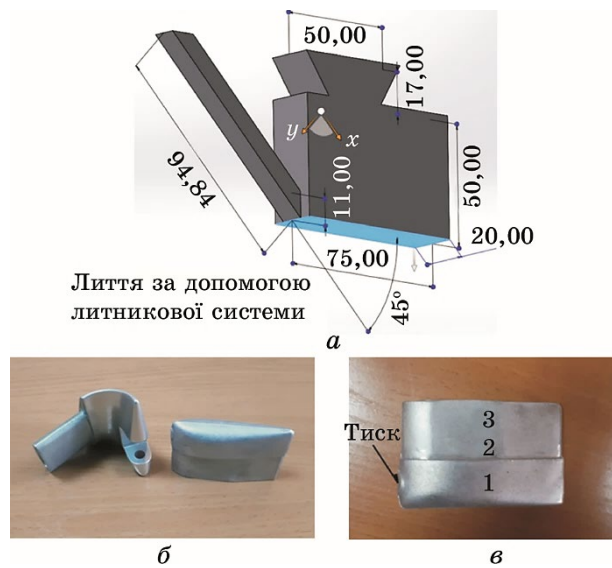


Рис. 2. Конструкційний вигляд серії деталей «прямі та кутові з'єднувальні конструкційні елементи», одержані під час лиття з надлишковим тиском у кокіль: схема ливарної системи (а), прямі та кутові з'єднувальні конструкційні елементи для застосування в легкомоторних літаках і БПЛА для з'єднання високонавантажених вуглепластикових елементів конструкції (б), виливок «прямий з'єднувальний конструкційний елемент» без ливарної системи та після термічного оброблення (в); 1, 2, 3 — зони виливка, з яких вирізали зразки серії 1, 2 і 3.

Fig. 2. Structural view of the series of parts 'straight and angular connecting structural elements' obtained by casting with excess pressure in a chill mould: scheme of the casting system (a), straight and angular connecting structural elements for use in light-engine aircraft and UAVs for connecting highly-loaded carbon-fibre structural elements (b), casting 'straight connecting structural element' without a casting system and after heat treatment (c); 1, 2, 3 are casting zones, from which samples of series 1, 2 and 3 were cut.

heat treatment (SHT) за 530°C , витримка упродовж 3 годин, швидке охолодження в воду, штучне старіння за 165°C , витримка 8 годин.

Після одержання виливка та проведення термічного оброблення з різних частин було вирізано серії зразків 1, 2 та 3 для визначення особливостей їхньої структури та фізико-механічних властивостей. Зразки серії 1 було вирізано максимально близько до вектора прикладання додаткового тиску на розтоп; зразки серії 3 було вирізано на максимально можливій віддалі від вектора прикладання тиску (рис. 2, в); серія 2 — проміжний варіант між вектором прикладання додаткового тиску та зоною «riser/feeder». Таким чином, було обрано серії зразків, які характеризують структурні особливості та

механічні властивості частин виливка, різновіддалених від вектора прикладання тиску.

3. РЕЗУЛЬТАТИ ДОСЛІДЖЕННЯ ТА ЇХ ОБГОВОРЕННЯ

У литих стопів, одержаних за технологією прикладання надлишкового тиску в процесі кристалізації та подальшого термічного оброблення за режимом Т6, було визначено структуру та фазовий склад (рис. 3).

Аналіза мікроструктури модельних зливок стопу АМ4.5Кд (ВАЛ10) підтвердила, що у литому стані структура є дендритною з середнім розміром комірок у 50 мкм; по межах дендритних комірок α -твердого розчину спостерігаються прошарки евтектичних фаз (α -Al + θ -Al₂Cu), Al₃Ti, Al₁₂CuMn₂ ливарного походження, які практично повністю розчиняються у твердому розчині за гомогенізації стопу. Кадмій як поверхнево-активний елемент, ймовірно, розташовується у тонких прошарках між зернами твердого розчину [8].

За результатами рентгенофазової аналізи у складі зразків встановлено наявність фаз алюмінію та Al₂Cu (рис. 3). Інші фази не було ідентифіковано, що може бути наслідком їхнього незначного вмісту або накладання дифракційних максимумів. У процесі гомогенізації відбувається фрагментація фаз, в структурі виявляються стрижні/пластини включення довжиною у 15–20 мкм (рис. 4, а).

Найбільш ефективним шляхом для одержання жароміцних стопів системи Al–Cu є зміцнення шляхом термічного оброблення, що досягається в результаті розпаду твердого розчину з утворенням дисперсних частинок. Зокрема, введення у ґратницю домішкових атомів сприяє уповільненню дифузійних процесів і приводить до

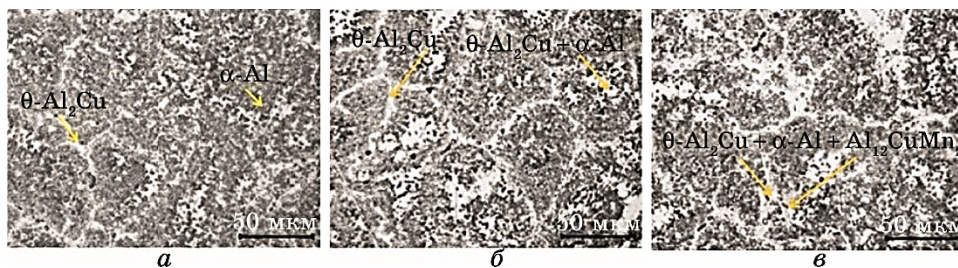


Рис. 3. Мікроструктура литого стопу АМ4.5Кд (ВАЛ10) за умов прикладання надлишкового тиску в процесі кристалізації: зразок 1 (а), зразок 2 (б), зразок 3 (в).

Fig. 3. Microstructure of cast alloy АМ4.5Кд (ВАЛ10) under conditions of applying excess pressure during the crystallization process: sample 1 (а), sample 2 (б), sample 3 (в).

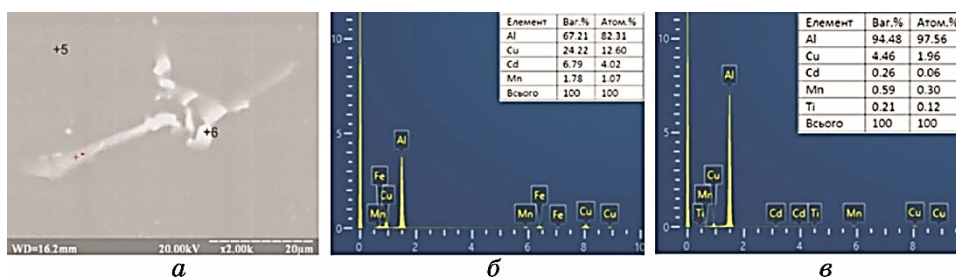


Рис. 4. СЕМ-зображення мікроструктури стопу АМ4.5Кд (ВАЛ10) і EDS-профіль: морфологія фази θ -Al₂Cu і твердого розчину α -Al (а); спектр 6 (б), спектр 5 (в).

Fig. 4. SEM image of the microstructure of the AM4.5Kd (BAL10) alloy and EDS profile: morphology of the θ -Al₂Cu phase and α -Al solid solution (a); spectrum 6 (b), spectrum 5 (c).

розпаду твердого розчину з утворенням частинок більшої дисперсності.

Під час кристалізації із розтопу в алюмінійовому куті системи Al–Cu–Mn у рівновазі з алюмінійовим твердим розчином знаходяться фази Al₂Cu, Al₆Mn і потрійна сполука Т (Al₁₂CuMn₂) [9]. У фазі Al₂Cu розчиняється до 0,1% Mn, а в сполуці Al₆Mn — біля 0,2% Cu. Потрійна фаза Т має область гомогенності у 12,8–19% Cu та 19,8–24% Mn. У межах цієї області гомогенності можливе утворення сполуки Al₁₂CuMn₂ (12,8% Cu, 22,1% Mn) (рис. 3, в). Сполука Al₁₂CuMn₂ має орторомбічну структуру з параметрами $a = 2,411$ нм, $b = 1,251$ нм, $c = 7,71$ нм, а її густина складає 3,59 г/см³. Купрум і Манган зменшують параметер ґратниці алюмінію у відповідності до закону адитивності. Легувальний елемент має сприяти утворенню складних тяжкотопких фаз, які не взаємодіють з твердим розчином за підвищених температур [10]. Тому Манган є додатковим легувальним елементом для алюмінієвих жароміцних стопів. У потрібній системі Al–Cu–Mn розчинність Купруму та Мангану у твердому розчині за температури потрібної евтектики (547,5°C) складає відповідно 5,45% і 0,3%, а за більших концентрацій кристалізується потрібна евтектика $L \leftrightarrow (\alpha\text{-Al} + \theta\text{-Al}_2\text{Cu} + \text{T-Al}_{12}\text{Mn}_2\text{Cu})$. З пониженням температури сумісна рівноважна розчинність Cu та Mn сильно зменшується і за 400°C складає 1,4% і $\approx 0,05\%$ відповідно.

Внаслідок уповільнення перебігу дифузійних процесів у стопі Al–Cu (АМ4.5Кд, ВАЛ10) утворюється пересичений Манганом твердий розчин під час кристалізації. Тому витримка за температури гартування приводить до одночасного перебігу двох конкуруювальних процесів. За першим механізмом відбувається утворення по межах зерен й усередині зерна дрібних частинок фази Т-Al₁₂Mn₂Cu

в результаті розпаду пересиченого Манганом твердого розчину. Присутність дисперсної Т-фази обмежує рух дислокацій і сприяє підвищенню жароміцності матеріялу. Інший механізм забезпечує розчинення розташованої по межах зерен фази θ -Al₂Cu у α -Al-твердому розчині, що понижує крихкість стопу. Така складна поведінка компонентів стабілізує структурно-фазовий стан матеріялу та сприяє збереженню його високих фізико-механічних характеристик після тривалого впливу підвищених температур.

Розподіл легувальних елементів у мікроструктурі досліджували за методом EDS. Енергетичний спектер (EDS) підтвердив, що маленькі світлі виділення являють собою θ -Al₂Cu-фазу (рис. 4). Більша частина Купруму присутня у формі фази θ -Al₂Cu; концентрація Cu в матриці Al є низькою, а Манган майже повністю розчиняється в алюмінієвій матриці. Спостерігається невелика кількість подвійних або потрійних інтерметалідів, багатих на Mn. Більшість виділень фази θ -Al₂Cu мають форму стрижня або пластин і розташовуються у міждендритних областях (рис. 3), збагачених Купрумом через нерівноважну кристалізацію.

Результати стандартних випробувань механічних характеристик стопів наведено в табл. 2. Вид кривих напруження–деформації, рівень механічних характеристик і швидкість деформаційного зміцнення наведено на рис. 5.

Аналіза механічних властивостей свідчить, що зразки 1–3 зі стопу АМ4.5Кд (ВАЛ10) мають достатньо високий рівень міцнісних характеристик ($\sigma_{0,2}$ — до 410 МПа, σ_b — до 486 МПа) [11, 12]. Водночас пластичність зразків 1, 2 складає 3–4,5%, а зразка 3 — 1,7%. Це пов'язане з особливостями кристалізації матеріялу зразка 3 в умовах низького тиску розтопу порівняно зі зразками 1, 2 (рис. 2, в), наслідком чого є утворення товстих прошарків (світло-сірі області на рис. 3) між дендритними комірками з α -твердого розчину алюмінію (темно-сірі області на рис. 3). Ці прошарки містять нерозчинені дисперсні евтектичні фази Al₂Cu, Al₃Ti, Al₁₂CuMn₂, які перешкоджають руху дислокацій і роботі дислокаційного механізму пластичної деформації, що істотно понижує пластичність матеріялу.

У роботах [13, 14] показано, що мікроструктурні особливості та

ТАБЛИЦЯ 2. Механічні властивості стопу АМ4.5Кд (ВАЛ10).

TABLE 2. Mechanical properties of the AM4.5Кd (ВАЛ10) alloy.

Температура — 20°C	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	ϵ_p , %	ψ , %
Зразок 1	397	346	2,83	18,802
Зразок 2	486	410	4,48	15,004
Зразок 3	407	355	1,72	4,347

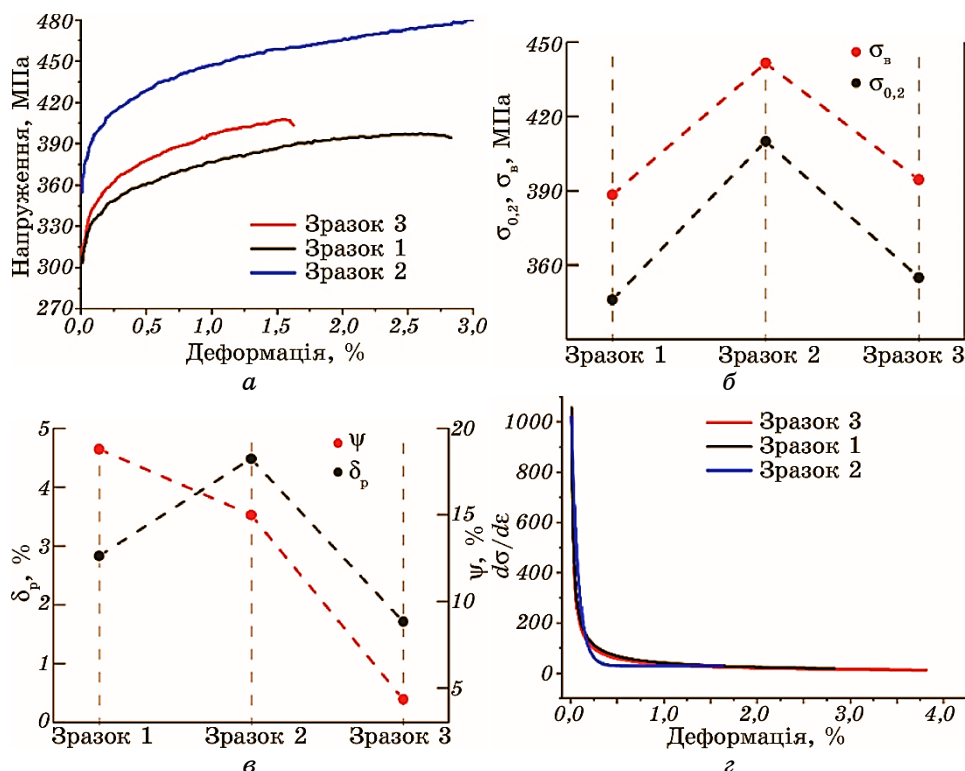


Рис. 5. Фізико-механічні властивості сплаву АМ4.5Кд (ВАЛ10) зразків 1–3: типові криві навантаження напруження–деформація (а), дані стосовно механічних властивостей (б, в), швидкість деформаційного зміцнення (г).

Fig. 5. Physical-mechanical properties of the AM4.5Kd (BAL10) alloy of samples 1–3: typical stress–strain load curves (a), mechanical-properties' data (б, в), strain-hardening rate (г).

механічні властивості зразків алюмінієвих сплавів, вирізаних з різних частин виливка, що кристалізується під надлишковим тиском, істотно відрізняються (границя міцності може відрізнятися для різних зон виливка на 30%). В нашому випадку деяка нерівномірність механічних властивостей є результатом різних умов тепловідведення під час кристалізації для різних зон виливка.

Ключовою особливістю структури АМ4.5Кд (ВАЛ10) є наявність у матриці частинок зміцнювальних фаз. Такі фази не взаємодіють з Al-матрицею й утворюються в результаті спеціального термічного оброблення. Основою для реалізації дисперсійного зміцнення такого типу твердих розчинів є їхня мікрогетерогенність усередині зерен α-твердого розчину, що ефективно підвищує жароміцність сплаву. Повний комплекс легувальних елементів уможливило створити

композити, в яких одночасно реалізується твердорозчинний і дисперсійний механізми зміцнення. Підвищення механічних властивостей стопу АМ4.5Кд (ВАЛ10) за нормальних і високих температур відбувається завдяки легуванню ПМ Манганом, Титаном і Кадмієм [15]. Титан надає модифікувальний вплив, подрібнюючи зерно, й утворює алюмінід Титану $TiAl_3$, який виділяється по межах й усередині зерен і посилює мікрогетерогенність. Манган пришвидшує зміцнення під час старіння та підвищує утворення зон Гініє–Престона (ЗГП), стабілізуючи проміжну фазу Al_2Cu . Якщо вміст Купруму перевищує границю розчинності у твердому стані, Манган взаємодіє із надлишком Купруму, утворюючи потрібну сполуку $Al_{12}Mn_2Cu$. Такий ефект зміцнює стоп і пришвидшує старіння. У стопах з пониженим вмістом Купруму утворення потрібної сполуки зменшує кількість Купруму, що необхідний для зміцнення матриці [15].

В області кімнатних температур, де основним механізмом деформації є дислокаційне ковзання, значення границь плинності для зразків є близькими. Швидкості деформаційного зміцнення зразків 1–3 є приблизно рівними (рис. 5, з). Для дисперснозміцнених стопів взаємочин дислокацій із субструктурою може відбуватися за двома основними механізмами. У випадку твердого розчину з дисперсійним зміцненням це — механізм взаємодії рухливих дислокацій із пружними полями навколо частинок, роль яких не змінюється із збільшенням ступеня деформації. Рівномірна деформація ϵ_p для дисперснозміцненого твердого розчину визначається модифікованим Консидеровим співвідношенням [16]: $\sigma = (1 + m)^{-1}(d\sigma/d\epsilon)$, де m — показник швидкісної чутливості деформувального напруження, який за низьких температур нехтовно малий. За кімнатної температури величина ϵ_p для зразків складає 1,7–4,5%. Стоп руйнується без утворення шийки з причини сильного деформаційного зміцнення; деформація в момент руйнування складає 15–18%.

Інший механізм зміцнення стопу АМ4.5Кд (ВАЛ10) працює за наявності у системі Кадмію [8]. Внаслідок різниці в атомових радіусах Al та Cd (0,143 Å і 0,152 Å відповідно) за розчинення останнього в алюмінії спостерігається деформація кристалічної ґратниці, яка приводить до виникнення напруженого стану кристалічної ґратниці та зміцнення стопу [17]. В роботах [8, 17] встановлено, що міцнісні характеристики зростають із вмістом Cd від 0,06% до 0,28%. Встановлено, що Кадмій змінює характер розпаду твердого розчину під час старіння. Внаслідок цього ефекту відбувається інтенсивніший розпад твердого розчину з випаденням більш дисперсних і щільно розташованих ЗГП та метастабільної фази θ' - Al_2Cu платівчастої форми.

Механізм впливу Кадмію під час нагрівання під гартування полягає в утворенні комплексів Cd- та Cd–Cu-вакансій, у результаті

чого зменшується кількість вільних вакансій, що сприяє ускладненню дифузії атомів під час старіння. Такий ефект має створювати обмеження росту ЗГП та θ' -фази, збільшуючи їхню кількість. Характерною особливістю метастабільних виділень є їхнє взаємно перпендикулярне розташування [8]. Зазначені механізми приводять до істотного росту міцнісних характеристик за нормальних температур.

Фрактографічні дослідження серії зразків 1–3 ґрунтувалися на порівняльній аналізі зламів зразків стопу після випробувань на розтяг за кімнатної температури. Морфологію руйнування показано на рис. 6, *а–в*. Мікроструктура поздовжніх руйнувань містить велику кількість площин розколу лише з кількома неглибокими ямками, що вказує на те, що руйнування є міжкристалітним. Поперечний механізм руйнування складається з площин спайності та ямок. Спостерігаються також відносно великі ямки розгалуженої форми розміром у 10 мкм з елементами в'язко-ямного руйнування. Також у радіальній зоні є елементи в'язкого зламу, для якого характерна наявність ділянок з розвиненим мікрорельєфом (ямками та гребнями), які виникли під час злиття мікропор і порожнеч. Мікрорельєф наведених зон складається з рівновісних ямок розміром у 5–10 мкм, які знаходяться в контакті та формують порівняно однорідну поверхню руйнування. В таких стопах основним видом руйнування є характерний змішаний з переважною долею транскристалітного. Причиною руйнування після термічного оброблення на межі зерен залишається нерозчинена θ - Al_2Cu -фаза. Також Манган у стопах системи Al–Cu має тенденцію концентруватися по межах зерен, а злам носить переважно міжкристалітний характер [18].

Результати мірювання мікротвердості зразків стопу АМ4.5Кд (ВАЛ10) за статичного навантаження наведено у табл. 3.

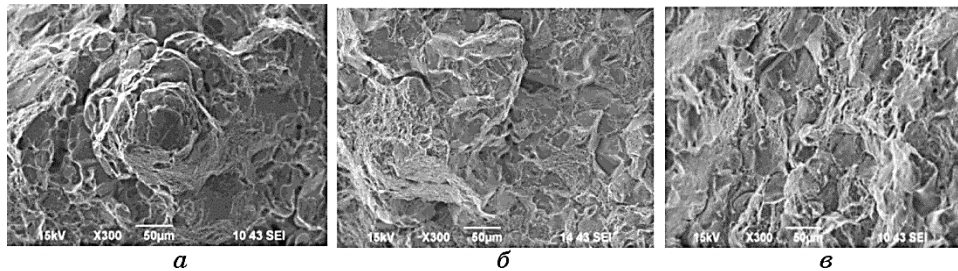


Рис. 6. СЕМ-морфологія поверхні руйнування зразків за кімнатної температури стопу АМ4.5Кд (ВАЛ10): зразок 1 (*а*), зразок 2 (*б*), зразок 3 (*в*).

Fig. 6. SEM morphology of the fracture surface of samples at room temperature of the АМ4.5Кд (ВАЛ10) alloy: sample 1 (*a*), sample 2 (*b*), sample 3 (*c*).

ТАБЛИЦЯ 3. Мікротвердість за Віккерсом стопу АМ4.5Кд (ВАЛ10).**TABLE 3.** Vickers microhardness of alloy АМ4.5Кд (ВАЛ10).

Марка стопу АМ4.5Кд (ВАЛ10)	D_1 , мкм	D_2 , мкм	Мікротвердість H_v , МПа
Зразок 1	35.129	35.757	150
Зразок 2	35.913	35.925	145
Зразок 3	41.089	40.842	110

Визначено, що твердість матеріалу верхньої частини виливка (зразок 3), максимально віддаленої від зони прикладання тиску, значно поступається твердості зразків 1, 2 (табл. 3). Це пояснюється тим, що для кристалізації матеріалу в зоні низького тиску розтопу характерними є утворення дефектів лиття та формування широких міжзеренних меж з високим вмістом евтектичних фаз, зокрема Al_2Cu й $Al_{12}CuMn_2$, що підтверджується результатами металографічної й EDS аналіз. Вплив розташованих по межах зерен α -твердого розчину алюмінію дисперсних евтектичних виділень проявляється у окрихченні та зменшенні твердості зразків серії 3.

Високі значення міцності та мікротвердості зразків серій 1, 2 можна пояснити особливостями механізму деформації. В процесі навантаження стопів цієї системи відбувається релаксація напружень у деформованому шарі з можливістю підвищення пластичності під час розтягу. Швидкість деформування за статичного навантаження може слугувати додатковою діагностичною ознакою для оцінки якості одержаних матеріалів.

4. ВИСНОВКИ

Технологічними та конструкційними засобами реалізовано ламінарне заповнення форми розтопом з метою мінімізації формування технологічних дефектів лиття. За цією технологією одержано відливок зі стопу АМ4.5Кд (ВАЛ10) з високими експлуатаційними параметрами та мінімальною кількістю технологічних дефектів, незважаючи на істотну товщину виливка.

Визначено фазовий склад і мікроструктуру стопу АМ4.5Кд (ВАЛ10), а саме, зразків 1–3, які відрізняються технологічними умовами одержання під час прикладання додаткового тиску на розтоп упродовж лиття. З'ясовано, що зона прикладання додаткового тиску на розтоп під час кристалізації істотно впливає на пластичність і твердість матеріалу. Так, відносні деформація та звуження близьких до цієї зони зразків 1, 2 складає 2,8–4,5% і 15–18% відповідно. В той же час відносні деформація й звуження віддаленого від зони прикладання тиску зразка 3 є значно нижчими та складає

ють 1,7% і 4,3% відповідно. Твердість за Віккерсом зразка 3 складає 110 МПа, що істотно нижче твердості зразків 1, 2 (145–150 МПа). Такий ефект зумовлений особливостями кристалізації стопу АМ4.5Кд (ВАЛ10) у верхній частині виливка з низьким тиском розтопу, для якої характерне формування широких міжзеренних меж із високим вмістом нерозчинених евтектичних фаз Al_2Cu та $\text{Al}_{12}\text{CuMn}_2$. Це створює перешкоди для руху дислокацій під час пластичної деформації, призводить до окрихчення матеріалу та знижує твердість і пластичність стопу.

Визначено, що у зразках 1–3 стопу АМ4.5Кд (ВАЛ10) відбувається характерний змішаний спосіб руйнування з переважною долею транскристалітного. Причиною та джерелом в'язкого руйнування після термічного оброблення на межі зерен залишається нерозчинена $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ -фаза.

Показано, що важливою особливістю стопів АМ4.5Кд (ВАЛ10) є наявність у їхній матриці частинок зміцнювальних фаз. Такі фази не взаємодіють з Al-матрицею й утворюються в результаті спеціального термічного оброблення. Основою для реалізації дисперсійного зміцнення такого типу твердих розчинів є їхня мікрогетерогенність усередині зерен α -твердого розчину, що більш ефективно підвищує жароміцність стопу. Повний комплекс легувальних елементів уможливорює створити композити, в яких одночасно реалізується твердорозчинний і дисперсійний механізми зміцнення.

Роботу виконано в рамках держбюджетної теми № 2805п Національного технічного університету України «Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського» «Розробка надміцного алюмінієвого сплаву з ультрадисперсною структурою для деталей авіаційного призначення, що працюють в екстремальних умовах» (держреєстраційний № 0125U001485).

ЦИТОВАНА ЛІТЕРАТУРА—REFERENCES

1. A. Yu. Sezonenko, M. M. Petryshyn, A. A. Kolesnichenko, R. V. Lytvyn, I. V. Lukianenko, Ie. G. Byba, M. M. Yamshinskij, and M. Yu. Barabash, *Results in Materials*, **21**: 100539 (2024).
2. M. M. Petryshyn, A. Yu. Sezonenko, M. M. Yamshinskij, Ie. G. Byba, I. V. Lukianenko, D. S. Leonov, A. A. Kolesnichenko, R. V. Lytvyn, and M. Yu. Barabash, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **46**, No. 4: 325 (2024).
3. A. B. Shevchenko and M. Yu. Barabash, *Results in Physics*, **13**: 102294 (2019).
4. D. Ivanchenko and M. Yamshinskij, *Int. J. Eng. Research Technol.*, **10**, No. 10: 411 (2021).
5. I. A. Mazkevich and E. B. Khyryna, *Metals and Metalworking Tools: Brief Reference* (Odessa: Studio 'Negotsiant': 2002).
6. I. N. Fridlyander, *Struktura i Svoistva Splavov* [Structure and Properties of Alloys] (Moskva: Metallurgiya: 1979) (in Russian).
7. Ya. S. Umansky, Yu. A. Skakov, A. N. Ivanov, and L. N. Rastorguev, *Kristal-*

- lografiya, Rentgenografiya i Ehlektronnaya Mikroskopiya* [Crystallography, Radiography, and Electron Microscopy] (Moskva: Metallurgiya: 1982) (in Russian).
8. G. B. Stroganov, *Vysokoprochnyye Lityye Alyuminievyye Splavy* [High-Strength Casting Aluminium Alloys] (Moskva: Metallurgiya: 1985) (in Russian).
 9. N. A. Belov, *Izv. Vuzov. Tsvetnaya Metallurgiya*, **1**: 48 (1995) (in Russian).
 10. I. F. Kolobnev, *Zharoprochnost' Litykh Alyuminievyykh Splavov* [Heat Resistance of Cast Aluminium Alloys] (Moskva: GOSNTI on Ferrous and Non-Ferrous Metallurgy: 1964) (in Russian).
 11. A. G. Prigunova, Y. A. Zhydkov, V. D. Babiuk, L. K. Shenevidko, and T. G. Tsir, *Metal Sci. Treatment of Metals*, **28**, No. 3: 3 (2022).
 12. A. G. Prigunova, Y. A. Zhydkov, V. D. Babiuk, A. G. Borisov, and L. K. Shenevidko, *Metal Sci. Treatment of Metals*, **28**, No. 1: 29 (2022).
 13. B. Meurer, D. Haferkamp, and A. Jörg, *Use of Simulation in the Production of Cast Aluminium Wheels* (Solingen: Michelin Kronprinz Werke GmbH: 2002).
 14. H.-R. Zhang, Z.-B. Liu, Z.-Z. Li, G.-W. Li, and H. Zhang, *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, **29**, No. 5: 414 (2016).
 15. A. R. Toleuova, *Bulletin of the N.A.S. of the Republic of Kazakhstan*, **1**: 49 (2011).
 16. V. I. Trefilov, Yu. V. Milman, and S. A. Firstov, *Fizicheskie Osnovy Prochnosti Tugoplavkikh Metallov* [Physical Foundations of the Strength of Refractory Metals] (Kiev: Naukova Dumka: 1975) (in Russian).
 17. G. F. Shemetev, *Aluminium Alloys: Compositions, Properties, Applications. Study Guide for the Course 'Production of Castings from Non-Ferrous Metal Alloys'* (Saint Petersburg: 2012), part I.
 18. L. F. Mondolfo, *Alyuminievyye Splavy: Struktura i Svoistva* [Aluminium Alloys: Structure and Properties] (Moskva: Metallurgiya: 1979) (in Russian).

PACS numbers: 62.20.F-, 81.20.Hy, 81.20.Wk, 81.40.Ef, 81.40.Jj, 81.40.Lm, 83.50.Uv

Evaluation of the Stress–Strain State of the Wire during the Developed Thermomechanical Processing

I. E. Volokitina, E. A. Panin, and T. D. Fedorova

*Karaganda Industrial University,
30 Republic Ave.,
KZ-101400 Temirtau, Republic of Kazakhstan*

This work considers the results of modelling the stress–strain state of the wire in the implementation of a new thermomechanical processing technology, which is a combined process of drawing and continuous cooling in a special chamber using liquid nitrogen. The absence of heating to ambient temperature causes an increase in the level of equivalent stress by 5–10%. An increase in the deformation rate causes a decrease in the stress level due to an increase in deformation heating. The development of cross-sectional strain occurs unevenly, the surface receives a higher level of strain. As the number of passes increases, this difference increases due to the cumulative nature of the equivalent strain.

Key words: modelling, steel, wire, drawing, cryogenic cooling, stress–strain state.

У роботі розглянуто результати моделювання напружено-деформованого стану дроту під час реалізації нової технології термомеханічного оброблення, що являє собою поєднаний процес волочіння та безперервного охолодження у спеціальній камері з використанням рідкого азоту. Відсутність нагрівання до температури навколишнього середовища приводить до збільшення рівня еквівалентних напружень на 5–10%. Збільшення швидкості деформації приводить до пониження рівня напружень за рахунок збільшення деформаційного нагрівання. Розвиток деформації по-

Corresponding author: Irina Yevgenievna Volokitina
E-mail: i.volokitina@alservice.kz

Citation: I. E. Volokitina, E. A. Panin, and T. D. Fedorova, Evaluation of the Stress–Strain State of the Wire during the Developed Thermomechanical Processing, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, 47, No. 10: 1101–1109 (2025). DOI: [10.15407/mfint.47.10.1101](https://doi.org/10.15407/mfint.47.10.1101)

© Publisher PH “Akadempriodyka” of the NAS of Ukraine, 2025. This is an open access article under the CC BY-ND license (<https://creativecommons.org/licenses/by-nd/4.0>)

перечного перерізу відбувається нерівномірно, поверхня отримує більш високий рівень деформації. Зі збільшенням числа проходів ця різниця зростає через кумулятивний характер еквівалентної деформації.

Ключові слова: моделювання, криця, дріт, волочіння, кріогенне охолодження, напружено-деформований стан.

(Received 11 August, 2024; in final version, 1 November, 2024)

1. INTRODUCTION

As the basis for creating a variety of materials, metals have unique properties that directly depend on their internal structure. This dependence is key factor to understanding how to create materials with specified characteristics.

Thanks to the development of technology, it is possible to create materials with unique properties that meet the increasingly complex requirements of modern industry [1–5]. One of the most important ways to increase the strength and wear resistance of metals is to reduce the grain size in their structure. The smaller the grain, the more difficult it is for dislocations to move, which increases the deformation resistance. Therefore, reducing the grain size makes the material more resistant to deformation and destruction; they withstand repeated loads better, and resist corrosion better, which prolongs their service life in aggressive environments [6–8].

Methods of severe plastic deformation (SPD) make it possible to obtain ultrafine-grained and nanomaterials with unique properties [9–15]. Such SPD methods, as high-speed stamping, extrusion and rolling, have a number of advantages, allowing you to obtain materials with unique properties and characteristics. However, along with this, they also have their drawbacks, which must be taken into account when applying them.

One of the key disadvantages is the discreteness of the processes. Unlike traditional processing methods, where deformation occurs continuously, severe deformation methods involve a series of individual pulses or cycles [16–18]. This can lead to an uneven distribution of strain over the workpiece volume, as well as to the occurrence of microcracks and other defects. The heterogeneity of the microstructure may also be related to the peculiarities of the deformation process. Crystal lattice defects such as dislocations, vacancies, and interstitial atoms can form in areas of intense deformation. These defects, in turn, can affect the strength, ductility and fatigue strength of the material.

Another significant disadvantage is the complexity and wear of the tool. The tool used for severe plastic deformation must be made of high-strength and wear-resistant materials capable of withstanding high loads and temperatures. This significantly complicates the manu-

facturing process and increases its cost. In addition, the tool is subject to intense wear and tear, requiring regular replacement or restoration.

In general, methods of severe plastic deformation are a powerful tool for obtaining materials with unique properties. However, it is necessary to carefully analyse all their advantages and disadvantages, as well as optimize the technological process in order to minimize the negative impact of these disadvantages.

Cryogenic cooling is another direction that grinds the microstructure of metal [19–21]. This is an effective method for producing materials with a fine-grained structure and improved mechanical properties. The essence of the method is to cool the material to extremely low temperatures, usually to -196°C (liquid nitrogen temperature), which leads to a significant slowdown in diffusion processes in the metal.

During cryogenic cooling, metal atoms become less mobile, which prevents their rearrangement and the formation of large grains. As a result, the structure of the material becomes more fine-grained, which leads to an increase in its strength, hardness and wear resistance.

The use of cryogenic cooling in combination with thermomechanical treatment makes it possible to achieve results, which are even more impressive. Thermomechanical processing involves a combination of deformation and thermal action, which allows you to control the structure and properties of the material at the micro level. At the same time, cryogenic cooling after thermomechanical treatment makes it possible to ‘freeze’ the structure obtained as a result of deformation. This leads to the preservation of a fine-grained structure and an increase in the strength of the material.

In the case of wire, cryogenic cooling can be used to increase its strength, hardness and wear resistance, which makes it more resistant to bending, stretching and wear. This is especially important in cases where the wire is used in conditions of high loads and aggressive environments. Therefore, we propose to carry out cryogenic cooling of the wire immediately after heating it in the fibre in order to ‘freeze’ the structure obtained as a result of deformation.

It is important to note that cryogenic cooling is a technology that requires special equipment and knowledge. Cryogenic cooling is based on cooling the material to ultra-low temperatures (below -150°C), which leads to a change in its microstructure and, as a result, to a change in physical and mechanical properties. Improper use of such technology can lead to unpredictable consequences: from damage to the material to equipment failure. Therefore, before using cryogenic cooling, it is necessary to study carefully the characteristics of the material and the rules of its processing.

At the initial stage, it is recommended to simulate a new thermomechanical treatment in a special ‘Deform’ software package. It allows visualizing the cooling process and analysing possible risks and chang-

es in the structure of the material. This will minimize the risks and get the most out of cryogenic cooling.

The 'Deform' program uses the finite element method to simulate complex physical processes, including heat transfer, deformation, and phase change. It allows taking into account the influence of various parameters such as temperature, pressure, cooling rate and holding time [22–25].

Therefore, the novelty of this article is the modelling of a new thermomechanical treatment of steel wire to determine the optimal cryogenic cooling modes, which will maximize the efficiency of this technology.

2. EXPERIMENTAL

The developed technology of thermomechanical wire processing is a combined process of wire drawing and continuous cooling in a special chamber using liquid nitrogen. This chamber is located in the rolling line directly behind the drawing machine. When the drawing machine reaches the operating speed, the chamber is filled with liquid nitrogen. The degree of compression is 5–7%. This means that in the first pass the steel is deformed from 6 mm to 5.6 mm, in the second pass—from 5.6 mm to 5.3 mm, in the third—from 5.3 mm to 5 mm. In addition, it was decided to consider the possibility of drawing thicker wire with a diameter of 9 mm. Here, the workpiece was stretched to 8.2 mm, from 8.2 mm to 7.5 mm in the second pass and from 7.5 mm to 7 mm in the third pass.

The simulation was carried out at two deformation speeds: 500 mm/s and 1000 mm/s. Accordingly, it was assumed that any wire section is in liquid nitrogen for a certain amount of time: 1 s at a speed of 500 mm/s and 0.5 s at a speed of 1000 mm/s. As a result, the workpiece after such a short-term treatment with liquid nitrogen will have a significant temperature gradient across the cross section, which will lead to an uneven distribution of mechanical properties. In the first variant, after each treatment with liquid nitrogen, the workpiece was heated to 20°C in air. In the second variant, this heating was not carried out.

The assessment of the stress–strain state during the deformation process is a key task of theoretical research. The analysis of the strain state allows assessing the overall level of metal processing at any point of the workpiece. Stress analysis makes it possible to assess the stresses that arise, to determine the zones where the tensile strength is exceeded (these zones are places of potential defect formation).

When studying the strain state during drawing, an indicator of the intensity of strain (equivalent strain) is usually considered. This reflects the overall level of metal processing. The study of the stress state during drawing involves determining the conditions under which the resulting level of equivalent stresses will be less than the tensile strength of the material. Otherwise, it will be inevitable that the wire will break in the area between the drawing die and the pulling mechanism.

3. RESULTS AND DISCUSSION

Figures 1, 2 show pictures of equivalent stresses for drawing models of both workpieces at 500 mm/s with the workpiece heated to 20°C.

Using the local scale display, it is possible to see the minimum and maximum of the parameter at the selected calculation step. Since in these models the properties of the material at each stage of drawing correspond well to the nomogram of the tensile strength of AISI-316 steel, it was decided to compare the obtained values of the maximum

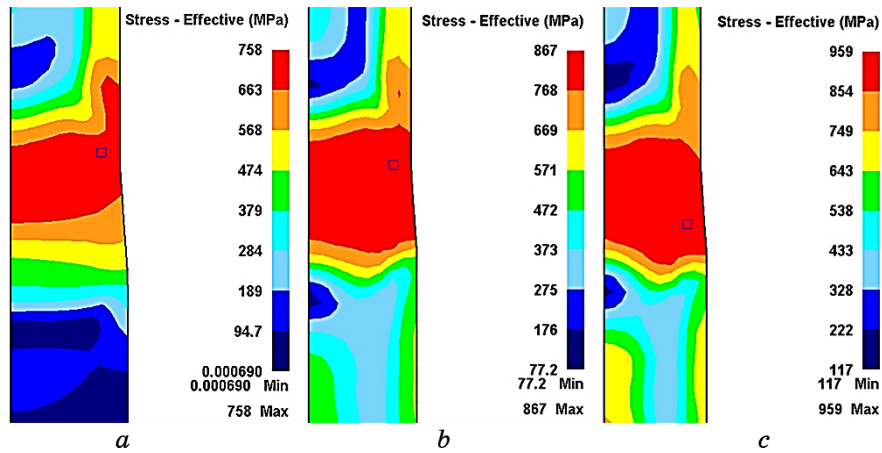


Fig. 1. Equivalent stresses in a model of drawing from 6 mm to 5 mm at a speed of 500 mm/s while heating the workpiece to 20°C after each pass.

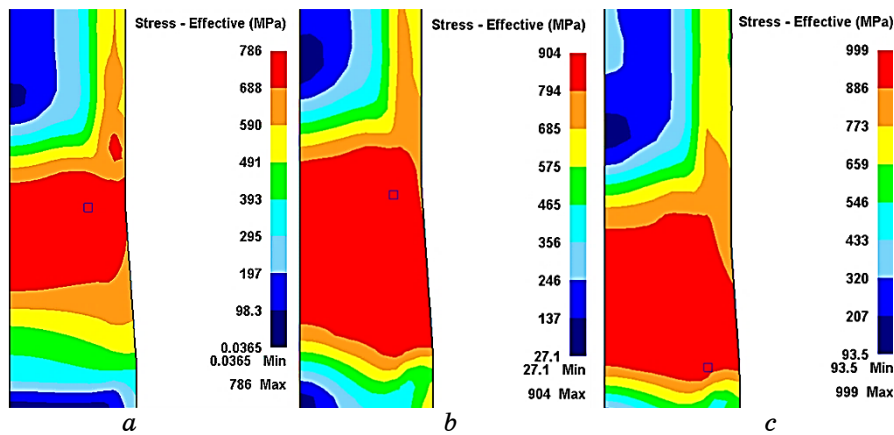


Fig. 2. Equivalent stresses in the drawing model from 9 mm to 7 mm at 500 mm/s with the workpiece heated to 20°C after each pass.

TABLE 1. Stress state parameters in models with workpiece heating up to 20°C.

Drawing a workpiece with a diameter of 6 mm						
Pass No.	D_0 , mm	D_1 , mm	TS_0 , MPa	TS_1 , MPa	$\sigma_{\text{EQV } 500}$, MPa	$\sigma_{\text{EQV } 1000}$, MPa
1	6	5.6	862	1038	758	744
2	5.6	5.3	1038	1156	867	853
3	5.3	5	1156	1284	959	946
Drawing a workpiece with a diameter of 9 mm						
Pass No.	D_0 , mm	D_1 , mm	TS_0 , MPa	TS_1 , MPa	$\sigma_{\text{EQV } 500}$, MPa	$\sigma_{\text{EQV } 1000}$, MPa
1	9	8.2	862	1080	786	772
2	8.2	7.5	1080	1284	904	886
3	7.5	7	1284	1420	999	974

equivalent stresses with the values of the tensile strength. Table 1 shows the summary values of these parameters from models with both drawing speeds.

As can be seen in Table 1, in all passes for each wire size, the value of equivalent stresses does not exceed the lower limit of the tensile strength. This allows concluding that the deformation process is stable without the danger of wire rupture. This approach to stress assessment in the presence of a strength limit nomogram corresponding to the specified conditions is an effective way to predict the possible formation of defects, the modelling of which seems to be quite a difficult task in terms of the accuracy of the results obtained. It can be seen from the data obtained that an increase in the deformation speed, leading to an increase in the level of deformation heating, causes a decrease in the level of equivalent stresses. At the same time, it should be noted that, despite the twofold increase in the drawing speed, the decrease in the stress level is insignificant. In all cases, the stress values were decreased by about 1–3%.

A comparison of models without preheating the workpiece is shown in Table 2. As shown by the study of temperature fields, the absence of heating to ambient temperature leads to an increase in the temperature gradient in the workpiece section, which ultimately causes an increase in the level of equivalent stresses by about 5–10%. At the same time, there is also no crossing of the lower limit of the tensile strength.

Analysing the strain state, it should be noted that any parameter of the strain state is accumulative, and their values depend on the geometric parameters. Accordingly, the point estimation method previously used to estimate temperature is suitable for their assessment. Figure 3 shows graphs of the accumulation of equivalent strain for both thicknesses of workpieces. Measurements were carried out on the

TABLE 2. Stress state parameters in models without preheating the workpiece.

Drawing a workpiece with a diameter of 6 mm						
Pass No.	D_0 , mm	D_1 , mm	TS_0 , MPa	TS_1 , MPa	$\sigma_{EQV 500}$, MPa	$\sigma_{EQV 1000}$, MPa
1	6	5.6	862	1038	758	744
2	5.6	5.3	1038	1156	956	932
3	5.3	5	1156	1284	1018	1003
Drawing a workpiece with a diameter of 9 mm						
Pass No.	D_0 , mm	D_1 , mm	TS_0 , MPa	TS_1 , MPa	$\sigma_{EQV 500}$, MPa	$\sigma_{EQV 1000}$, MPa
1	9	8.2	862	1080	786	772
2	8.2	7.5	1080	1284	1010	944
3	7.5	7	1284	1420	1044	1022

surface (point 1) and on the axis of the workpiece (point 2). Both graphs have an identical appearance, consisting of three stages that characterize the drawing stages. The horizontal sections correspond to the cooling stages in liquid nitrogen.

Taking into account the fact that sufficiently high drawing speeds are used in modelling, planes with specified points pass through the deformation zone almost instantly. This leads to the fact that these sections of the graphs have a vertical appearance. It should be noted that the overall level of strain is higher when using a 9 mm thick blank. However, this is a consequence of the fact that when deformed, it receives a higher level of total compression (39.5% *versus* 30.55% for a workpiece with a thickness of 6 mm).

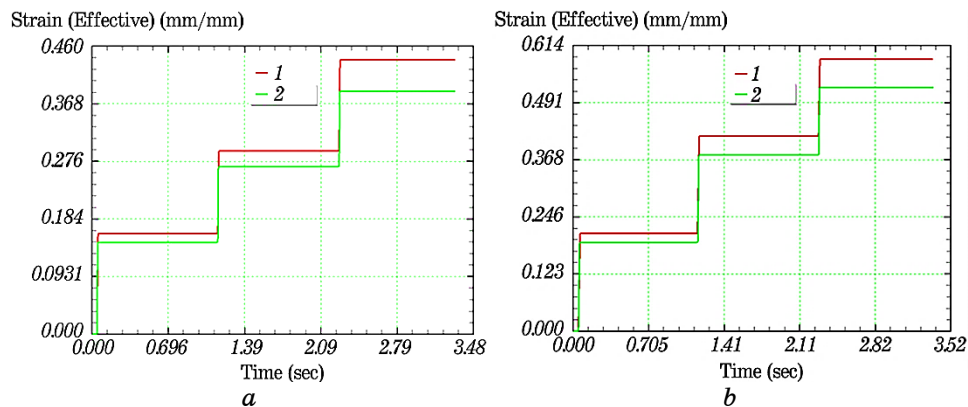


Fig. 3. Graphs of equivalent strain: drawing model from 6 mm to 5 mm (a); drawing model from 9 mm to 7 mm (b).

4. CONCLUSION

The paper considers the results of modelling the stress–strain state of the wire in the implementation of a new thermomechanical processing technology, which is a combined process of drawing and continuous cooling in a special chamber using liquid nitrogen. A comparison of the values in models with and without workpiece heating showed that the absence of heating to room temperature causes an increase in the level of equivalent stresses by about 5–10%. At the same time, in both models, an increase in the deformation speed causes a decrease in the stress level due to an increase in deformation heating. The development of cross-sectional strain occurs unevenly, the surface receives a higher level of strain. In both models, an increase in the difference between the levels of strain on the surface and in the centre was recorded with an increase in the number of passes, which is explained by the fact that equivalent strain is a parameter of a cumulative (accumulated) nature.

This research is funded by the Science Committee of the Ministry of Science and Higher Education of the Republic of Kazakhstan (Grant No. AP19576369).

REFERENCES

1. I. E. Volokitina, A. V. Volokitin, and E. A. Panin, *Prog. Phys. Met.*, **23**, No. 4: 684 (2022).
2. V. V. Chigirinsky and I. E. Volokitina, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **46**, No. 4: 343 (2024).
3. V. V. Chigirinsky, Y. S. Kresanov, and I. E. Volokitina, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **45**, No. 4: 467 (2023).
4. I. E. Volokitina, A. V. Volokitin, M. A. Latypova, V. V. Chigirinsky, and A. S. Kolesnikov, *Prog. Phys. Met.*, **24**, No. 1: 132 (2023).
5. A. Bychkov and A. Kolesnikov, *Metallogr. Microstruct. Anal.*, **12**: 564 (2023).
6. I. E. Volokitina, *Prog. Phys. Met.*, **24**, No. 3: 593 (2023).
7. B. Sapargaliyeva, A. Agabekova, G. Ulyeva, A. Yerzhanov, and P. Kozlov, *Case Studies in Construction Materials*, **18**: e02162 (2023).
8. E. Panin, T. Fedorova, D. Lawrinuk, A. Kolesnikov, A. Yerzhanov, Z. Gelmanova, and Y. Liseitsev, *Case Studies in Construction Materials*, **19**: e02609 (2023).
9. N. Zhangabay, I. Baidilla, A. Tagybayev, Y. Anarbayev, and P. Kozlov, *Case Studies in Construction Materials*, **18**: e02161 (2023).
10. A. Volokitin, I. Volokitina, and E. Panin, *Metallogr. Microstruct. Anal.*, **11**: 673 (2022).
11. I. Volokitina, A. Volokitin, and D. Kuis, *J. Chem. Technol. Metall.*, **56**: 643 (2021).
12. I. Volokitina, A. Volokitin, A. Denissova, T. Fedorova, D. Lawrinuk, A. Kolesnikov, A. Yerzhanov, Y. Kuatbay, and Yu. Liseitsev, *Case Studies in Construction Materials*, **19**: e02346 (2023).
13. V. Chigirinsky and I. Volokitina, *Engineering Solid Mechanics*, **12**, No. 2: 113

- (2024).
14. A. Nurumgaliyev, T. Zhuniskaliyev, V. Shevko, and G. Yerekeyeva, *Sci. Rep.*, **14**, No. 1: 7456 (2024).
 15. A. Paradis, P. Terriault, and V. Brailovski, *Comput. Mater. Sci.*, **47**: 373 (2009).
 16. G. Kurapov, E. Orlova, and A. Turdaliev, *J. Chem. Technol. Metall.*, **51**, No. 4: 451 (2016).
 17. I. E. Volokitina and A. V. Volokitin, *Metallurg.*, **67**: 232 (2023).
 18. D. A. Sinitsin, A. E. M. M. Elrefaei, A. O. Glazachev, E. I. Kayumova, and I. V. Nedoseko, *Construction Materials and Products*, **6**, No. 6: 2 (2023).
 19. I. E. Volokitina, *Met. Sci. Heat Treat.*, **63**: 163 (2021).
 20. W. H. Huang, C. Y. Yu, P. W. Kao, and C. P. Chang, *Mater. Sci. Eng., A*, **356**: 321 (2004).
 21. M. Murugesan, D. Won, and J. Johnson, *Materials*, **12**: 609 (2019).
 22. P. J. Arrazola, A. Garay, L. M. Iriarte, M. Armendia, S. Marya, and F. Le Maitre, *J. Mater. Process. Technol.*, **209**: 2223 (2009).
 23. M. Dhananchezian and M.P. Kumar, *Cryogenics*, **51**: 34 (2011).
 24. K. A. Venugopal, S. Paul, and A. B. Chattopadhyay, *Cryogenics*, **47**: 12 (2007).
 25. R. Choudhary, H. Garg, M. Prasad, and D. Kumar, *Mater. Today: Proc.*, **4**, No. 2: 1158 (2017).

PACS numbers: 61.05.cp, 61.72.Ff, 62.20.fg, 62.20.fk, 62.20.Qp, 68.37.Hk, 81.20.Ev

Microstructure, Phase Evolution, and Mechanical Properties of CoCrNi. Medium-Entropy Alloy Processed by Powder Metallurgy Techniques

M. G. Salazar-Juárez*, I. Estrada-Guel**, C. Gamaliel Garay-Reyes**,
C. D. Gómez-Esparza***, R. Martínez-Sánchez**, J. A. Castillo-Robles*,
C. A. Calles-Arriaga*, E. Rocha-Rangel*

**Universidad Politécnica de Victoria,*
5902 New Technologies Ave.,
87138 Ciudad Victoria, Tamaulipas, México

***Centro de Investigación en Materiales Avanzados,*
120 Miguel de Cervantes,
31136 Chihuahua, Chi, México

****Universidad Autónoma de Chihuahua,*
900 Escorza Ave.,
31000 Chihuahua, Chih., México

CoCrNi alloys are a new family of high-performance alloys, which have found use in a variety of applications, including automotive, aerospace, and biomedical industries. The alloys can be manufactured by different processes, and they offer excellent properties such as high strength, good ductility, biocompatibility, and corrosion resistance. This article discusses the manufacturing route, phase evolution, and mechanical properties of medium-entropy CrCoNi-based alloys processed by means of powder-metallurgy techniques. Some of the main results obtained indicate that there is the presence of a Co–Cr–Ni solid solution and a mixture of f.c.c. and b.c.c. structures in the alloy. The microstructure is homogeneous with equiaxial grains and con-

Corresponding author: Enrique Rocha-Rangel
E-mail: erocar@upv.edu.mx

Citation: M. G. Salazar-Juárez, I. Estrada-Guel, C. Gamaliel Garay-Reyes, C. D. Gómez-Esparza, R. Martínez-Sánchez, J. A. Castillo-Robles, C. A. Calles-Arriaga, and E. Rocha-Rangel, Microstructure, Phase Evolution, and Mechanical Properties of CoCrNi. Medium-Entropy Alloy Processed by Powder Metallurgy Techniques, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, 47, No. 10: 1111–1123 (2025), DOI: [10.15407/mfint.47.10.1111](https://doi.org/10.15407/mfint.47.10.1111)

© Publisher PH “Akadempriodyka” of the NAS of Ukraine, 2025. This is an open access article under the CC BY-ND license (<https://creativecommons.org/licenses/by-nd/4.0>)

tains a mixture of phases due to the alloying elements. The alloy presents high mechanical strengths with good strain values. The presence of different phases, between them a Co–Cr–Ni solid solution and Co–Ni one with dissimilar crystalline structures, is the cause of the high entropy of the alloy and, consequently, of its good mechanical characteristics.

Key words: Co–Cr–Ni alloy, medium entropy alloys, solid solutions, f.c.c. and b.c.c. structures, mechanical properties.

Стопи CoCrNi — це нове сімейство високоефективних стопів, які знайшли застосування в різних сферах, включаючи автомобільну, аерокосмічну та біомедичну промисловість. Стопи можуть бути виготовлені різними методами та демонструють відмінні властивості, такі як висока міцність, пластичність, біосумісність і корозійна стійкість. У цій статті розглянуто технологічний процес виготовлення, еволюцію фаз і механічні властивості середньоентропійних стопів на основі CrCoNi, оброблених методами порошкової металургії. Деякі з основних одержаних результатів вказують на наявність твердого розчину Co–Cr–Ni і суміші ГЦК- й ОЦК-структур у стопі. Мікроструктура є однорідною з рівновісними зернами та містить суміш фаз через легувальні елементи. Стоп демонструє високу механічну міцність з хорошими значеннями деформації. Наявність різних фаз, серед яких — тверді розчини Co–Cr–Ni та Co–Ni з несхожими кристалічними структурами, є причиною високої ентропії стопу і, відповідно, його хороших механічних характеристик.

Ключові слова: стоп Co–Cr–Ni, середньоентропійні стопи, тверді розчини, ГЦК- й ОЦК-структури, механічні властивості.

(Received 12 October, 2024; in final version, 1 April, 2025)

1. INTRODUCTION

High-entropy alloys (HEAs) or multicomponent alloys are made up of several main elements (more than five), which generally have an equiatomic or close to equiatomic composition. Cantor and Yeh first reported in 2004 on this type of alloys working separately [1, 2]. All alloys in use today, contain a high proportion of one element with minor amounts of additional elements added, but HEAs are made of an equal mixture of each constituent element. These balanced atomic compositions appear to give some of these materials an extraordinarily high combination of strength and ductility when subjected to stress, which together form what is called ‘toughness’. The composition of these new alloys theoretically provides practically limitless possibilities for the design of the composition and optimization of alloy properties. Due to the high entropy of their structure, HEAs are recognized to present larger physical, chemical, and mechanical properties compared to conventional alloys, including exceptional thermal stability, corrosion resistance and, high fracture toughness [3–8]. Even some of

the alloys developed have excellent magnetic properties [9, 10]. Thus, HEAs have been a hot field of research since they were first developed just over 20 years ago. However, several authors have reported that HEAs are multiphase alloys [11–14], which causes their entropy to be not so high. Moreover, only a few of the many HEAs until now studied are single-phase solid solutions. Thus, the number of components of the alloy is not most important factor, and the chemical nature of the components must be critically studied. Given this situation, about 10 years ago, medium entropy alloys (MEAs) began to be developed, which are made up of 3 elements added as in HEAs in equiatomic quantities or close to them, with the idea of obtaining in these alloys a single-phase solid solution with the 3 alloying elements. Among the medium entropy alloys studied, it is found that the CrCoNi alloys are a family of high-performance alloys that have found use in a diversity of applications, including aerospace, biomedical, and automotive industries. The alloys are formed by combining chromium, cobalt, and nickel, and they offer excellent properties such as high strength, ductility, biocompatibility, and corrosion resistance. For these reasons, this alloy has been extensively studied, trying to understand the mechanisms of seeking to explain the reasons for its high properties [15–18]. Likewise, Zhang *et al.* [19] studied the short-range order and exposed that it plays an important role in lowering the electrical and thermal conductivities in the alloy. Other researchers have conducted studies that include grain refinement [20], heterogeneous structure [21], and the effect of alloying elements [22–25], oriented to determine the relationships between strength and ductility. Finally, oxidation resistance and biocompatibility have also been explored [26]. In summary, it has been established that MEAs possess excellent microstructures and properties, which can be compared with or even better than those of HEAs can. Therefore, its study is of great interest. The objective of this work is to produce by powder metallurgy the CrCoNi equiatomic alloy and to study the mechanical and microstructural response of the alloy subjected to different heat treatments).

2. MATERIALS AND METHODS

Elemental powders of Cr, Co, and Ni with purity greater than 99% and sizes of –325 mesh, in equiatomic proportions, were mechanically processed in a high-energy planetary mill (Retsch, PM 100, Germany). The grinding parameters used in the mixture were as follows: dry grinding for 6 hours at 300 rpm, using methyl alcohol as a control agent, and managing a ball weight to powder weight ratio of 10:1. Once the powders were ground, they were pressed to form cylindrical pellets with an average diameter and height of 10 mm and 3 mm respectively, using a tool grade steel die. Compaction of these samples was carried out at

room temperature by uniaxial pressing using a pressure of 300 kg/cm² in a hydraulic press (Montequipo, LAB-30T, México). Afterward, all the pellets were sintered in an electric furnace (Carbolite RHF 17/3E, England) at 1400°C for 2 h, with a heating rate of 10°C/min. The furnace was set up with a protective argon atmosphere to prevent oxidation of the metals. In order to determine the effect of different annealing heat treatments on the mechanical properties of the alloy, 3 heat treatments were carried out at 300, 400, and 500°C for 1 hour each, on the already sintered samples. After the grinding stage, the particle size distribution and the specific surface area were determined using a Mastersizer 2000 equipment of English origin. Before characterization of the sintered samples, they were ground with SiC sandpaper and then polished using alumina and diamond suspensions. Crystalline phases of sintered alloys were determined using x-ray diffraction analysis (XRD) under CuK α radiation, performed on X'Pert PRO PANalytical and interpreted with the X'Pert Highscore Plus PANalytical software using patterns in the ICDD PDF2 database. Meanwhile, scanning electron microscopy (SEM) and an energy dispersion spectrometer detector (EDS) on a HITACHI SU3500 microscope analysed the obtained microstructure. Microstructure after annealing treatments was analysed by optical microscopy (Nikon 2000 plus, Japan). Finally, the study samples were characterized to determine the mechanical properties. The mechanical properties evaluated were as follows: The ultrasonic method determined Young's modulus, following ASTM standards [27], using Grindosonic A-360 Japanese manufacturing equipment. Microhardness was evaluated in agreement with the ASTM E384-16 standard [28]. In this case, twelve measurements were performed at different sample locations and the average value of the indentations is reported; these measurements were performed with a microhardness tester (Wilson Instruments Model S400, USA). The compressive strength was evaluated at a Universal Material Tester WP 300 Gunt, German).

3. RESULTS AND DISCUSSION

3.1. Particle Size

Figure 1 shows the distribution of particle sizes obtained after powder grinding. This figure shows a good distribution of powder, with sizes ranging from 5 microns to approximately 17 microns. Results show that 50% of the powders are smaller than 9.5 microns, while 25% of them are smaller than 8 microns. This distribution of powder sizes can be considered well because, during the powder compaction stage, it will be feasible to arrange the powders in such a way that the spaces left by the larger powders will be occupied by the smaller ones, thus causing a high number of contacts between the powders and a higher densifica-

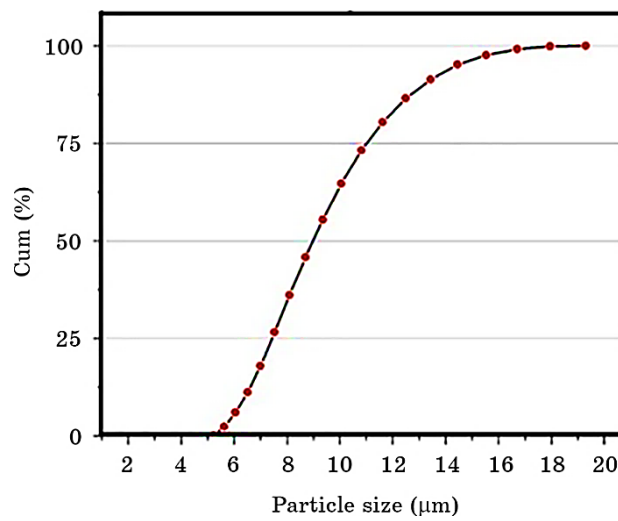


Fig. 1. Particle size distribution of the grinded mixture.

tion of the green sample. These two conditions will favour the densification of the sample during the sintering stage.

3.2. Phase Analysis

The x-ray diffraction pattern from metallic components present in the sintered sample is shown in Fig. 2. In this diffraction pattern, it can be observed at angles 2θ of 43.3° , 54.1° , and 74.4° that some solid solution phases have formed due to the combination of the 3 elements of the alloy (Co, Cr, and Ni). In agreement with that reported by Guo *et al.* [29], the crystal structure in the peaks where the 3 metals of the alloy were mixed corresponds to a cubic structure centred on the faces. Also, at angles of 57.7° , it can be observed that another phase is formed between Ni and Co. Owing to this, there is the presence of a mixture of face-centred cubic (f.c.c.) by the presence of Ni and body-centred cubic (b.c.c.) crystalline structures in those regions where the Ni and Co were combined. The pattern shows some peaks corresponding to the original unmixed metals. This may be mainly due to the high melting point of chromium as well as its larger atomic radius compared to the other two metals nickel and cobalt. Hence, it is also understandable why nickel and cobalt can be properly mixed to form a solid solution. The mixture of these phases with different crystalline structures states the high entropy of the alloy. In order to obtain a single solid solution with a unique phase, it is recommended for future studies to sinter samples at higher temperatures (1500°C), to dissolve chromium in the structure of the other 2 metals. Nevertheless, with the presence

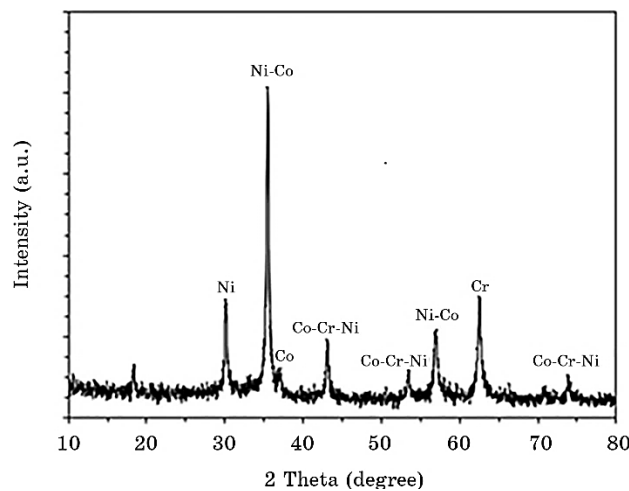


Fig. 2. X-ray diffraction pattern of the sintered sample.

of different crystalline structures and two phases, it can be expected that the alloy may have a good combination of mechanical properties such as high hardness and elastic modulus combined with good mechanical strength and ductility.

3.3. Microstructure (SEM)

Figure 3 shows a scanning electron microscope photograph taken at two different magnifications of a representative sample of the alloy microstructure after sintering. Here, we can better observe the morphology and size of the grains, which, is equiaxed with varied sizes. The presence of very small pores in intergranular zones can also be appreciated. From this figure, it can be commented that the alloy was densified very well during the sintering stage, so a good mechanical response could be expected from it.

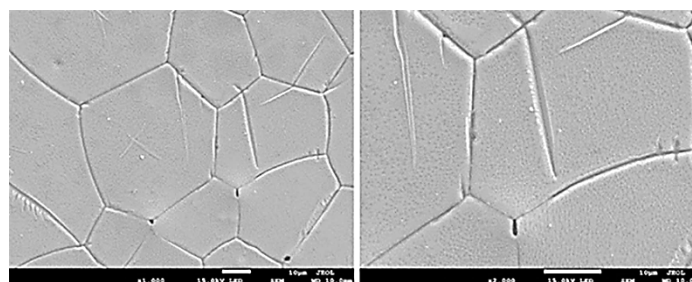


Fig. 3. Microstructure of sintered sample observed with SEM.

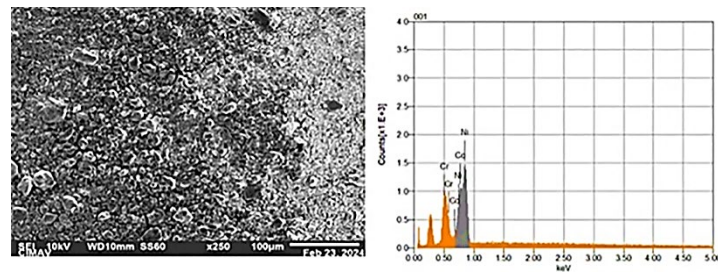


Fig. 4. Energy dispersive spectroscopy of x-rays analysis performed on the sintered alloy.

3.4. Energy Dispersive Spectroscopy of X-Rays

To confirm the presence of the alloying elements, an energy dispersive spectroscopy of x-ray analysis was performed on the sintered alloy. The result of this analysis is shown in Fig. 4, where it can be observed that the spectrum shows the presence of the three main components of the alloy Co, Cr, and Ni. This confirms that the sample was not contaminated or oxidized during processing.

3.5. Mapping

Figure 5 shows a typical mapping of the elements in the alloy. This elemental analysis mapping shows that the sample exhibits that sintered CoCrNi alloy possesses multiphase microstructures. In the figure, spatial areas with a good distribution of alloying elements indicate the formation of the entropy alloys sought here. From this analysis, it can be determined that the microstructure of this alloy is composed of a Co, Cr, and Ni solid solution (light areas), and a dark region composed of dispersed nickel–cobalt phases. This composition confirms the observation made in the x-ray diffraction analysis.

3.6. Microstructure after Annealing (OM)

Figure 6 presents the microstructure observed by optical microscopy of the annealing samples. In this image, it can be observed in all pictures that microstructure is characterized by the presence of equiaxial grains with a size distribution. Depending on the treatment temperature, grain coarsening is observed, which is greater at higher treatment temperatures. The presence of grains larger than 20 microns is observed in the sample annealed at 500°C, whereas, in the sintered sample and that treated at 300°C, the grain size does not exceed 10 microns. This is indicative of the fact that high treatment temperatures

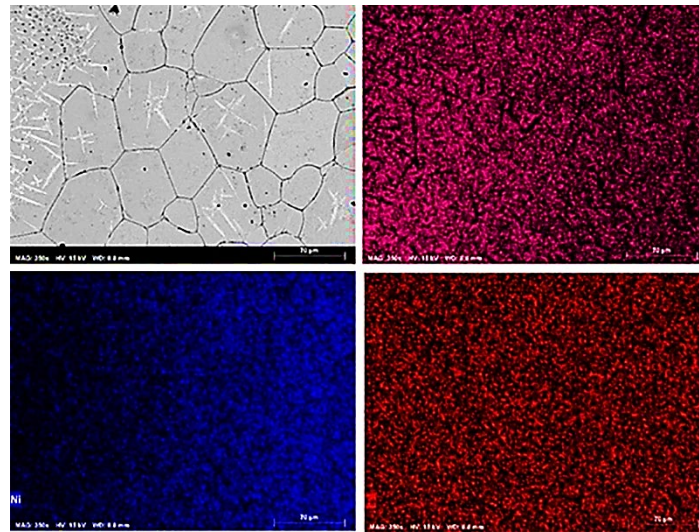


Fig. 5. Mappings performed by energy dispersive x-ray spectroscopy on the medium entropy alloy to verify the distribution of the alloy components.

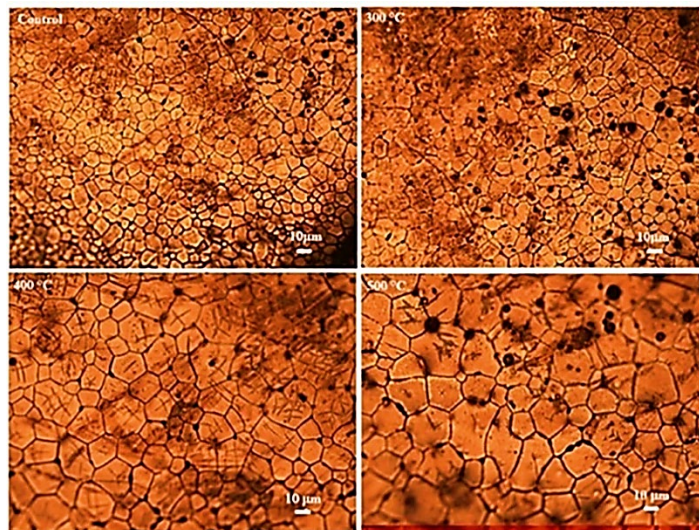


Fig. 6. Microstructure of sintered and heat-treated samples observed with optical microscope.

cause uncontrolled growth of the microstructure, which may affect its mechanical behaviour.

Some porosity is observed in the samples, with small pores (less than 1 micron) for the sintered sample and bigger pores in the sample treat-

ed at 500°C. The porosity in all samples is located mainly in intergranular zones. Due to grain growth, it is not expected that samples treated at elevated temperatures present the best mechanical properties because there are fewer barriers (grain boundaries) to prevent the advancement of cracks generated during stress application.

3.7. Mechanical Properties

For comparative purposes, the mechanical properties evaluated in the alloy heat-treated at different temperatures are compared with those of quenched and tempered AISI 4140 steel. AISI 1040 steel is a low alloy steel of the Cr–Mo series, which has high strength and hardenability, good toughness, high creep resistance and long-lasting high-temperature resistance. This steel has many uses in the aerospace, oil and gas, and automotive industries. Typical uses are thin-walled pressure vessels, forged gears and shafts, spindles, high-strength bolts, and torsion bars [30].

3.7.1. Elastic Modulus

Figure 7 shows the values of the elastic modulus in the heat-treated alloy. This figure initially shows a slight increase in the modulus of the sample treated at 300°C compared to the control sample (untreated), then at higher treatment temperatures, the elastic modulus decreases considerably. This may be due to the coarsening of the microstructure due to the treatment temperatures, where probably also with abnormal grain growth, the porosity increased causing a loss of rigidity of the alloy. The value of the elastic modulus of the AISI4140 steel is well above the values of the Co–Cr–Ni alloy processed here. This is because this steel was first manufactured by casting and then cold-deformed and heat-treated; so, there was good control of the microstructure of the steel at each stage of processing.

3.7.2. Hardness

Figure 7 also shows the microhardness values of the Co–Cr–Ni alloy. The figure shows an analogous behaviour to the elastic modulus, with an increase in the sample treated at 300°C and a considerable drop in hardness at higher treatment temperatures. However, when comparing the hardness values of the alloy treated at 300°C with those of the AISI4140 steel, a slightly higher hardness is observed in the alloy than in the AISI4140 steel. This behaviour may be due to the mixture of f.c.c. and b.c.c. crystal structures including the presence in small areas of the compact hexagonal structure due to the chromium that did not

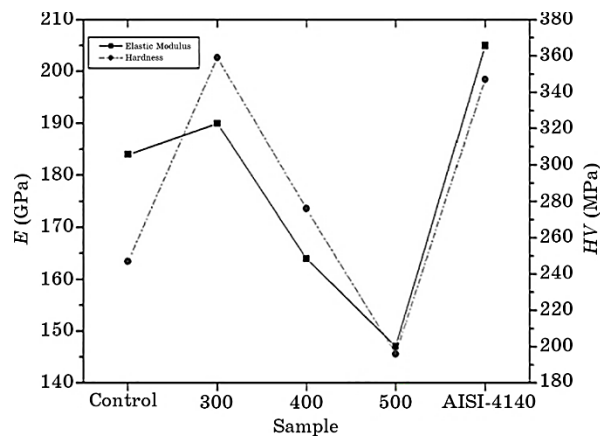


Fig. 7. Elastic modulus and hardness of the Co–Cr–Ni alloy sintered, heat treated and compared with those properties of AISI41440 steel.

dissolve in the alloy. Here the significant increase in the hardness of the sample treated at 300°C compared to that of the control sample is striking. Therefore, the treatment at this temperature probably favoured the recrystallization and the relief of some stresses generated during processing, such as the high mechanical deformation of the metals during milling and later during compaction.

3.7.3. Yield and Compression Strength

Figure 8 shows the results of the yield and compressive strength of the heat-treated Co–Cr–Ni alloy. Again, here, it is observed that the sample treated at 300°C has the highest values of yield and compression strength from all tests, including those of AISI4140 steel. It has been found that high-temperature treatments at 400°C and 500°C result in considerable degradation of the alloys' strength, even dropping below that of the simply sintered sample. As mentioned above, this may be due to the coarsening of the microstructure at these high treatment temperatures. Regarding the higher strength of the alloy compared to AISI4140 steel, the reason is due to the solid solution formed by the alloy elements, the mixture of phases and the combination of crystalline structures, which causes higher entropy and consequently a better mechanical behaviour due to the different sliding systems that are present in the alloy.

3.7.4. Ductility

Figure 9 shows the ductility of the Co–Cr–Ni alloy and that of AI-

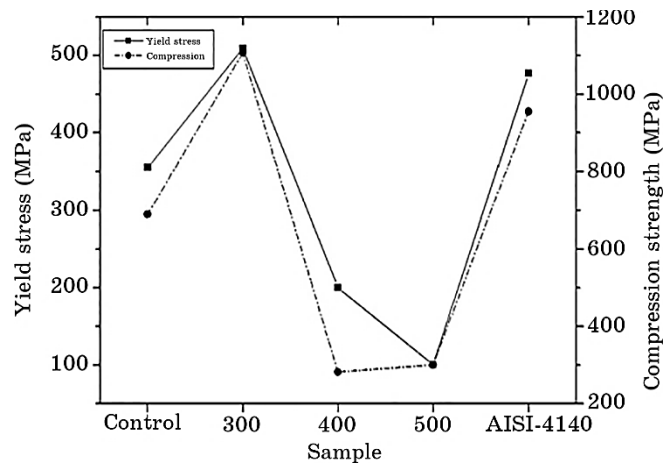


Fig. 8. Yield and compressive strength of the sintered alloy, annealed alloy and compared with those properties of AISI41440 steel.

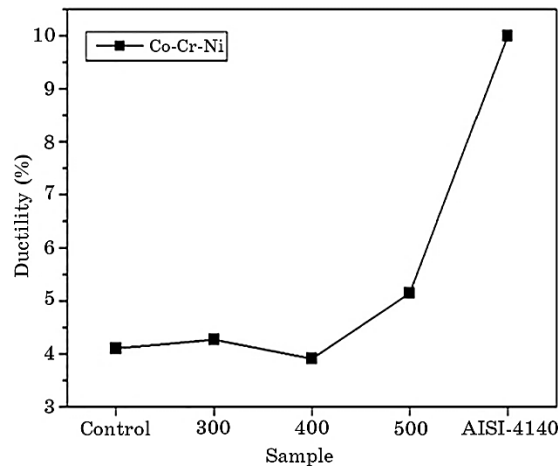


Fig. 9. Ductility of the Co–Cr–Ni alloy and of AISI4140 steel during mechanical compression tests.

SI41440 steel during mechanical compression tests. As expected, an alloy obtained by powder metallurgy will not exhibit considerable ductility values, due to the nature of its microstructure formation, which was obtained through the union of powders. This figure shows similar ductility values between the control sample and the heat-treated samples, which range from approximately 4 to 5% .

While the ductility of AISI steel is more than 100% compared to the ductility of the Co–Cr–Ni alloy, reaching values are slightly higher

than 10%.

This demonstrates the good characteristic of steel that it can combine a number of mechanical properties, significantly improving one without decreasing others. However, having compared the mechanical properties of the alloy manufactured here with those of AISI steel and observing that in some of them the mechanical properties of the Co–Cr–Ni alloy are superior to those of steel, it is indicative that this new alloy has great potential to replace steel in some applications.

4. CONCLUSIONS

The powder metallurgy process has proved to be an effective, cheap, and easy experimental route for the manufacture of medium entropy alloys. Since mechanical milling makes finer particle size and lattice distortion, both conditions facilitate metal bonding in the solid state. Likewise, sintering promotes metal diffusion and, consequently, their solubility and sample consolidation.

Based on XRD studies, it was determined the formation of a mixture of crystalline structures composed of f.c.c. and b.c.c. ones, as well as, the formation of Ni–Cr–Co and Ni–Co solid solution phases.

In order to obtain a single solid solution with a unique phase, it is recommended for future studies to sinter samples at higher temperatures (1 500°C) to dissolve chromium in the structure of the other 2 metals.

The MEA alloy that achieved the better mechanical behaviour is the sample annealed at 300°C, whereas, heat treatment at highest temperatures than 400°C provokes decrement of the mechanical properties of the alloy. The better mechanical properties of the Co–Cr–Ni alloy heat treated at 300°C are due to the mixture of crystalline structures, the formation of solid solutions in the alloy, and recrystallization during the heat treatment.

ACKNOWLEDGEMENTS

M.G.S.J. would like to express their appreciation to CONAHCyT for the grant to carry out her master degree studies.

REFERENCES

1. J. W. Yeh, S. K. Chen, S. J. Lin, J. Y. Gan, T.-S. Chin, T.-T. Shun, C.-H. Tsau, and S.-Y. Chang, *Adv. Eng. Mater.*, **6**, Iss. 5: 299 (2004).
2. B. Cantor, I. T. H. Chang, P. Knight, and A. J. B. Vincent, *Mater. Sci. Eng. A*, **375–377**: 213 (2004).
3. M. Sun, X. Liu, W. Jiang, L. Yawei, K. Jiangang, L. Rui, W. Xianping,

- W. Xuebang, F. Qianfeng, and L. Changsong, *Scr. Mater.*, **204**: 114144 (2021).
4. P. Muangtong, A. Rodchanarowan, D. Chaysuwan, N. Chanlek, and R. Goodall, *Corros. Sci.*, **172**: 108740 (2020).
5. D. B. Miracle and O. N. Senkov, *Acta Mater.*, **122**: 448 (2017).
6. G. Bracq, M. Laurent-Brocq, L. Perrière, R. Pirès, J. M. Joubert, and I. Guillot, *Acta Mater.*, **128**: 327 (2017).
7. S. Haas, M. Mosbacher, O. N. Senkov, and M. Feuerbacher, *Entropy*, **20**, Iss. 9: 654 (2018).
8. X. Gao, Y. Lu, B. Zhang, L. Ningning, W. Guanzhong, S. Gang, L. Jizi, and Z. Yonghao, *Acta Mater.*, **141**: 59 (2017).
9. E. P. George, D. Raabe, and R. O. Ritchie, *Nat. Rev. Mater.*, **4**: 515 (2019).
10. S. Singh, N. Wanderka, K. Kiefer, K. Siemensmeyer, and J. Banhart, *Ultramicroscopy*, **111**, Iss. 6: 619 (2011).
11. Z. Tang, M. C. Gao, H. Diao, T. Yang, J. Liu, T. Zuo, Y. Zhang, Z. Lu, Y. Cheng, Y. Zhang, K. A. Dahmen, P. K. Liaw, and T. Egami, *JOM*, **65**: 1848 (2013).
12. Z. Wang, S. Guo, and C. T. Liu, *JOM*, **66**: 1966 (2014).
13. A. Manzoni, H. Daoud, S. Mondal, S. V. Smaalen, R. Völkl, U. Glatzel, and N. Wanderka, *J. Alloys Compd.*, **552**: 430 (2013).
14. S. Singh, N. Wanderka, B. Murty, U. Glatzel, and J. Banhart, *Acta Mater.*, **159**, Iss. 1: 182 (2011).
15. S. Yang, M. Jiang, H. Li, Y. Liu, and L. Wang, *Rare Metals*, **31**: 75 (2012).
16. T. Omori, J. Sato, K. Shinagawa, I. Ohnuma, K. Oikawa, R. Kainuma, and K. Ishida, *J. Phase Equilib. Diffus.*, **35**: 178 (2014).
17. B. Gludovatz, A. Hohenwarter, K. V. Thurston, H. Bei, Z. Wu, E. P. George, and R. O. Ritchie, *Nat. Commun.*, **7**: 10602 (2016).
18. S. Yoshida, T. Bhattacharjee, Y. Bai, and N. Tsuji, *Scr. Mater.*, **134**: 33 (2017).
19. Z. Zhang, H. Sheng, Z. Wang, B. Gludovatz, Z. Zhang, E. P. George, Q. Yu, S. X. Mao, and R. O. Ritchie, *Nat. Commun.*, **8**: 14390 (2017).
20. P. Sathiyamoorthi, J. Moon, J. W. Bae, P. Asghari-rad, and H. S. Kim, *Scr. Mater.*, **163**: 152 (2019).
21. R. Wen, C. You, L. Zeng, H. Wang, and X. Zhang, *J. Mater. Sci.*, **55**: 12544 (2020).
22. W. Lu, X. Luo, Y. Yang, and B. Huang, *Materials Express*, **9**, No. 4: 291 (2019).
23. X. Feng, J. U. Surjadi, R. Fan, X. Li, W. Zhou, S. Zhao, and Y. Lu, *Mater. Today*, **42**, 10 (2021).
24. Y. Shi, Y. Wang, S. Li, R. Li, and Y. Wang, *Mater. Sci. Eng. A*, **788**: 139600 (2020).
25. C. Slone, C. Larosa, C. Zenk, E. George, M. Ghazisaeidi, and M. Mills, *Scr. Mater.*, **178**: 295 (2020).
26. M. P. Agustianingrum, U. Lee, and N. Park, *Corros. Sci.*, **173**: 108755 (2020).
27. ASTM E494-15 Standard Practice for Measuring Ultrasonic Velocity in Materials, last update (2021).
28. ASTM E384-16, Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials, last update (2017).
29. S. Guo, C. Ng, and C. Liu, *J. Alloys Compd.*, **557**: 77 (2013).
30. <http://www.acerosespeciales.net/aisi4140.html> (last accessed August 29, 2024).

PACS numbers: 81.10.Fq, 81.10.Aj, 64.70.Dg, 61.72.S, 82.60.Nh

Influence of the Superheating Temperature of Metal Melts on their Supercooling before Crystallization

A. S. Nuradinov, V. L. Mazur, K. A. Sirenko,
O. V. Chistyakov, and I. A. Nuradinov

*Physico-Technological Institute of Metals and Alloys of N.A.S. of Ukraine,
34/1 Academician Vernadsky Blvd.,
UA-03142 Kyiv, Ukraine*

This work is devoted to the study of the effect of overheating of metal melts on their supercooling before crystallization. Melting and crystallization are important technological processes for producing high-quality castings. The direct study of the processes involved in casting metals and their alloys is extremely difficult because they are opaque, take place at very high temperatures and sometimes occur in aggressive environments. In this regard, we have applied the physical modelling method to conduct these studies, using the low-temperature metal alloys Wood and Rose and the organic media diphenylamine and camphene as objects of study. To conduct the research, a special experimental setup was created and a physical modelling technique is developed. In the experiments, three prototypes of equal weight were prepared from each model alloy on an electronic balance with a weighing accuracy of 0.01 g. To ensure the absolute identity of the melting and crystallization conditions of the model alloys, all three test samples were simultaneously placed in a thermostatically controlled chamber. The samples are gradually heated to melt and superheat to a certain level. After the melt is held in the superheated state, it is cooled to the temperature of nucleation, which is recorded using thermocouples. The signal from the thermocouples is observed on the screen of the potentiometer in the form of absolute digital temperature values, and on the laptop screen in the form of temperature curves of cooling

Corresponding author: Abdi Saidakhmatovych Nuradynov
E-mail: nla_73@ukr.net

Citation: A. S. Nuradinov, V. L. Mazur, K. A. Sirenko, O. V. Chistyakov, and I. A. Nuradinov, Influence of the Superheating Temperature of Metal on their Supercooling before Crystallization, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **47**, No. 10: 1125–1136 (2025). DOI: [10.15407/mfint.47.10.1125](https://doi.org/10.15407/mfint.47.10.1125)

© Publisher PH “Akadempriodyka” of the NAS of Ukraine, 2025. This is an open access article under the CC BY-ND license (<https://creativecommons.org/licenses/by-nd/4.0>)

of the melts of the test media. The magnitude of melt supercooling, at which crystals nucleate, is determined by characteristic features on the cooling temperature curve of the model medium, *i.e.*, the appearance of boards on them due to the release of crystallization heat. In experiments on transparent organic media (camphene and diphenylamine), the accuracy of fixing the amount of supercooling in their melts using thermocouples is also controlled visually by observing the moment of crystal nucleation in them. As a result of the research, it is found that the effect of overheating on supercooling of the studied alloys is most likely due to a change in the concentration of limitedly soluble impurities. This assumption is based on the fact that the dissolution of impurities in the melt of any metal occurs as a result of diffusion, which is a relatively time-consuming process, and to obtain greater homogeneity of the metal melt, it is necessary either to increase the temperature of its overheating or to ensure its longer holding in the overheated state. The results of our research confirmed these assumptions. With an increase in the degree of dissolution of impurities, the supercooling of model melts changes, which is due to a change in the physical and chemical properties during the nucleation of crystals.

Key words: model alloys, metal melt, overheating temperature, supercooling, limited soluble impurities, crystal nucleation.

Робота присвячена вивченню впливу перегріву розтопів металів на їх переохолодження перед кристалізацією. Топлення та кристалізація — це важливі технологічні процеси для одержання якісних литих заготовок. Безпосереднє вивчення процесів, пов'язаних з розливкою металів та їх стопів надзвичайно ускладнене тим, що вони є непрозорими, протікають за дуже високих температур та іноді проходять в агресивному середовищі. У зв'язку з цим для проведення даних досліджень нами застосований метод фізичного моделювання, в яких як об'єкти вивчення, використані низькотемпературні металеві стопи Вуда та Розе та органічні середовища дифеніламін та камфен. Для проведення досліджень було створено спеціальну експериментальну установку та розроблено методику фізичного моделювання. В експериментах з кожного модельного стопу на електронних вагах з точністю зважування 0,01 г готували по три дослідних зразка однакової маси. Для забезпечення абсолютної ідентичності умов топлення та кристалізації модельних стопів усі три дослідні зразки одночасно поміщали у камеру, що термостатується. Зразки поступово нагрівалися до розтоплення та перегріву до певного рівня. Після витримки розтопу в перегрітому стані його охолоджували до температури утворення зародків, яку фіксували за допомогою термопар. Сигнал від термопар спостерігали на екрані потенціометра у вигляді абсолютних цифрових значень температур, а на екрані ноутбука — у вигляді температурних кривих охолодження розтопів дослідних середовищ. Величину переохолодження розтопу, при якому у них відбувається зародження кристалів, визначали за характерними ознаками на температурній кривій охолодження модельного середовища — появи плат на них через виділення тепла кристалізації. В експериментах на прозорих органічних середовищах (камфен та дифеніламін) точність фіксації величини переохолодження в їх розтопах за допомогою термопар контролювали ще й візуально, спостерігаючи за

моментом зародження кристалів у них. В результаті проведених досліджень встановлено, що вплив перегріву на переохолодження досліджених стопів, найімовірніше, обумовлений зміною концентрації обмежено розчинних домішок. Таке припущення ґрунтується на тому, що розчинення домішок у розтопі будь-якого металу відбувається внаслідок дифузії, що є відносно тривалим у часі процесом і для отримання більшої однорідності розтопу металу необхідно або підвищити температуру його перегріву, або забезпечити тривалішу його витримку в перегрітому стані. Результати проведених досліджень підтвердили ці припущення. Із підвищенням ступеня розчинення домішок змінюється переохолодження модельних розтопів, що обумовлено зміною фізико-хімічних властивостей при зародженні кристалів.

Ключові слова: модельні стопи, розтоп металу, температура перегріву, переохолодження, обмежено розчинні домішки, зародження кристалів.

(Received 13 September, 2024; in final version, 15 November, 2025)

1. INTRODUCTION

The properties of the final metal product are mainly determined by the characteristics of the primary crystal structure of the billets at the stage of casting. And the structure and properties of cast metal are primarily determined by the conditions of the crystallization process, *i.e.* the rate of nucleation and growth of crystallization centres. Accordingly, in order to control the structure formation process of cast billets, it is necessary to be able to influence the nucleation and growth of crystals in solidifying metal melts. An important parameter that significantly affects the nucleation and growth of crystals and, accordingly, the structure of cast billets is the supercooling (Δt^-) of the metal melt before crystallization. Therefore, many studies have been devoted to the problem of crystal nucleation and growth, which confirm the importance of supercooling in crystallization processes and the general pattern of its gradual increase with increasing degree (temperature) of overheating (Δt^+) of the melt with gradual reaching a plateau (saturation) [1–6].

Despite a large number of researches on this problem, there are various theories explaining the dependence of melt supercooling on overheating, which can be divided into surface and bulk crystallization theories. In the first case, it is believed that crystallization begins on the surface between the melt and the crucible (or oxide film) and that overheating affects the state of this surface (it is assumed that the solid metal remains in the pores of the crucible or in the pores of the oxide film when overheated to a certain critical temperature) [7–9]. The theory of bulk crystallization assumes the existence of microgroups of atoms (clusters) in the melt, which are preserved at a slight overheating of the melt above the liquidus and serve as nuclei during crystalliza-

TABLE 1. Properties of modelling environments.

Environment Properties	Wood alloy	Rose alloy	Camphene	Diphenylamine
Density, kg/m ³	9720	7600	845	1200
Liquidus temperature, °C	68	94	45	53
Solidus temperature, °C	68	94	42	53
Crystallization interval, °C	0	0	3	0

tion, but are destroyed at higher overheats [2, 10, 11]. However, both theories have been only partially confirmed experimentally in experiments with pure metals.

In our opinion, the contradictory nature of the known results is due to the different content of soluble impurities in the studied metals, changes in their concentration during melting, and, accordingly, the instability of the microscopic state of melts in the superheated state. In addition, this is due to the lack of reliable methods for determining the moment of crystal nucleation in metal melts, especially in metals with a low impurity content, in which crystal nucleation occurs at high supersaturations (supercoolings). Therefore, this work was aimed at, first, developing a reliable methodology for fixing the moment of crystal nucleation in metal melts and, second, studying the dependence of supercooling of the experimental alloys on their melting (*i.e.*, superheating temperature and holding time in the superheated state) and solidification modes.

2. MATERIALS AND METHODOLOGY

To create new and improve existing metallurgical technologies related to the casting of metals and their alloys, it is necessary to study processes that operate at very high temperatures, are opaque and sometimes take place in aggressive environments. Direct study of such processes is extremely difficult. To solve this problem, indirect methods of study in the laboratory are widely used, in particular, the method of physical modelling of natural objects on low-temperature alloys [12–14]. In conducting these studies, the method of physical modelling was also applied, and low-temperature metal alloys and organic media were used as objects for study. These materials were chosen based on the following considerations: the nature of crystallization is similar to metals and alloys with a high melting point; transparency (for organic media) provides visualization of the processes under study; melting point not exceeding 100°C provides convenience of experiments, *etc.* Taking into account the above requirements, the following materials

were used as objects for study: low-temperature metal alloys Wood (12.5% tin, 25% lead, 50% bismuth, 12.5% cadmium) and Rose (25% tin, 25% lead, 50% cadmium) and transparent organic substances diphenylamine ($C_{12}H_{11}N$) and camphene ($C_{10}H_{16}$) (Table 1).

In this work, we investigated the effect of the melt superheat temperature of the experimental alloys on its supercooling, at which crystal nucleation occurs. To conduct the research, a physical modelling technique was developed and a special experimental setup was created (Fig. 1).

The research was carried out according to the following procedure. At the beginning of the experiments, three test samples of the same mass were prepared from each model alloy on an electronic balance (with a weighing accuracy of 0.01 g.) in quartz tubes with a diameter of 5 mm. To ensure the absolute identity of the melting and crystallization conditions of the model alloys, all three test tubes with the test samples 1 were simultaneously placed in a chamber 3 using a special mount (cassette) 2, into which a transparent coolant (water) was supplied from a thermostat 4 by a circulating pump. The temperature in the chamber was gradually increased at a given rate to a certain level in order to melt and superheat the model alloy. After appropriate exposure of the melt in the superheated state, it was cooled at a certain rate by cooling the coolant in the thermostat 3. To record the temperature of nucleation, thermocouples 5 were lowered into test tubes 1 with test samples, the signal from which, in the form of absolute temperature values in digits, was observed on the screen of a digital potentiometer 6

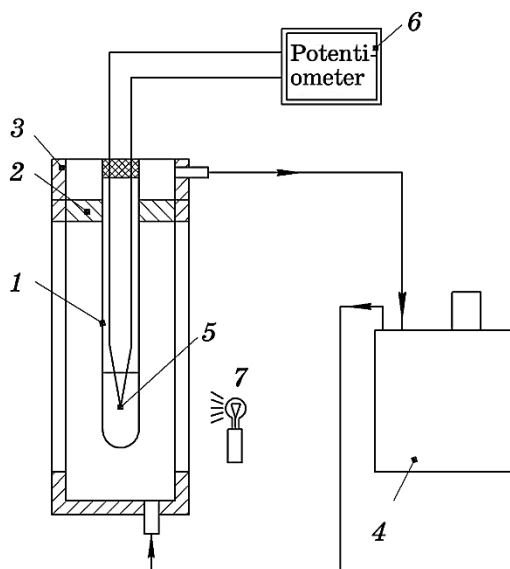


Fig. 1. General scheme of the experimental setup.

and stored on a memory card. From the memory card, these digital temperature values were converted into temperature curves for cooling the melts of the test media using a laptop in a special program. Characteristic features on the cooling temperature curve of the model medium (*i.e.*, when boards appear on it due to the release of crystallization heat) determined the amount of melt supercooling at which crystals are formed. In the experiments with a transparent model medium (diphenylamine, camphene), the nucleation of crystals was also observed visually through the transparent faces of the chamber. To improve the observation of the crystallization processes through the transparent faces of the chamber 3, the chamber was illuminated with a lamp 7.

3. RESULTS AND DISCUSSION

Initially, when developing the methodology, it was found that the range of supercooling (Δt^-) for the experimental metal alloys (Wood, Rose), *ceteris paribus*, was equal to $\pm 1^\circ\text{C}$. The range of supercooling (Δt^-) for organic media (diphenylamine, camphene) depended on their moisture saturation (they are hygroscopic substances) and, depending on the degree of their saturation, could differ from each other up to 5 times (Fig. 2, curves 1, 3). Therefore, the experimental samples from organic media were subjected to preliminary heat treatment at a temperature of 95°C for 60 minutes, after which they were tightly closed with a cork to prevent contact with the atmosphere. After the heat treatment, the scatter of supercooling (Δt^-) of the test samples from these media did not exceed $\pm 3^\circ\text{C}$ (Fig. 2, curves 2, 4).

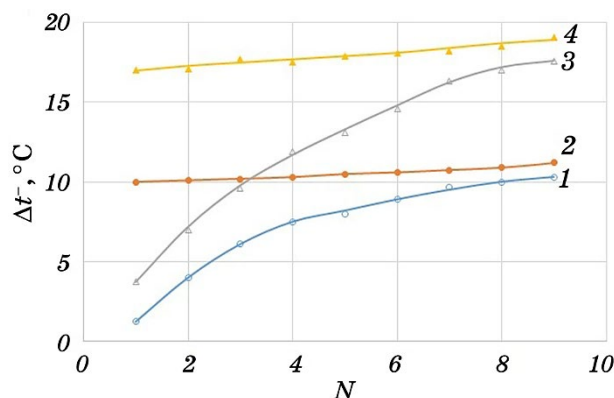


Fig. 2. Dependence of supercooling of camphene (1, 2) and diphenylamine (3, 4) alloys on the number of repeated tests of samples with a volume of $12 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3$ at overheating $\Delta t^+ = 10^\circ\text{C}$: 1, 3 without heat treatment; 2, 4—with heat treatment at 95°C for 60 min.

In the course of further studies, classical curves were obtained for all model media, confirming the dependence of supercooling before crystallization (Δt^-) on the magnitude of overheating of their melts (Δt^+) (Fig. 3). This pattern is explained in the literature by the deactivation of solid substrates and the melting of the crystalline phase in micropores on their surfaces [1]. However, we have previously obtained results in other experimental environments that show that the effect of melt overheating on its supercooling can be caused by a change in the concentration of limitedly soluble impurities [15]. In work [15], we saturated the salol melt with water vapor, as a result of which, during the first crystallization, its supercooling, *ceteris paribus*, was 6–7 times less than for an unsaturated melt. With an increase in the superheating temperature of the moisture-saturated melt of lard, its supercooling increased. Such an effect of the superheating temperature on the supercooling of the saturated with water vapor melt of the lard is most logically explained by a change in the concentration of a soluble impurity (water) in it. It is obvious that the solubility of water in the lard melt increases with increasing temperature, which results in changes in its physicochemical properties [15].

These researches on other model alloys (camphene, diphenylamine, Wood and Rose alloys) confirmed the results of our previous researches on salol and gallium. In addition, new data were obtained for all of the experimental alloys, confirming our hypothesis about the crucial role of limitedly soluble impurities in the dependence of the supercooling of metals before crystallization on the superheat temperature of their melts.

Let us consider the results obtained for the example of Wood and camphene alloys. Thus, Figure 4 shows the dependence of supercooling

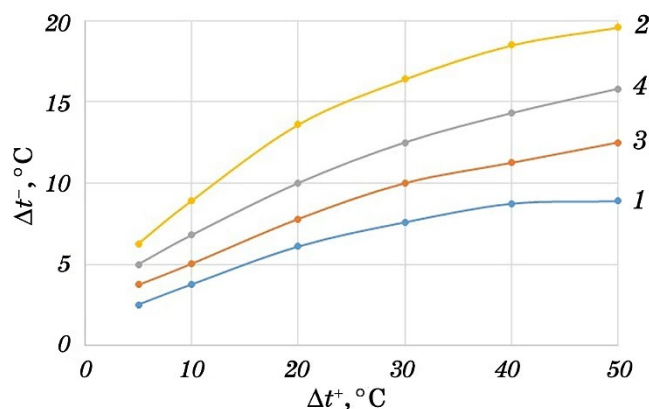


Fig. 3. Dependence of supercooling of samples from the studied model alloys with a volume of $12 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3$ on the overheating temperature for 2 min: Rose alloy (1); Wood alloy (2); camphene (3); diphenylamine (4).

(Δt^-) of Wood alloy on the volume of test samples for two superheat temperatures $\Delta t^+ = 10^\circ\text{C}$ (curve 1) and $\Delta t^+ = 25^\circ\text{C}$ (curve 3) with holding in the superheated state for 2 minutes under other identical experimental conditions. Curve 2 in Fig. 4 is based on the test data of samples obtained by combining two identical alloy samples that were overheated by 10°C and 25°C , respectively. Before combining, the temperature of the 25°C sample was slowly lowered to the overheating temperature of the other sample (*i.e.*, $\Delta t^+ = 10^\circ\text{C}$). Then the samples were combined into one tube (shown by arrows in Fig. 4) and the amount of supercooling (t^-) of the new sample obtained by mixing them was determined. As a result of the research, it was recorded that the supercooling for the new sample (Fig. 4, curve 2) was higher than the supercooling of sample 1 (Fig. 4, curve 1), which was overheated by $\Delta t^+ = 10^\circ\text{C}$.

In our opinion, the experiments with the combination of two identical samples superheated to different temperatures convincingly demonstrate that the change in their supercooling is not due to the deactivation of mechanical impurities. It would seem that no matter how much volume was added to the sample that produced a lower supercooling, the activity of the mechanical impurities or the crystals remaining in the pores on them should not have changed. However, more supercooling was required for the crystallization of all new samples (combined). This indicates that overheating changes the amount of supercooling of Wood alloy precisely due to changes in the concentration of limitedly soluble impurities.

In this case, the amount of supercooling should depend on the heating rate of the test sample, since it takes time for the concentration of soluble impurities to equalize throughout its volume by diffusion. The

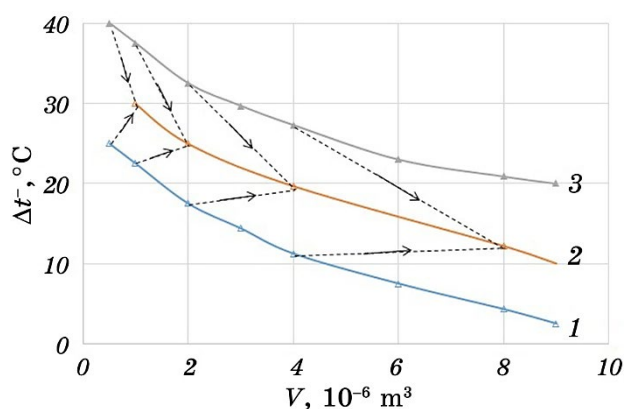


Fig. 4. Dependence of Wood alloy supercooling on the volume of the test sample: with overheating $\Delta t^+ = 10^\circ\text{C}$ (1); $\Delta t^+ = 25^\circ\text{C}$ (3); samples obtained by combining the corresponding samples of curves 1 and 2 (2).

corresponding experiment for all the test alloys confirmed that their supercooling significantly depends on the heating rate, *ceteris paribus*. Figure 5 shows the curves of dependence of Wood alloy supercooling on its heating rate and holding time in the superheated state. We can see that with an increase in the heating rate of Wood alloy from $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ to $44^{\circ}\text{C}/\text{min}$ with a short holding time in the overheated state ($\tau \leq 1$ min.), its supercooling decreases by more than 3 times. This result, in our opinion, is explained by the different degree of dissolution of the same impurities in the melt of this alloy. The dissolution of impurities in the melt of any metal occurs as a result of diffusion, which is a relatively long process in time. To ensure the homogeneity of the metal melt, it is necessary to ensure that it is held in an overheated state for a longer period of time. Indeed, a significant increase in the holding time of the Wood alloy melt in an overheated state ($\tau \geq 50$ min) has levelled this dependence.

In the next experiment, quartz powder (particle diameter 0.2 mm) was added to the camphene melt with a volume of $2 \cdot 10^{-6}\text{ m}^3$ in a 1:1 ratio. The purpose of this study was, firstly, to determine their effect on the diffusion of soluble impurities, and, secondly, to introduce additional crystallization centres (each powder particle should theoretically be a potential nucleus in the melt). To activate the quartz powder particles, several recrystallizations of the prototypes were performed. It was assumed that the effect of overheating on the melt supercooling was due to the influence of mechanical impurities, and that after activation of the quartz particles that had been in the solidified camphene, the supercooling should have decreased. But this did not happen in any of the repeated experiments.

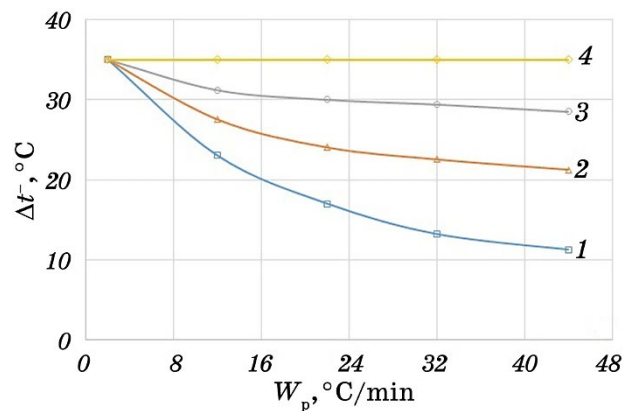


Fig. 5. Influence of the heating rate of a prototype sample of Wood alloy with a volume of $2 \cdot 10^{-6}\text{ m}^3$ on its supercooling: $\tau = 1$ min (1); $\tau = 20$ min (2); $\tau = 40$ min (3); $\tau = 50$ min (4).

The presence of quartz particles in the test sample of camphene led to an increase in the dependence of its supercooling on the holding time in the superheated state, in contrast to the control samples (Fig. 6). We can see that at low values of the holding time of the camphene melt in the superheated state ($\tau \leq 3$ min), its supercooling is less than for the control sample. At higher values of the holding time ($\tau \geq 3$ min), on the contrary, the supercooling of the powdered camphene is greater than for the control sample.

The obtained character of the supercooling curves in this figure, in our opinion, is due to the fact that in samples of camphene with quartz powder, the diffusion of soluble impurities is hampered both during heating and when the temperature decreases. That is, at low values of the holding time of camphene with powder in an overheated state ($\tau \leq 3$ min), impurities do not have time to completely dissolve (diffuse) in its melt and, accordingly, it crystallizes at a lower supercooling than the control sample. At high values of the holding time of camphene with powder ($\tau \geq 3$ min), impurities are completely dissolved in the melt, so their 'reverse diffusion' requires more time, during which its supercooling increases.

These results convincingly prove the decisive influence of soluble impurities on the dependence of supercooling of the studied model alloys on the superheat temperature of their melts. In general, the interest in this problem is due to the fact that the degree of supercooling of the metal melt (Δt^-) before crystallization affects the crystallization rate and the dispersion of the crystal structure of the cast metal [16]. The crystallization of metals is known to occur by the mechanism of normal crystal growth, in which the rate of crystal growth (R) is directly proportional to the supercooling of the melt (Δt^-) at the interface [16]:

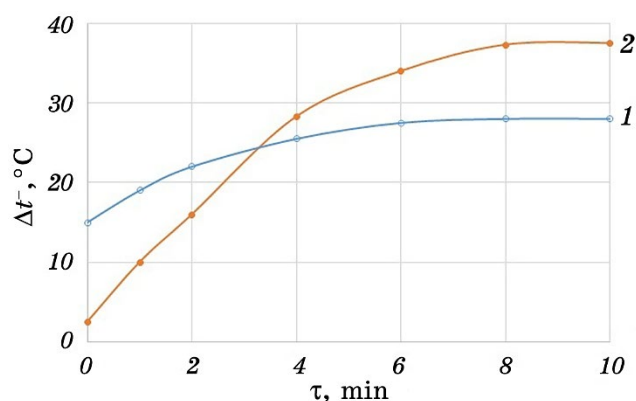


Fig. 6. Dependence of supercooling of a $2 \cdot 10^{-6}$ m³ camphene sample on the time of holding its melt in an overheated state: control sample (1); sample with quartz powder (2).

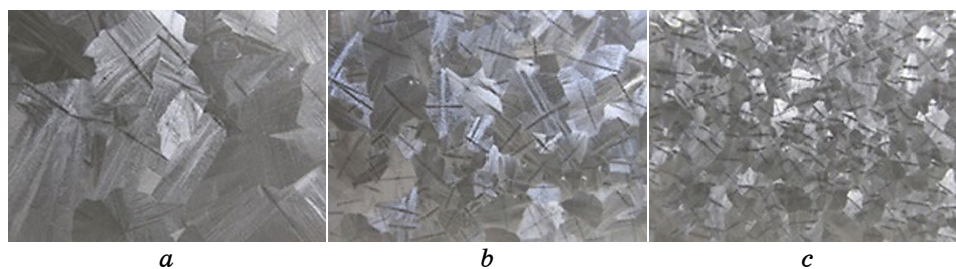


Fig. 7. The macrostructure of camphene depending on the supercooling at which it crystallizes: $\Delta t^- = 2^\circ\text{C}$ (a); $\Delta t^- = 12^\circ\text{C}$ (b); $\Delta t^- = 36^\circ\text{C}$ (c).

$$R = k \cdot \Delta t^-, \quad (1)$$

where k is the kinetic coefficient, which for metals has a value in the range of (1–40) m/s°C.

The effect of supercooling on the dispersion of the cast structure can be clearly seen on the example of crystallization of the model medium of camphene (Fig. 7), for which the size of the macro-grain of the ingot decreases significantly with increasing supercooling.

4. CONCLUSION

An original method of physical modelling was developed to study the effect of overheating of experimental alloy melts on their supercooling before crystallization, which allowed us to reliably record the moments of crystal nucleation in them. Using metal alloys (Wood and Rose) and organic media (diphenylamine and camphene), it was found that the effect of the melting superheat temperature on the degree of their supercooling before crystallization is due to the temperature dependence of the concentration of limitedly soluble impurities present in them.

It has been shown that by changing such parameters of melting and casting of metal alloys as superheat temperature, holding time in the superheated state, heating and cooling rates, *etc.*, it is possible to control the degree of supercooling of metal melts before their crystallization, and, accordingly, to influence the dispersion of the structures of cast billets (*i.e.*, the physical and mechanical properties of the cast metal).

REFERENCES

1. D. E. Ovsienko, *Zarozhdenie i Rost Kristallov iz Rasplava* [Nucleation and Growth of Crystals from the Melt] (Kyiv: Naukova Dumka: 1994).
2. A. A. Abramov, V. G. Tkachenko, A. A. Sherecky, I. N. Maksimchuk, and

- A. S. Vovchok, *Electron Microscopy and Strength of Materials: Collection of Scientific Works. Kyiv: IPM of the National Academy of Sciences of Ukraine*, **20**: 52 (2014) (in Russian).
3. Y. Jinku, Q. Qi, L. Lian, J. Qihua, and N. Dongying, *Phase Transitions*, **83**, No. 7: 543 (2010).
 4. Q. Mei and J. Li, *Materials*, **9**, No. 1: 1 (2016).
 5. B. A. Mueller and J. H. Perepezko, *Metall. Trans. A*, **18**: 1143 (1987).
 6. J. H. Perepezko, D. U. Furrer, and B. A. Mueller, *Dispersion Strengthened Aluminum Alloys* (Eds: Y-W. Kim, W.M. Griffith) TMS, Warrendale, PA, 1988, pp. 77-102.
 7. B. Yang, J. H. Perepezko, J. W. P. Schmelzer, Y. Gao, and C. Schick, *J. Chem. Phys.*, **140**: 1 (2014).
 8. B. Zhao, L. Li, F. Lu, Q. Zhai, B. Yang, C. Schick, and Y. Gao, *Thermochimica Acta.*, **603**: 2 (2015).
 9. M. J. Uttormark, J. W. Zanter, and J. H. Perepezko, *J. Cryst. Growth*, **177**: 258 (1997).
 10. V. D. Aleksandrov and S. A. Frolova, *Inorg. Mater.*, **40**, No. 3: 227 (2004) (in Russian).
 11. V. D. Aleksandrov and S. A. Frolova, *Russian Metallurgy*, **1**: 14 (2014) (in Russian).
 12. A. S. Nuradinov and M. R. Nakhaev, *Processes of Crystallization and Structure Formation of Cast Billets* (Grozny: FGBOU VO ChSU: 2020), p. 170 (in Russian).
 13. A. H. Dymnich and I. V. Korniets, *Fundamentals of the Theory of Similarity and Physical Modeling* (Kyiv: Nash Format: 2016), p. 172 (in Russian).
 14. S. P. Eronko and S. V. Bykovskikh, *Physical Modeling of Processes of Out-of-Furnace Treatment and Casting of Steel* (Kyiv: Tehnika: 1998), p. 136 (in Russian).
 15. A. S. Nuradinov, O. V. Nogovitsyn, V. P. Shkolarenko, I. R. Baranov, and I. A. Nuradinov, *Process of Casting*, **3**: 27 (2023) (in Ukrainian).
 16. V. A. Efimov and A. S. Eldarkhanov, *Technologies of Modern Metallurgy* (Moscow: Novie Tekhnologii: 2004), p. 784 (in Russian).