

A MONTHLY RESEARCH JOURNAL

METALLOPHYSICS AND ADVANCED TECHNOLOGIES

(Metallofizika i Noveishie Tekhnologii)

FOUNDED IN SEPTEMBER, 1979

Volume 47, No. 12; December 2025

CONTENTS

Editorial Announcements	Information for Foreign Subscribers	V
	Information for Contributors	VII
Interactions of Radiation and Particles with Condensed Matter	Structural Studies of Silver Nanoparticles in Hydrogel Composites <i>O. S. SUKHANEVYCH, I. V. OLKHOVYK, A. V. KOTKO, M. V. IURZHENKO, V. L. DEMCHENKO, D. V. KUNYTSKYI, V. B. NEIMASH, and G. E. MONASTYRSKYI</i>	1257
Physical and Technical Basis of Experiment and Diagnostics	Features of Seed Crystal Orientation for Plasma-Induction Growth of Profiled Molybdenum Single Crystals <i>V. O. SHAPOVALOV, V. V. YAKUSHA, Yu. O. NYKYTENKO, O. M. HNZIDYLO, Ye. V. MIROSHNYCHENKO, and Yu. A. KHOKHLOVA</i>	1269
Phase Transformations	Elasticity at Martensitic Inelastic Behaviour for Industrial NiTi, CuAlMn and Novel High-Entropy TiZrHfCoNiCu Shape-Memory Alloys <i>Yu. M. KOVAL, V. S. FILATOVA, V. V. ODNOSUM, O. A. SHCHERETSKYI, and G. S. FIRSTOV</i>	1281
Physics of Strength and Plasticity	The Influence of Low-Temperature Austenite Transformation in Weld Metal on the Residual Stress State of Welded Joints of Armor Steel <i>O. A. SLYVINSKYI, V. V. KVASNYTSKYI, O. V. PROKHORENKO, A. O. PEREPICHAY, Ye. V. ILLIASHENKO, I. M. LAHODZINSKYI, D. S. LEONOV, O. E. DATSIUK, and V. M. NESTERENKOV</i>	1295
	Peculiarities of the Mechanism of Structure Formation	

	in the Surface Layers of Cu ₃₉ Zn ₁ Pb Brass under Ultrasonic Impact Treatment <i>P. Yu. VOLOSEVYCH and B. M. MORDYUK</i>	1319
	Enhancement of the Fatigue Durability of D16T Aluminium Alloy by High-Frequency Mechanical-Impact Surface Modification <i>B. M. MORDYUK, O. S. GATSENKO, T. V. TURCHAK, O. I. BASKOVA, and O. S. KUSHNAROVA</i>	1335
	Study of the Stress State in a Wire During Deformation Using a New Combined Technology <i>A. V. VOLOKITIN, E. A. PANIN, and D. N. LAWRYNYUK</i>	1355

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.47.12>

МЕТАЛОФІЗИКА
ТА
НОВІТНІ ТЕХНОЛОГІЇ

ЩОМІСЯЧНИЙ НАУКОВИЙ ЖУРНАЛ
ЗАСНОВАНИЙ У ВЕРЕСНІ 1979 р.

Том 47, № 12; грудень, 2025

ЗМІСТ

Редакційні оголошення	Інформація для закордонних передплатників	V
	Інформація для авторів	VII
Взаємодії випромінювання та частинок із конденсованою речовиною	Структурні дослідження наночастинок срібла в гідрогелевих композитах <i>О. С. СУХАНЕВИЧ, І. В. ОЛЬХОВИК, А. В. КОТКО, М. В. ЮРЖЕНКО, В. Л. ДЕМЧЕНКО, Д. В. КУНИЦЬКИЙ, В. Б. НЕЙМАШ, Г. Є. МОНАСТИРСЬКИЙ</i>	1257
Фізико-технічні основи експерименту та діагностики	Особливості орієнтування зародкових кристалів за плазмово-індукційного вирощування профільованих монокристалів молібдену <i>В. О. ШАПОВАЛОВ, В. В. ЯКУША, Ю. О. НИКИТЕНКО, О. М. ГНІЗДИЛО, Є. В. МІРОШНИЧЕНКО, Ю. А. ХОХЛОВА</i>	1269
Фазові перетворення	Пружність за мартенситної непружної поведінки для промислових стопів NiTi, CuAlMn і нових високоентропійних стопів TiZrHfCoNiCu з пам'яттю форми <i>Ю. М. КОВАЛЬ, В. С. ФІЛАТОВА, В. В. ОДНОСУМ, О. А. ЩЕРЕЦЬКИЙ, Г. С. ФІРСТОВ</i>	1281
Фізика міцності та пластичності	Вплив низькотемпературного перетворення аустеніту в металі зварних швів на залишковий напружений стан зварних з'єднань броньової криці <i>О. А. СЛИВІНСЬКИЙ, В. В. КВАСНИЦЬКИЙ, О. В. ПРОХОРЕНКО, А. О. ПЕРЕПІЧАЙ, Є. В. ІЛЛЯШЕНКО, І. М. ЛАГОДЗІНСЬКИЙ, Д. С. ЛЕОНОВ, О. Е. ДАЦЮК, В. М. НЕСТЕРЕНКОВ</i>	1295
	Особливості механізму структуроутворення в поверхневих шарах латуні ЛС59-1 за ультразвукового ударного оброблення <i>П. Ю. ВОЛОСЕВИЧ, Б. М. МОРДЮК</i>	1319

	Підвищення втомної довговічності ступу алюмінію Д16Т високочастотним ударним модифікуванням поверхні <i>Б. М. МОРДЮК, О. С. ГАЦЕНКО, Т. В. ТУРЧАК, О. І. БАСКОВА, О. С. КУШНАРЬОВА</i>	1335
	Дослідження напруженого стану в дроті під час деформації за допомогою нової комбінованої технології <i>А. В. ВОЛОКІТІН, Є. А. ПАНІН, Д. Н. ЛАВРИНЮК</i>	1355

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 25.12.2025 р. Формат 70×100/16.

Ум. друк. арк. 9,43. Обл.-вид. арк. 8,67.

Тираж 55 пр. Зам. № 0000 від 29.12.2025 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.47.12>

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 і 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 чергові 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: 61.05.cp, 61.46.Df, 61.80.Fe, 68.37.Lp, 81.07.Pr, 81.40.Wx, 87.85.Rs

Структурні дослідження наночастинок срібла в гідрогелевих композитах

О. С. Суханевич*, І. В. Ольховик*, А. В. Котко***, М. В. Юрженко**,
В. Л. Демченко**, Д. В. Куніцький**, В. Б. Неймаш****,
Г. Є. Монастирський*

*Навчально-науковий фізико-технічний інститут,
НТУУ «Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського»,
просп. Берестейський, 37, корп. 1,
03056 Київ, Україна

**Інститут електрозварювання ім. Є. О. Патона НАН України,
вул. Казимира Малевича, 11,
03150 Київ, Україна

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

****Інститут фізики НАН України,
просп. Науки, 46,
03028 Київ, Україна

Corresponding author: Oleksandra Serhiyivna Sukhanevych
E-mail: Sukhanevych.oleksandra@lil.kpi.ua

Institute of Physics and Technology, Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute,
37 Beresteys'kyi Ave., UA-03056 Kyiv, Ukraine
E. O. Paton Electric Welding Institute of the N.A.S. of Ukraine,
11 Kazimir Malevich Str., UA-03150 Kyiv, Ukraine
I. M. Frantsevych Institute for Materials Science of the N.A.S. of Ukraine,
3 Omeljan Pritsak Str., UA-03142 Kyiv, Ukraine
Institute of Physics of the NAS of Ukraine,
46 Nauky Ave., UA-03028 Kyiv, Ukraine

Citation: O. S. Sukhanevych, I. V. Olkhovik, A. V. Kotko, M. V. Iurzhenko,
V. L. Demchenko, D. V. Kunytskyi, V. B. Neimash, and G. E. Monastyrskiy, Structural
Studies of Silver Nanoparticles in Hydrogel Composites, *Metallofiz. Noveishie
Tekhnol.*, 47, No. 12: 1257–1268 (2025), DOI: [10.15407/mfint.47.12.1257](https://doi.org/10.15407/mfint.47.12.1257)

© 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>)

Представлено результати дослідження структури наночастинок срібла, що утворюються внаслідок опромінення високоенергетичними електронами розчину нітрату Аргентуму в суміші полівінілового спирту та поліетиленгліколю. Методом рентгеноструктурної аналізи підтверджено відновлення нітрату Ag до металевого срібла внаслідок опромінення. Методом динамічного розсіювання світла встановлено, що у опроміненіх рідких розчинах, що містили AgNO_3 , розподіл частинок за розмірами є бімодальним. Методом просвітлювальної електронної мікроскопії встановлено наявність наночастинок срібла переважно сферичної форми та наночастинок Ag_2O .

Ключові слова: наночастинки срібла, гідрогель, опромінювання високоенергетичними електронами.

The article is concerned with the study of the structure of silver nanoparticles formed in a hydrogel as a result of irradiation of a solution of silver nitrate in a mixture of polyvinyl alcohol and polyethylene glycol by high-energy electrons. The reduction of Ag nitrate to metallic silver as a result of irradiation is confirmed by x-ray diffraction analysis. The dynamic light-scattering method confirms that, in irradiated liquid solutions of AgNO_3 , the nanoparticles' size distribution is bimodal. The presence of predominantly spherical silver nanoparticles and Ag_2O ones is revealed by transmission electron-microscopy method.

Key words: silver nanoparticles, hydrogel, high-energy electron irradiation.

(Отримано 18 березня 2025 р.; остаточн. варіант — 15 жовтня 2025 р.)

1. ВСТУП

Застосування «високоєфективних» засобів ураження під час воєнних дій в Україні спричинило зростаючий попит на засоби оброблення та лікування шкірних пошкоджень. Гідрогелеві пов'язки та гідробінти є сучасними ефективними засобами лікування й загоєння опікових та інших ран, що використовуються в медичних закладах, польових госпіталях і навіть у домашніх умовах. Полімерні гідрогелі, створені шляхом радіаційного зшивання полівінілового спирту (ПВС) і поліетиленгліколю (ПЕГ) із консистенцією, схожою на пружні драглі, можуть містити до 95% мас. води у 3D-сітці, складеній з полімерних ланцюгів, сполучених між собою ковалентними зв'язками [1]. На жаль, лікарські речовини, якими обробляється гідрогель, руйнуються під дією опромінення високоенергетичними електронами. Тому найперспективнішим антисептичним засобом, стійким до впливу таких електронів, є наносрібло, ефективне проти 650 видів бактерій і багатьох мікробів [2].

Авторами роботи [1] було підтверджено антибактеріальну дію створених пов'язок і можливість формування із нітрату Аргентуму наночастинок срібла у композиті ПВС–ПЕГ, опроміненому високоенергетичними електронами: за допомогою сканівної електронної

мікроскопії у досліджуваних зразках було виявлено наночастинки срібла розмірами у 40–70 нм і, ймовірно, їхні агрегати розмірами порядку декількох сотень нанометрів; оптична спектроскопія показала наявність піку плазмонного резонансу на довжині хвилі в діапазоні 402–417 нм, що є характерним для срібла. Проте детального дослідження структури одержаних наночастинок і підтвердження конверсії нітрату Аргентуму у валентне срібло наведено не було.

Метою даної роботи було дослідження структури наночастинок срібла в гідрогелевих композитах ПВС–ПЕГ.

2. МЕТОДОЛОГІЯ

Для приготування розчину гідрогелю використовувався полімер ПВС марки 17-99, ПЕГ марки 6000, дистильована вода та нітрат Аргентуму марки ЧДА. У роботі досліджували гідрогелеві нанокмполіти з масовими частками компонентів: ПВС — 12%, ПЕГ — 1,5%, нітрату Аргентуму марки ЧДА — 0,01%, 0,1% й 1,0%, дистильованої води — 86,49%, 86,4% й 85,5% залежно від вмісту AgNO_3 у суміші. Електронно-мікроскопічні дослідження виконували на рідких розчинах, що містили наночастинки срібла.

Для приготування гідрогелевого композиту у розчин солі Аргентуму в дистильованій воді додавався полівініловий спирт і поліетиленгліколь, після чого суміш нагрівалася на паровій бані (рис. 1) до 90°C за постійного помішування механічною мішалкою, що обертається двигуном із кутовою швидкістю $\omega \cong 0,5$ об/сек.

Після розчинення полімерів посудина, в якій готувався розчин, накривалася кришкою для зменшення втрат на випаровування води та запобіження фотокаталітичній дії світла на AgNO_3 . Суміш охолоджувалася до $\cong 50^\circ\text{C}$ для завершення гідратації полімерів, після чого розчин фасувався по 50 мл у поліетиленові zip-lock-пакети розміром 10×12 см. Зразки надалі поміщалися в холодильник між двома скляними поверхнями для забезпечення рівномірного шару гідрогелю товщиною у 3 мм вздовж площини пакету. Зазначимо, що синтезовані пов'язки (зразки у zip-lock-пакетах) змінювали колір залежно від вмісту нітрату Аргентуму в них (рис. 2).

Для приготування рідких зразків використовувалася дистильована вода, ПВС марки 17-99 і нітрат Аргентуму. Процес виготовлення рідин на паровій бані — аналогічний виготовленню гідрогелевих зразків. Після охолодження зразки фасувалися у мікропробірки з кришкою типу «Еппендорф» загальним об'ємом у 1,5 мл і зберігалися за кімнатної температури у темному місці для запобіження фотокаталітичній дії світла на нітрат Аргентуму.

Гідрогелеві пов'язки та рідкі розчини було опромінено високоенергетичними електронами з дозами у 33–198 кГр залежно від вмісту солі Ag в них (це детально описано в роботі [3]). Охолоджені в хо-

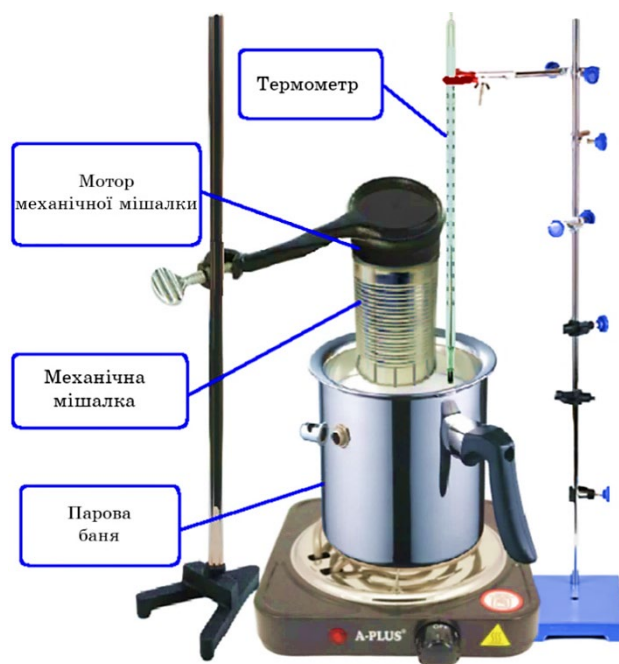


Рис. 1. Схема установки для приготовления гидрогелевого раствора та рідких зразків.

Fig. 1. Scheme of the setup for preparing hydrogel solution and liquid samples.

лодильнику запаковані гідрогелеві зразки поміщалися у плоский металевий каркас, що забезпечує підтримку у гнучкому поліетиленовому zip-lock-пакеті рівномірного шару гідрогелю товщиною у 3 мм. Площина пов'язки була перпендикулярна до потоку електронів, що генеруються лінійним пришвидшувачем електронів «Електроніка ЛПЕ-4» в імпульсному режимі з номінальною енергією у 4 МеВ.

Структуру зразків досліджували методом ширококутного розсіювання Рентгенових променів на дифрактометрі XRD-7000 (Shimadzu, Японія), рентгенооптичну схему якого виконували шляхом пропускання первинного пучка через зразок, з використанням $\text{CuK}\alpha$ -випромінювання ($\lambda = 1,54 \text{ \AA}$) і графітового монохроматора за температури $T = 20 \pm 2^\circ\text{C}$. Аналіза структури рідких зразків виконувалася методом просвітлювальної електронної мікроскопії з використанням мікроскопа JEM-100CX (Jeol, Японія). Оброблення зображень виконувалося за допомогою програмного забезпечення ImageJ. Розміри частинок у рідких зразках встановлювалися методом динамічного розсіювання світла із використанням приладу LiteSizer 500 виробництва компанії Anton Paar (Австрія).

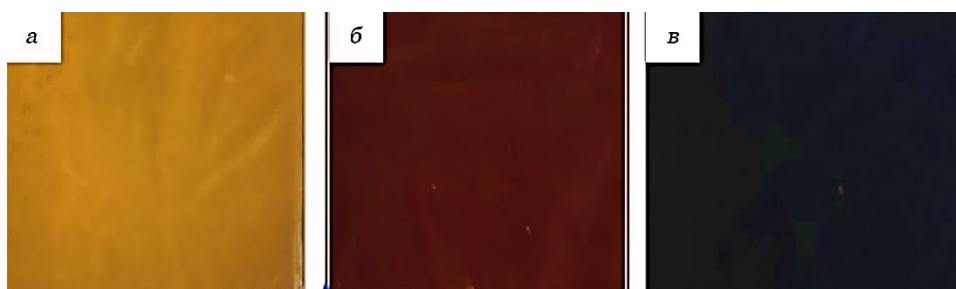


Рис. 2. Синтезовані гідрогелеві суміші з масовими частками нітрату Аргентуму: а) 0,01%, б) 0,1%, в) 1,0%.

Fig. 2. Synthesized hydrogel mixtures with mass fractions of silver nitrate: а) 0.01%, б) 0.1%, в) 1.0%.

3. РЕНТГЕНОСТРУКТУРНІ ДОСЛІДЖЕННЯ

Було проведено рентгеноструктурну аналізу синтезованих композитів з нітратом Аргентуму та металічними наночастинками срібла у зразках після їх опромінення. Було встановлено, що полімерні матеріали ПВС і ПЕГ характеризуються напівкристалічною структурою (рис. 3).

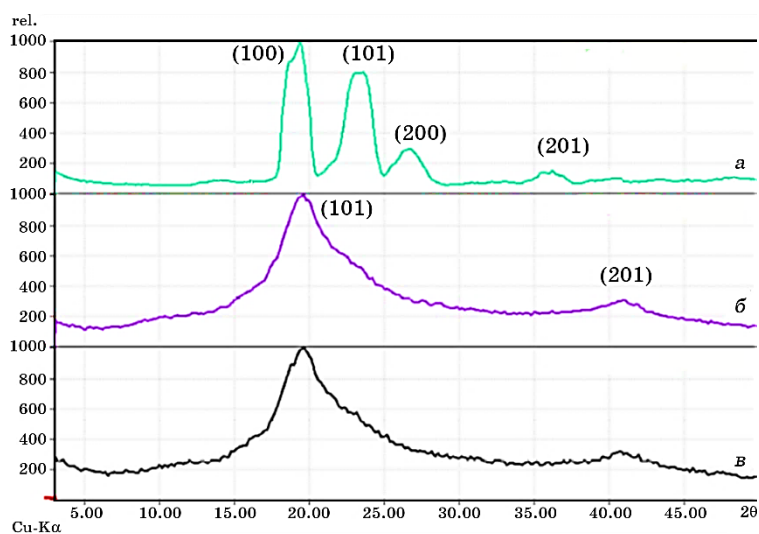


Рис. 3. Порівняння дифрактограм плівок на основі: а) ПЕГ, б) ПВС, в) ПЕГ+ПВС.

Fig. 3. Comparison of diffraction patterns of films based on: а) PEG, б) PVA, в) PEG+PVA.

Аналіза рентгенівських дифрактограм зразків досліджуваних полімерів показала, що введення 12,5% ПЕГ-6000 до складу ПВС не впливає на структуру ПВС; водночас, відсутня зміна кутового положення та відношення інтенсивностей дифракційних максимумів на дифрактограмі ПВС–ПЕГ (рис. 3). Зокрема, зареєстровано практично однаковий відносний рівень кристалічності ПВС і його суміші з ПЕГ — 46% і 47% відповідно; а ступінь кристалічності ПЕГ становить 88%.

Аналіза рентгенівських дифрактограм зразка ПВС–ПЕГ до та після опромінення високоенергетичними електронами показала, що у зразка, опроміненого дозою у 33 кГр, спостерігається інтенсивний дифракційний пік $(101)_{\text{ПЕГ}}$ на куті $23,4^\circ$, на відміну від неопроміненого зразка. Це вказує на збільшення кристалічності зразка ПВС–ПЕГ після опромінення (рис. 4).

На дифрактограмі неопроміненої плівки, наповненої нітратом Аргентуму не спостерігаються піки, характерні для валентного срібла. Це свідчить про те, що процес синтезу гідрогелевої суміші на паровій бані не впливає на відновлення частинок срібла із солі Ag (рис. 5). Проте, на цих дифрактограмах спостерігається пік на куті у $9,2^\circ$, який відповідає піку $(100)\text{AgNO}_3$, забороненому із міркувань кристалографічної симетрії. Аналогічний результат було одержано у роботі [4], де припускається, що цей пік може виникати внаслідок

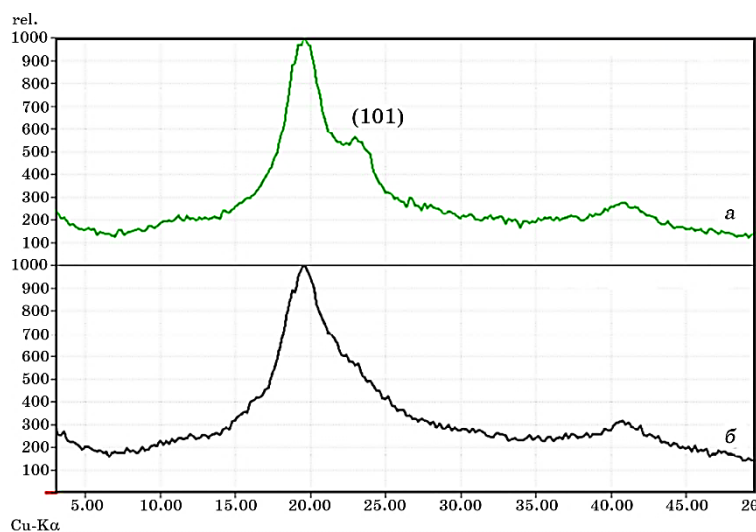


Рис. 4. Порівняння дифрактограм плівки ПВС–ПЕГ без додавання нітрату Аргентуму: а) опроміненої дозою у 33 кГр, б) неопроміненої.

Fig. 4. Comparison of diffraction patterns of PVA–PEG film without the addition of silver nitrate: a) irradiated with a dose of 33 kGy, b) and unirradiated.

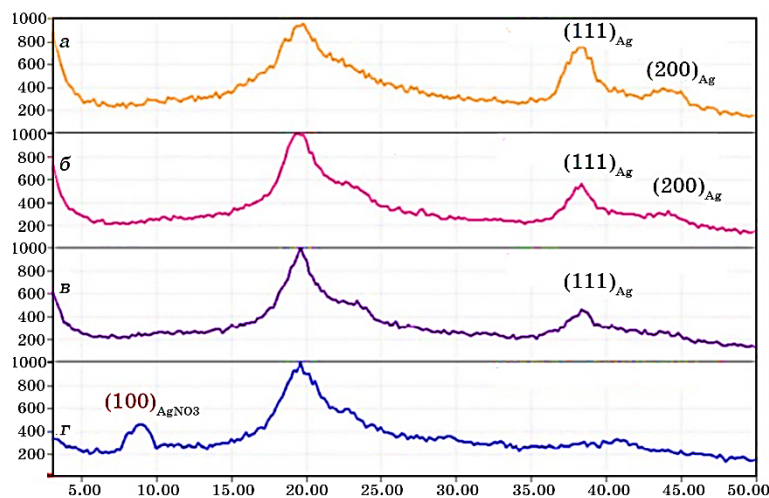


Рис. 5. Порівняння дифрактограм плівок з додаванням нітрату Аргентуму, опромінених дозами у: а) 132 кГр, б) 66 кГр, в) 33 кГр, г) 0 кГр.

Fig. 5. Comparison of diffraction patterns of films with the addition of silver nitrate irradiated with doses of: a) 132 kGy, b) 66 kGy, c) 33 kGy, d) 0 kGy.

розсіювання на атомних площинах деяких полімер-кристалічних комплексів PVC-Ag^+ , і підтверджується відсутністю таких піків для опромінених зразків.

Не було виявлено піків, характерних для металічного срібла, і на дифрактограмах зразків, які містили Ag в розрахунку на масову частку нітрату Аргентуму у 0,01% і 0,1%, ймовірно, через низьку концентрацію валентного срібла, відновленого з нітрату Аргентуму.

На дифрактограмі плівки, наповненої нітратом Аргентуму з масовою часткою у 1,0% та опроміненої дозою у 33 кГр, можна побачити один дифракційний максимум при куті у $38,2^\circ$ з індексами (111), характерний для Ag^0 (рис. 5). Зі збільшенням дози опромінення вдвічі з'явився другий максимум при куті у $44,3^\circ$ з індексами (200), який також характеризує структуру металічного срібла. Це свідчить про утворення більшої кількості валентного срібла, що відновилося з солі. За максимальної застосованої в дослідженні дози опромінення відновилася найбільша кількість Ag^0 з AgNO_3 , оскільки обидва піки при кутах у $38,2^\circ$ і $44,3^\circ$ стали більш інтенсивними.

4. ДОСЛІДЖЕННЯ РІДКИХ РОЗЧИНІВ МЕТОДОЮ ДИНАМІЧНОГО РОЗСІЮВАННЯ СВІТЛА

Методом динамічного розсіювання світла одержано розподіл нано-

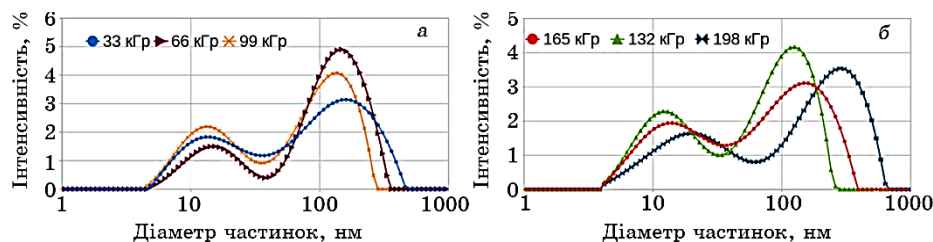


Рис. 6. Розподіл розмірів наночастинок за інтенсивністю.

Fig. 6. Nanoparticles' size distribution by intensity.

частинок за розмірами у опромінених рідких розчинах.

Розподіл частинок за інтенсивністю (рис. 6) характеризується двома піками з максимумами при 15 нм–20 нм і 140 нм–240 нм, залежно від дози опромінення. Можна припустити, що перший пік відповідає поодиноким наночастинкам срібла, другий — їхнім агрегатам. Останнє припущення підтверджується тим, що положення другого піку має істотний розкид, на що істотно впливають параметри приготування розчинів (час змішування, час витримки перед міряннями тощо).

5. СТРУКТУРНІ ДОСЛІДЖЕННЯ РІДКИХ РОЗЧИНІВ

Атомовий склад, структура та розміри утворених в процесі опромінення частинок (для співставлення із виміряними методом динамічного розсіювання світла) досліджувалися методом просвітлювальної електронної мікроскопії в рідких зразках, опромінених дозами у 33 кГр і 198 кГр.

На рисунку 7, а показано окрему сферичну частинку у розчині, опромінену дозою у 33 кГр. Діаметр частинки становить 83 нм, що лежить в межах розподілу, одержаного методами динамічного розсіювання світла. На електронограмі на рис. 7, б від частинки спостерігаються концентричні кільця від вуглецевої плівки, а рефлекси, розташовані на паралельних прямих, відповідають осі зони (111) ГЦК-структури на рис. 7, в. Параметри ґратниці $d = 2,29\text{--}2,43$ Å, обраховані за віддальми між сусідніми максимумами, симетричними відносно центра дифракційної картини, в межах 3% відповідають параметру ґратниці срібла $d_{111} = 2,36$ Å.

На рисунку 8, а показано агрегат із двох частинок в оболонці, утворений у розчині за опромінення дозою у 198 кГр. На електронограмі від агрегату на рис. 8, б спостерігається система рефлексів від Ag_2O та двох частинок срібла, позначених як AgI і AgII на рис. 8, в. Визначені значення міжплощинної віддалі для двох найбільш інтенсивних рефлексів відповідають $d_{111} = 2,72 (\pm 3\%)$ Å у оксиді Ар-

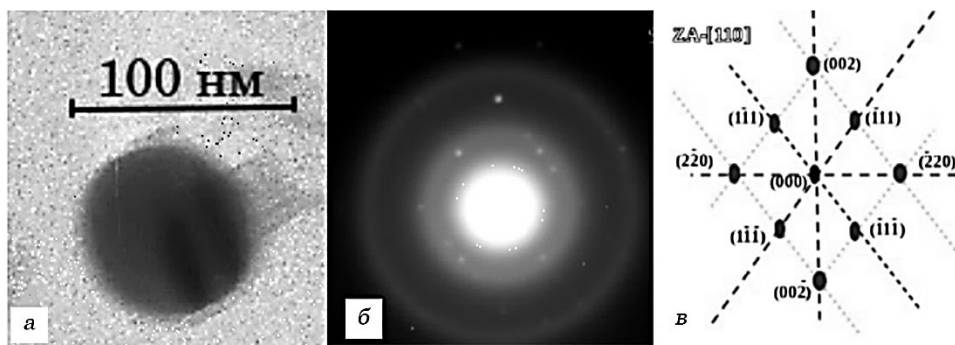


Рис. 7. Сферична частинка срібла у розчині, опромінену дозою у 33 кГр: а) світлопільне зображення, б) електронограма, в) інтерпретація електронограми.

Fig. 7. A spherical particle in a solution irradiated with a dose of 33 kGy: a) bright-field image, b) electron-diffraction pattern, c) interpretation of the electron-diffraction pattern.

гентаму. Ще один, менш інтенсивний рефлекс в межах похибки у 3% відповідає $d_{200} = 2,1 \text{ \AA}$ у валентному сріблі. Отже, досліджуваний агломерат — це кластер, який складається зі сферичної та еліпсоїдної частинки срібла в оксидній оболонці.

Значення міжплощинної віддалі для декількох частинок в оболонці (рис. 9) у розчині, опромінену дозою у 33 кГр, в межах похибки мікродифракції (3%) відповідає $d = 3,35 + 0,03 \cdot 3,35 = 3,45 \text{ \AA}$ для (110) оксиду Аргентуму.

Довжина утвореного кластера становить 54 нм, а ширина — 29

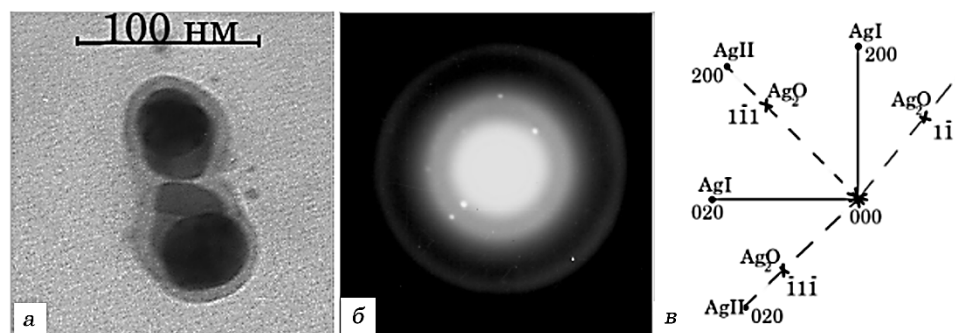


Рис. 8. Агломерат у розчині, опромінену дозою у 198 кГр: а) світлопільне зображення, б) електронограма, в) інтерпретація електронограми.

Fig. 8. Agglomerate in a solution irradiated with a dose of 198 kGy: a) bright-field image, b) electron-diffraction pattern, c) interpretation of the electron-diffraction pattern.

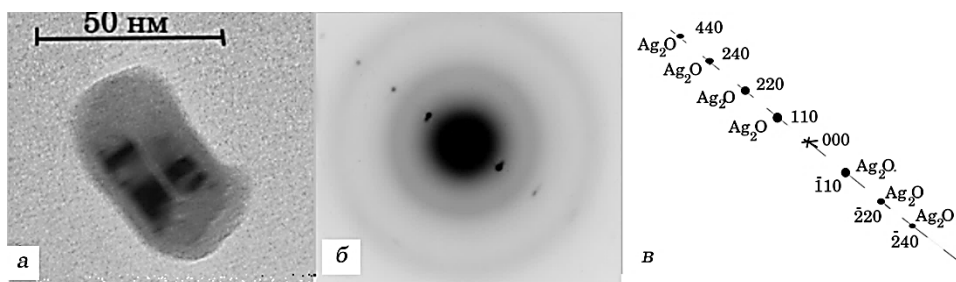


Рис. 9. Частинки у оболонці в розчині, опромінені дозою у 33 кГр: а) світлопільне зображення, б) електронограма, в) інтерпретація електронограми.

Fig. 9. Particles within the shell in a solution irradiated with a dose of 33 kGy: a) bright-field image, b) electron diffraction pattern, c) interpretation of the electron diffraction pattern.

нм. Розміри включень Ag_2O становлять $27 \text{ нм} \times 9,6 \text{ нм}$ і $17 \text{ нм} \times 6,4 \text{ нм}$ відповідно. Одержані значення узгоджуються із результатами, визначеними методами динамічного розсіювання світла.

Довжина та ширина пентагон-додекаедричного кластера (рис. 10), утвореного в розчині, опромінені дозою у 33 кГр, становлять $78,2 \text{ нм}$ і $75,5 \text{ нм}$ відповідно. Значення міжплощинних віддалей лежать у межах $3,25\text{--}3,45 \text{ нм}$; тому відповідають значенню $d = 3,35$ для (110) оксиду Аргентуму. Найбільш темна область, ймовірно, є сріблом розмірами $22,6 \text{ нм} \times 18,6 \text{ нм}$.

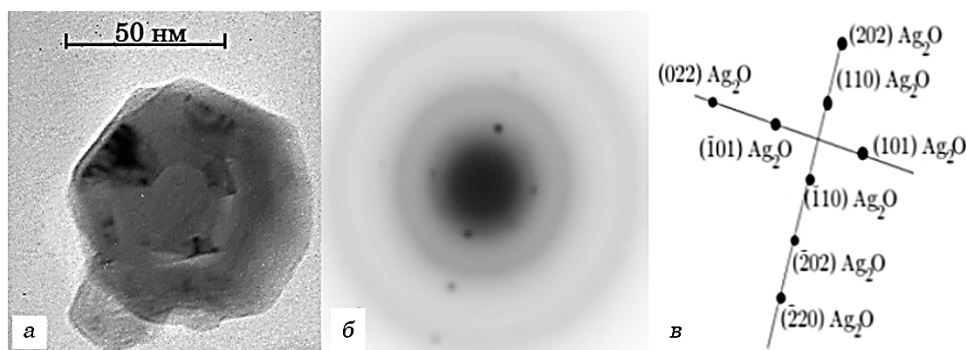
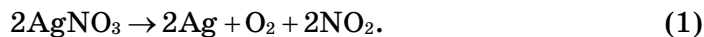


Рис. 10. Пентагон-додекаедричний кластер у розчині, опромінені дозою у 33 кГр: а) світлопільне зображення, б) електронограма, в) інтерпретація електронограми.

Fig. 10. Agglomerate in a solution irradiated with a dose of 198 kGy: a) bright-field image, b) electron-diffraction pattern, c) interpretation of the electron-diffraction pattern.

У досліджуваних опромінених рідких розчинах спостерігається два типи частинок — поодинокі, переважно сферичні наночастинки срібла та частинки в оксидній оболонці різної форми. Оксидна оболонка деяких із них є набагато більшою за розміри наночастинки срібла, навколо якої оболонка була утворена.

Слід зазначити, що оксид Аргентуму не міг бути утворений в процесі приготування розчину навіть під дією світла або під час нагрівання. В реакції, що відбувається водночас, утворюється молекулярний Оксиген:



Ag легко окиснюється атомарним або йонізованим Оксигеном, але не молекулярним [5]. У дослідженні [6] показано, що окиснення срібла може бути ініційовано йонізованим Оксигеном, дисоційованим опроміненням електронним променем, а в роботі [7] показали оборотне окиснення та відновлення, яким можна керувати, змінюючи потужність дози електронного пучка.

Хоча оксид Аргентуму також проявляє антибактеріальну активність [8, 9], однак наночастинки срібла більш активні [10, 11]. Тому критично важливо вибрати оптимальну дозу опромінення, що з одного боку мінімізує кількість наночастинок Ag_2O , а з другого є достатньо високою, щоб процес утворення атомарного Аргентуму був швидким.

6. ВИСНОВКИ

Методами рентгеноструктурної аналізи та просвітлювальної електронної мікроскопії було встановлено, що опромінення зразків пучком високоенергетичних електронів спричиняє відновлення Ag із його солі AgNO_3 . Методом динамічного розсіювання світла у опромінених рідких розчинах, які містили AgNO_3 , підтверджено наявність наночастинок срібла розмірами від 15 до 240 нм. Водночас розподіл частинок за розмірами є бімодальним, що вказує на утворення агломератів частинок. Методом просвітлювальної електронної мікроскопії встановлено наявність у рідких опромінених розчинах наночастинок срібла переважно сферичної форми й окиснених частинок Аргентуму — Ag_2O . Хоча наявність оксиду Аргентуму безпосередньо в гідрогелях не досліджувалася, результати одержані для розчинів вказують на необхідність підбору оптимальної дози опромінення, яка мінімізує кількість наночастинок Ag_2O , і водночас є достатньо високою, щоб процес утворення атомарного Аргентуму був якомога більш повним.

Роботу частково виконано в рамках проєкту Національного фонду досліджень України «Розробка біополімерних нанокомпозитних

матеріалів для стимуляції регенерації живих тканин і загоєння ран» (реєстраційний номер проекту 2023.05/0009).

ЦИТОВАНА ЛІТЕРАТУРА—REFERENCES

1. V. B. Neimash, H. D. Kupianskyi, I. V. Olkhovyk, V. I. Styopkin, P. M. Lytvychuk, V. Yu. Povarchuk, I. S. Roguts'kyi, Yu. A. Furmanov, and S. M. Titrenko, *Ukr. J. Phys.*, **64**, No. 1: 41 (2019).
2. Д. С. Савченко, *Запорізький медичний журнал*, **4**: 73 (2012); D. S. Savchenko, *Zaporizhzhia Medical Journal*, **4**: 73 (2012) (in Ukrainian).
3. О. С. Суханевич, М. В. Юрженко, І. В. Ольховик, В. Л. Демченко, Г. Є. Монастирський, *Матеріали XXI Науково-практичної конференції студентів, аспірантів та молодих вчених «Теоретичні і прикладні проблеми фізики, математики та інформатики» (11–12 травня 2023 р., Київ, Україна)*; O. S. Sukhanevych, M. V. Yurzhenko, I. V. Olkhovyk, V. L. Demchenko, and G. E. Monastyrsky, *Materialy XXI Naukovo-Praktychnoyi Konferentsiyi Studentiv, Aspirantiv ta Molodykh Vchenykh 'Teoretychni i Prykladni Problemy Fyzyky, Matematyky ta Informatyky'* [Materials of the XXI Scientific and Practical Conference of Students, Postgraduate Students and Young Scientists 'Theoretical and Applied Problems of Physics, Mathematics and Informatics'] (May 11–12, 2023, Kyiv, Ukraine) (in Ukrainian).
4. H. M. Zidan, *Polymer Testing*, **18**, Iss. 6: 449 (1999).
5. W. M. Moore and P. J. Codella, *J. Phys. Chem.*, **92**, Iss. 15: 4421 (1988).
6. L. Sun, K. W. Noh, J.-G. Wen, and S. J. Dillon, *Langmuir*, **27**, Iss. 3: 14201 (2011).
7. H. Sheng, H. Zheng, S. Jia, M. K. Y. Chan, T. Rajh, J. Wang, and J. Wen, *Nanoscale*, **11**, Iss. 22: 10756 (2019).
8. A. Roy, S. K. Srivastava, S. L. Shrivastava, and A. K. Mandal, *ACS Omega*, **5**, Iss. 50: 32617 (2020).
9. S. Sajjad, F. Arshad, B. Uzair, S. A. K. Leghari, S. Noor, and M. Maaza, *ChemistrySelect*, **4**, Iss. 35: 10365 (2019).
10. S. Hamdiani and Y.-F. Shih, *Modern Phys. Lett. B*, **36**, No. 6: 2150598 (2022).
11. V. L. Demchenko, S. M. Kobylinskyi, S. V. Riabov, V. I. Shtompel, M. V. Iurzhenko, and N. P. Rybalchenko, *Appl. Nanosci.*, **10**, No. 12: 5409 (2020).

PACS numbers: 61.05.cp, 64.70.dg, 81.05.Bx, 81.10.Aj, 81.10.Fq, 81.30.Fb, 81.40.Ef

Особливості орієнтування зародкових кристалів за плазмово-індукційного вирощування профільованих монокристалів молібдену

В. О. Шаповалов, В. В. Якуша, Ю. О. Никитенко, О. М. Гніздило,
Є. В. Мірошниченко, Ю. А. Хохлова

*Інститут електрозварювання ім. Є. О. Патона НАН України,
вул. Казимира Малевича, 11,
03150 Київ, Україна*

У роботі представлено результати дослідження орієнтації зародкових монокристалів молібдену для подальшого використання них під час плазмово-індукційного вирощування профільованих монокристалічних зливків. Запропоновано методику визначення кристалографічної орієнтації зародкових кристалів на основі аналізу характеру тріщин, що формуються на їхній поверхні після електроерозійного різання, у поєднанні з даними ширококутної рентгенівської дифракції. Показано, що характер утворених тріщин корелює з орієнтацією площин типу $\{100\}$ в об'ємноцентрованої кубічній (ОЦК) ґратниці молібдену, що дає змогу ідентифікувати площини $\{111\}$, $\{112\}$ й $\{110\}$ без застосування методу Лауе. Встановлено, що вирощування монокристалічних пластин із зародкових кристалів, орієнтованих у площині $\{111\}$, забезпечує формування профільованих монокристалів із бічними гранями типу $\{110\}$ і площиною нарощування $\{112\}$. Одержані результати підтверджено рентгеноструктурною аналізою, яка засвідчила високу точність орієнтації вирощених зразків. Прак-

Corresponding author: Viktor Oleksandrovysh Shapovalov
E-mail: vash52@ukr.net

*E. O. Paton Electric Welding Institute, N.A.S. of Ukraine,
11 Kazymyr Malevych Str., UA-03150 Kyiv, Ukraine*

Citation: V. O. Shapovalov, V. V. Yakusha, Yu. O. Nykytenko, O. M. Hnizdylo, Ye. V. Miroshnychenko, and Yu. A. Khokhlova, Features of Seed Crystal Orientation for Plasma-Induction Growth of Profiled Molybdenum Single Crystals, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **47**, No. 12: 1269–1280 (2025) (in Ukrainian). DOI: [10.15407/mfint.47.12.1269](https://doi.org/10.15407/mfint.47.12.1269)

© 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>)

тичне значення роботи полягає у спрощенні та підвищенні точності орієнтування зародкових монокристалів під час плазово-індукційного вирощування профільованих монокристалів молібдену, що є важливим для створення елементів силової лазерної та діагностичної оптики.

Ключові слова: монокристал молібдену, плазово-індукційне вирощування, орієнтування зародкового кристалу, електроерозійне різання, рентгенівська дифракція, кристалографічна орієнтація.

This work presents the results of studying the orientation of seed molybdenum single crystals for subsequent use of them in plasma-induction growth of profiled single-crystal ingots. A methodology is proposed for determining the crystallographic orientation of seed crystals based on the analysis of crack patterns formed on their surface after electrical-discharge machining combined with wide-angle x-ray diffraction data. As shown, the configuration of the cracks correlates with the orientation of {100}-type planes within the body-centred cubic (b.c.c.) lattice of molybdenum, enabling the identification of the {111}, {112}, and {110} planes without applying the Laue method. As established, the growth of single-crystal plates from seed crystals oriented in the {111} plane ensures the formation of profiled single crystals with {110}-type side facets and the {112} growth plane. The obtained results are confirmed by x-ray diffraction analysis, which demonstrates the high accuracy of the orientation of the grown samples. The practical significance of this work lies in simplifying and improving the accuracy of seed-crystal orientation during plasma-induction growth of profiled molybdenum single crystals that is essential for the development of high-power laser and diagnostic optical components.

Key words: molybdenum single crystal, plasma-induction growth, seed-crystal orientation, electroerosion cutting, x-ray diffraction, crystallographic orientation.

(Отримано 24 листопада 2025 р.; остаточн. варіант — 25 листопада 2025 р.)

1. ВСТУП

Серед значної кількості відомих тяжкотопких металів найбільш широко залученими до промислового та комерційного виробництва є вольфрам, тантал, ніобій і молібден [1]. Завдяки поєднанню унікальних фізико-хімічних властивостей ці метали належать до стратегічно важливих матеріалів, а дослідження, спрямовані на удосконалення технологій одержання них і розширення сфер застосування, залишаються надзвичайно актуальними. Їх можна розглядати як безальтернативні конструкційні матеріали для високотемпературної техніки.

Вироби з тяжкотопких металів широко застосовують у ядерній і термоядерній енергетиці, космічній техніці, силовій лазерній оптиці, рентгенівській апаратурі й у інших високотехнологічних га-

лузях [2–7]. Традиційно для їхнього топлення використовують висококонцентровані джерела теплоти — електричну дугу, електронний промінь або низькотемпературну плазму. Останніми роками інтенсивно розвиваються технології адитивного (3D) друку з використанням лазерних джерел енергії, які відкривають нові можливості для формування складних виробів із тяжкотопких металів.

Згідно з аналітичним оглядом [8], у 2021–2022 рр. спостерігався пік публікаційної активності у сфері 3D-друку тяжкотопких металів та їхніх стопів. Однак уже у 2024 р. кількість наукових робіт з цієї тематики зменшилася майже удвічі, що пов'язане, передусім, із низькою якістю сформованих виробів — наявністю тріщин, пористості та структурної неоднорідності.

Плазмово-індукційна технологія вирощування профільованих монокристалів тяжкотопких металів, реалізована за принципом адитивного нарощування, дає змогу усунути зазначені недоліки. Ця технологія забезпечує формування орієнтованих монокристалічних зливків вольфраму та молібдену у вигляді пластин розміром 160×170×20 мм без тріщин і грубої пористості [9]. Монокристалічна структура матеріалу дає змогу додатково використовувати анізотропію його фізичних властивостей, зокрема емісійної здатності (для оболонок термoeмісійних перетворювачів) [10] та відбивної здатності (для елементів силової та діагностичної оптики) [11, 12].

За результатами досліджень [10] застосування вольфраму з орієнтацією (110) для виготовлення емітерних оболонок паливних елементів ядерних реакторів дає змогу підвищити коефіцієнт корисної дії збірки до 19%.

Як і для більшості рідкофазних методів вирощування монокристалів, одним із ключових елементів плазмово-індукційної технології є наявність зародкового кристалу, від бічної поверхні якого ініціюється пошарове нарощування монокристалічного зливка [13]. Зазвичай як зародки використовують монокристалічні прутки діаметром у 15–20 мм, одержані методом безтигльового електронно-променевого зонного топлення. Первинний контроль їхньої монокристалічності виконують методом електрохімічного щавлення [14]. Прошавлена поверхня таких прутків характеризується чергуванням матових і блискучих поздовжніх смуг, просторове розташування яких корелює зі стереографічною орієнтацією кристалу. На рисунку 1 наведено стереографічні проекції осей симетрії ОЦК-кристалів з трьома базовими полюсами. Оскільки в плазмово-індукційному процесі зародковий кристал розташовується горизонтально, орієнтування бічних граней вирощуваного монокристалу здійснюють шляхом обертання зародка навколо його поздовжньої осі на заданий кут відповідно його стереографічній проекції.

Для визначення орієнтації зародкових кристалів зазвичай застосовують метод Лауе. Однак на практиці під час встановлення зоріє-

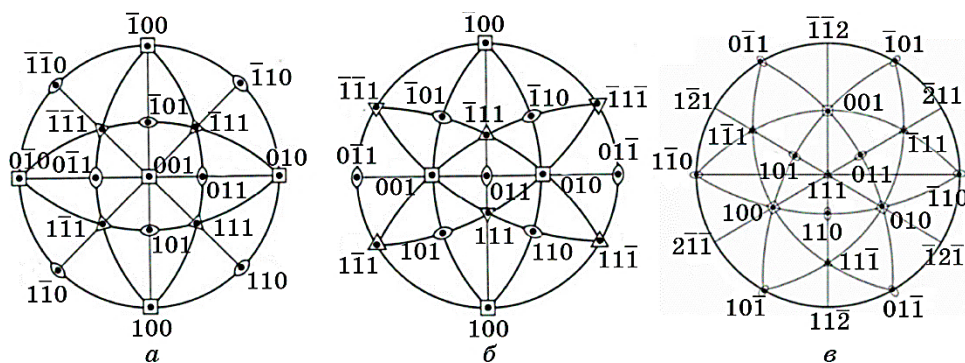


Рис. 1. Стереографічні проєкції осей симетрії в ОЦК-кристалах: полюс $[001]$ (а), полюс $[011]$ (б), полюс $[111]$ (в).

Fig. 1. Stereographic low-indices' projections of in b.c.c. crystals: $[001]$ orientation (a), $[011]$ orientation (b), $[111]$ orientation (c).

нтованого кристалу у топильній камері виникають технологічні труднощі, пов'язані із суміщенням одержаних рентгенограм з реальною бічною поверхнею кристалу.

Завдяки анізотропії пружних властивостей монокристалів кристалографічну орієнтацію їхньої внутрішньої будови на макрорівні можна оцінювати за особливостями деформованого поверхневого шару, сформованого під дією термомеханічних навантажень, що спричиняють крихке руйнування. Зокрема, після електроерозійного оброблення монокристалів тяжкотопокких металів на поверхні формується деформований шар із характерною сіткою тріщин [15]. Для кристалів з ОЦК-ґратницею крихке руйнування переважно відбувається по площинах типу $\{100\}$. Утворена сітка тріщин відображає вихід площин відколу на поверхню та має індивідуальний характер, який корелює з кристалографічною орієнтацією.

Враховуючи зазначене, метою даної роботи є розроблення й експериментальне обґрунтування методики орієнтування зародкових кристалів під час плазово-індукційного вирощування профільованих монокристалів молібдену на основі поєднання результатів ширококутної рентгенівської дифракції з аналізом характеру тріщин, що формуються на їхній поверхні після електроерозійного різання.

2. МАТЕРІЯЛИ, ОБЛАДНАННЯ ТА МЕТОДИКИ ДОСЛІДЖЕННЯ

Вирощування монокристалів молібдену здійснювали у топильній печі типу УП-122М із комбінованим плазово-індукційним нагріванням і використанням зародкового кристалу діаметром у 23 мм.

ТАБЛИЦЯ 1. Хемічний склад прутків молібдену, мас. %.**TABLE 1.** Chemical composition of molybdenum rods, wt. %.

Основний метал	Fe	Ni	Al	Si	Ca	Mg	N	P	C	O
Mo	0,0042	0,001	0,0003	0,001	0,001	0,0001	0,002	0,0001	0,001	0,002

Як вихідний матеріал для формування плоских монокристалів застосовували мірні прутки молібдену технічної чистоти діаметром у 6 мм і довжиною у 780–790 мм. Згідно з технічними умовами на виготовлення їх, масова частка молібдену становила не менше, ніж 99,95 % (табл. 1).

Контроль хемічного складу проводили із застосуванням таких аналітичних приладів: рентгенофлюоресцентного аналізатора X'Unique II (Philips, Нідерланди), аналізатора Карбону HORIBA EMIA-Pro (Японія), аналізатора Оксигену та Нітрогену TC-436 (LECO, США).

Як плазмоутворювальне середовище використовували суміш інертних газів аргону та гелію з об'ємною часткою першого у 30 %, а другого — 70 %. Для її приготування застосовували аргон вищого сорту (об'ємна частка — не менше 99,993 %; ГОСТ 10157-79) і гелій марки Helium 5.0 (об'ємна частка — не менше 99,999 %; Linde Gaz Magyarorszag ZRt). Загальна витрата газової суміші становила 15 л/хв.

Потужність плазмово-дугового джерела нагрівання підтримували на рівні 15 кВт, використовуючи плазмотрон прямої дії. Живлення індукційного модуля забезпечував серійний високочастотний ламповий генератор ВЧГЗ-160/0,66 з тиристорним регулюванням анодної напруги та робочою частотою у 66 кГц. Максимальну потужність індукційного нагрівання підтримували на рівні 75 кВт.

У початковому положенні зародковий кристал встановлювали на рівні верхнього витка індуктора, залишаючи по периметру невеликий проміжок від секційної стінки. Кристал попередньо розігрівали у високочастотному полі індуктора, після чого збуджували плазмову дугу та формували ванну рідкого металу. Після утворення стабільної ванни в одному з крайніх положень у зону топлення подавали мірний пруток.

Під час переміщення плазмотрона вздовж прутка відбувалося його розтоплення. Крапельне перенесення металу забезпечувало безперервне підживлення рухомої металевої ванни. Досягнувши протилежного краю монокристалу, плазмотрон короткочасно зупиняли, а в зону топлення з протилежного боку вводили наступний пруток. Потім плазмотрон переміщували у зворотньому напрямку, повторюючи цикл топлення. Після завершення кожного циклу здійснювали дискретне опускання монокристалічного зливка на глиби-

ну, що дорівнює висоті нагрітого шару, зберігаючи положення верхнього зрізу монокристалу на сталому рівні.

Електроерозійне різання зразків монокристалів молібдену виконували на відріжному верстаті DK7732 із числовим програмним керуванням, використовуючи молібденовий дріт діаметром у 0,2 мм як робочий інструмент. Зразки розміром $15 \times 15 \times 2$ мм вирізали паралельно бічним граням монокристалів.

Кристалографічну структуру зразків, одержаних від зародкового кристалу та бічних граней вирощених профільованих монокристалів, досліджували методом ширококутної рентгенівської дифракції на дифрактометрі XRD-7000 (Shimadzu, Японія). Рентгенооптичну схему було реалізовано за схемою відбивання первинного пучка від зразка з використанням випромінювання CuK_α ($\lambda = 1,54 \text{ \AA}$) і графітового монохроматора за температури у $20 \pm 2^\circ\text{C}$.

Електролітичне щавлення поверхні зародкового кристалу проводили в апараті для нанесення гальванічних покриттів АГ-3 у 10%-водному розчині NaOH за напруги $U = 2 \text{ В}$ і густини струму $J = 0,02 \text{ А/см}^2$.

Характер розподілу тріщин на поверхні зразків після електроерозійного оброблення спостерігали за допомогою стереоскопічного мікроскопа SIGETA MS-220.

3. РЕЗУЛЬТАТИ ТА ЇХ ОБГОВОРЕННЯ

3.1. Визначення орієнтації зародкового кристалу

На підготовчому етапі, що передував вирощуванню монокристалічних пластини з молібдену, було проведено характеристизацію зародкового кристалу. Згідно з літературними даними [11, 12], найвищу відбивну здатність і стійкість щодо випромінювання забезпечують монокристалічні дзеркальні поверхні, орієнтовані у площинах типу $\{110\}$. Водночас вибір стереографічної орієнтації осей симетрії відносно трьох базових полюсів не є принциповим для забезпечення формування монокристалічної пластини з бічними гранями, орієнтованими вздовж площин типу $\{110\}$.

Електролітичне щавлення циліндричної поверхні зародкового кристалу виявило чергування шістьох блискучих і матових смуг. Такий розподіл свідчить про те, що діаметральна площина перерізу зародкового кристалу відповідає кристалографічній площині типу $\{111\}$ або $\{112\}$.

Для аналізу картин тріщин на поверхні монокристалів, сформованих у процесі електроерозійного різання, за допомогою 3D-візуалізації було визначено просторові кути між слідами виходу площин типу $\{100\}$ відносно ребер ідеального куба з ортогональними площинами $\{111\}$, $\{112\}$ й $\{110\}$ (рис. 2, а). У площинах $\{111\}$ і

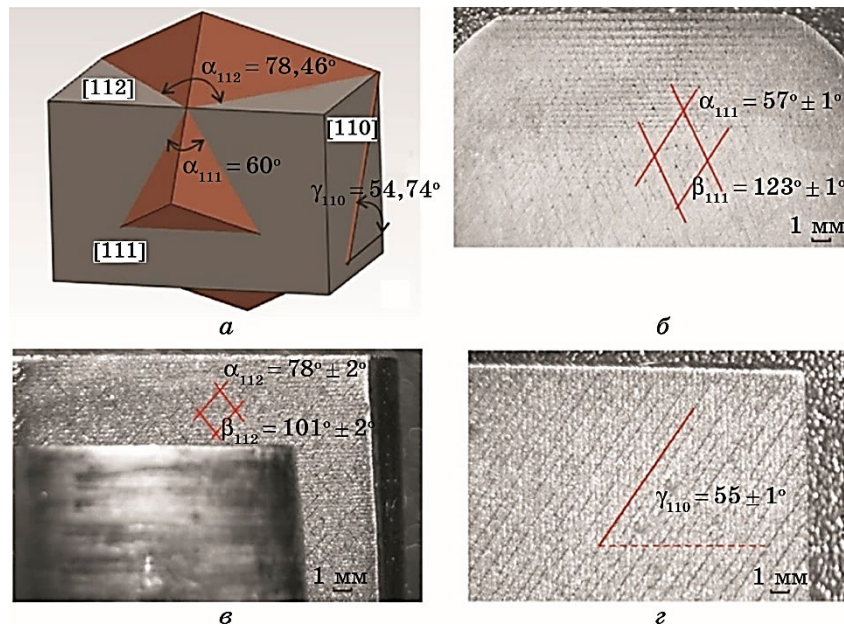


Рис. 2. 3D-візуалізація виходу площин $\{100\}$ на грані куба з площинами $\{111\}$, $\{112\}$, $\{110\}$ (а) та картини тріщин на поверхні зародкового кристалу після електроерозійного різання: у діаметральній площині (б), у ортогональних площинах, зорієнтованих відносно короткої та довгої діагоналі ромбів відповідно (в, г).

Fig. 2. 3D visualization of the intersection of $\{100\}$ planes with the faces of a cube with orthogonal $\{111\}$, $\{112\}$, $\{110\}$ planes (a) and patterns of cracks on the surface of the seed crystal after electric-discharge cutting: on the diametrical plane (б), on orthogonal planes oriented relative to the short and long diagonals of the rhombuses, respectively (в, г).

$\{112\}$ лінії виходу площин $\{100\}$ з урахуванням трансляційної добу-
дови формують ромбічні фігури з кутами при вершинах $\alpha_{111} = 60^\circ$ і
 $\beta_{111} = 120^\circ$ та $\alpha_{112} = 78,46^\circ$ і $\beta_{112} = 101,54^\circ$ відповідно, тоді як у пло-
щинах $\{110\}$ вони мають вигляд похилих ліній під кутом
 $\gamma_{110} = 54,74^\circ$ до горизонталі.

Картина тріщин у діаметральній площині зародкового кристалу
після електроерозійного різання (рис. 2, б) являє собою періодичну
структуру ромбічної форми з кутами $\alpha_{111} = 57^\circ \pm 1^\circ$ і $\beta_{111} = 123^\circ \pm 1^\circ$.
Порівняння визначених кутів із розрахованими для часткового ви-
падку відхилення площини на кут δ від грані $\{111\}$ у напрямку збіль-
шення довгої діагоналі ромбів (табл. 2) показує, що досліджувана
площина зародкового кристалу має відхил від кристалографічної
площини типу $\{111\}$ не більше $2\text{--}3^\circ$. Таким чином, дві інші ортого-
нальні площини в межах відхилення будуть відповідати площинам ти-

ТАБЛИЦЯ 2. Розрахункові кути між слідами виходу площин типу $\{100\}$ відносно ребер куба з ортогональними площинами $\{111\}$, $\{112\}$, $\{110\}$ в залежності від величини відхилення δ .

TABLE 2. Calculated angles between the exit traces of planes of $\{100\}$ type relative to the edges of a cube with orthogonal $\{111\}$, $\{112\}$, $\{110\}$ planes depending on the value of the deviation δ .

δ	α_{111} , град	β_{111} , град	α_{112} , град	β_{112} , град	γ_{110} , град
1	58,84	121,16	79,27	100,73	55,74
2	57,66	122,34	80,05	99,95	56,74
3	56,48	123,52	80,80	99,20	57,74
4	55,28	124,72	81,53	98,47	58,74
5	54,07	125,93	82,24	97,76	59,74

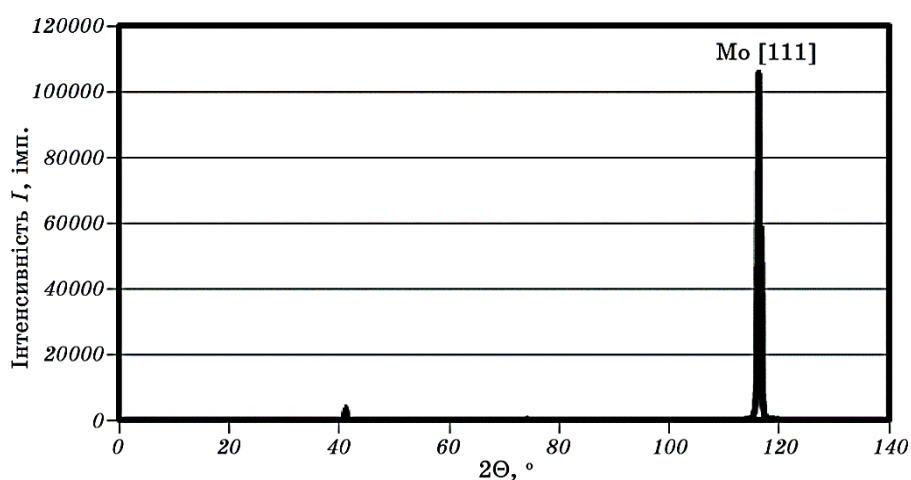


Рис. 3. Дифрактограма з діаметральної поверхні зародкового кристалу.

Fig. 3. Diffraction pattern from the diametrical surface of the seed crystal.

пу $\{112\}$ й $\{110\}$, причому площини $\{112\}$ є паралельними короткій діагоналі ромбів, а $\{110\}$ — довгій (рис. 2, в, г).

Дифрактограма, одержана від діаметральної поверхні зародкового кристалу (рис. 3), показує чіткий пік інтенсивності при $2\theta = 116,25^\circ$, що визначає міжплощинну віддачу $d = 0,9071 \text{ \AA}$ і відповідає площині $\{111\}$ другого порядку відбивання ($\{222\}$, JCPDS card #00-042-1120).

3.2. Визначення орієнтації монокристалічних пластин

На ідентифікованому зародковому кристалі було вирощено дві мо-

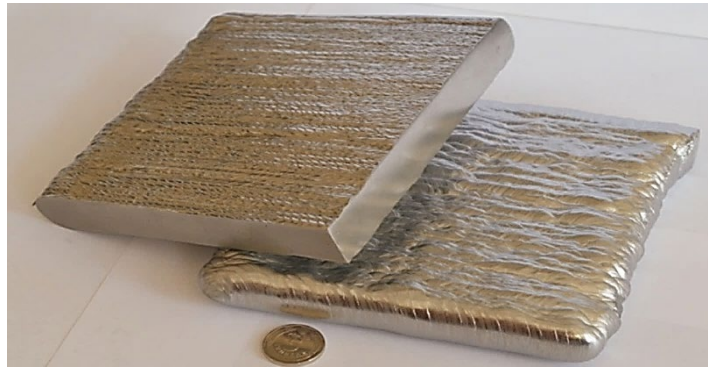


Рис. 4. Плaskі монокристали молібдену плазмово-індукційного зонного топлення.

Fig. 4. Flat molybdenum single crystals of plasma-induction zone melting.

нокристалічні пластини з молібдену технічної чистоти (рис. 4). Зародковий кристал у ростовому вузлі розміщували таким чином, щоб зона нарощування формувалася паралельно кристалографічній площині типу $\{112\}$. Це забезпечувало вирощування плоских монокристалів із великими бічними гранями, орієнтованими вздовж площин типу $\{110\}$.

Контроль орієнтації граней вирощених монокристалів проводили за допомогою дифрактометра XRD-7000, аналогічно до попередніх вимірювань. Зразки вирізали з верхньої частини монокристалів паралельно великим бічним граням і грані нарощування. Дифрактограми зразків, відібраних із центральної та периферійної зон, мали ідентичний характер.

На дифрактограмі (рис. 5), одержаній від площини великої бічної грані, спостерігаються два чітких піки інтенсивності при $2\Theta = 40,8^\circ$ і $87,8^\circ$, що дають $d = 2,2099 \text{ \AA}$ й $1,1109 \text{ \AA}$ і відповідають площинам типу $\{110\}$ першого та другого порядку відбивання (JCPDS card #00-042-1120). Дифрактограма від площини нарощування демонструє єдиний пік при $2\Theta = 74,2^\circ$, який визначає $d = 1,277 \text{ \AA}$ і відповідає площині типу $\{112\}$ (рис. 6).

4. ВИСНОВКИ

Розроблено методику орієнтування зародкових монокристалів молібдену на основі аналізу дефектного шару, сформованого внаслідок електроерозійного різання, та даних ширококутної рентгенівської дифракції. Її застосування під час вирощування профільованих монокристалів за плазмово-індукційною технологією зонного топлення забезпечує формування зразків із наперед заданою крис-

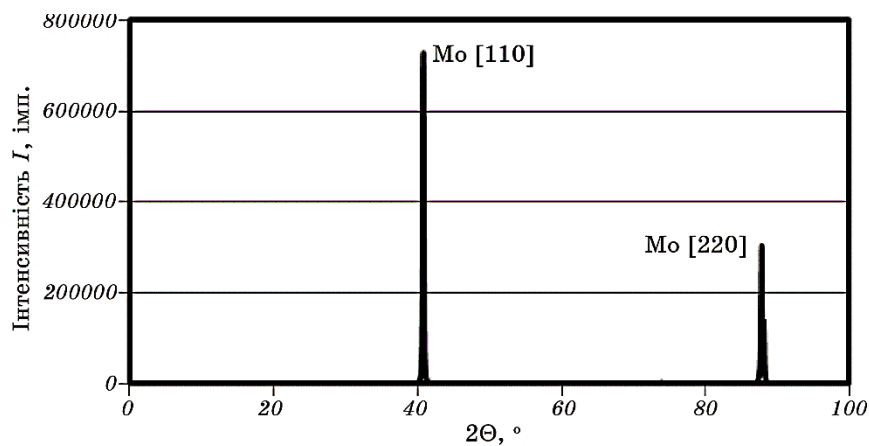


Рис. 5. Дифрактограма з великої бічної грані плоского монокристалу мо-лібдену.

Fig. 5. Diffraction pattern from a large lateral face of a flat molybdenum single crystal.

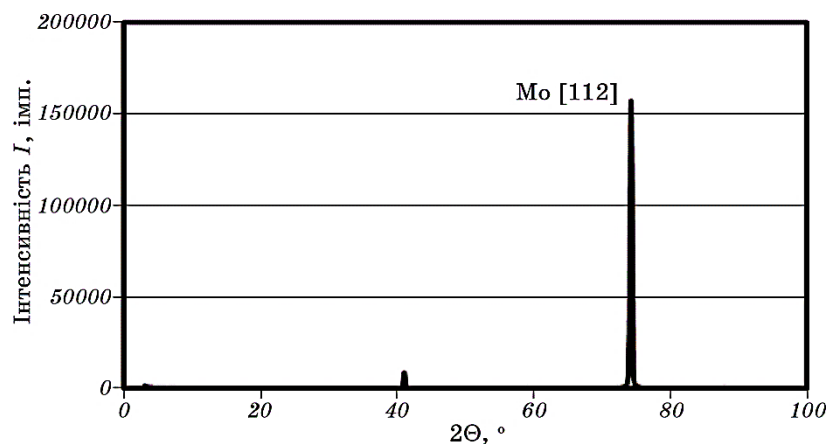


Рис. 6. Дифрактограма з площини нарощування плоского монокристалу мо-лібдену.

Fig. 6. Diffraction pattern from the growth plane of a flat molybdenum single crystal.

талографічною орієнтацією бічних граней.

Практичне значення одержаних результатів полягає в оптимізації процесу орієнтування та точного встановлення зародкових кристалів у ростовому обладнанні, що є важливою умовою, наприклад, при створенні елементів силової лазерної оптики з високими відби-

вними характеристиками.

Роботу виконано за підтримки Національного фонду досліджень України (проект № 2023.04/0030).

ЦИТОВАНА ЛІТЕРАТУРА—REFERENCES

1. R. Morales-Estrella, R. E. Aune, O. Grindler, and S. Seetharaman, *JOM*, **55**, No. 10: 20 (2003).
2. M. Rieth, S. L. Dudarev, S. M. Gonzalez de Vicente, J. Aktaa, T. Ahlgren, S. Antusch, D. E. J. Armstrong, M. Balden, N. Baluc, M.-F. Barthe, W. W. Basuki, M. Battabyal, C. S. Becquart, D. Blagoeva, H. Boldyryeva, J. Brinkmann, M. Celino, L. Ciupinski, J. B. Correia, A. De Backer, C. Domain, E. Gaganidze, C. García-Rosales, J. Gibson, M. R. Gilbert, S. Giusepponi, B. Gludovatz, H. Greuner, K. Heinola, T. Höschen, A. Hoffmann, N. Holstein, F. Koch, W. Krauss, H. Li, S. Lindig, J. Linke, Ch. Linsmeier, P. López-Ruiz, H. Maier, J. Matejicek, T. P. Mishra, M. Muhammed, A. Mucoz, M. Muzyk, K. Nordlund, D. Nguyen-Manh, J. Opschoor, N. Ordás, T. Palacios, G. Pintsuk, R. Pippan, J. Reiser, J. Riesch, S. G. Roberts, L. Romaner, M. Rosiński, M. Sanchez, W. Schulmeyer, H. Traxler, A. Ureca, J. G. van der Laan, L. Veleza, S. Wahlberg, M. Walter, T. Weber, T. Weitkamp, S. Wurster, M. A. Yar, J. H. You, and A. Zivelonghi, *J. Nuc. Mater.*, **432**, Nos. 1–3: 482 (2013).
3. H. Xu, L. L. He, Y. F. Pei, C. Z. Jiang, W. Q. Li, and X. H. Xiao, *Tungsten-Singapore*, **3**: 20 (2021).
4. L. B. Lundberg, *JOM*, **37**, No. 4: 44 (1985).
5. V. V. Satya Prasad, R. G. Baligidad, and A. A. Gokhale, *Niobium and Other High Temperature Refractory Metals for Aerospace Applications* (Eds. N. Prasad and R. Wanhil) (Singapore: Springer Science + Business Media: 2017), ch. 12.
6. A. Litnovsky, V. Voitsenya, T. Sugie, G. De Temmerman, A. E. Costley, A. J. H. Donné, K. Yu. Vukolov, I. Orlovskiy, J. N. Brooks, J. P. Allain, V. Kotov, A. Semerok, P.-Y. Thro, T. Akiyama, N. Yoshida, T. Tokunaga, and K. Kawahata, *Nucl. Fusion*, **49**, No. 7: 075014 (2003).
7. A. Litnovsky, Yu. Krasikov, M. Rasinski, A. Kreter, Ch. Linsmeier, Ph. Mertens, B. Unterberg, U. Breuer, and T. Wegener, *Fusion Eng. Design*, **123**: 674 (2017).
8. C. V. Funch and G. Proust, *Additive Manuf.*, **94**, No. 4: 104464 (2024).
9. V. Shapovalov, V. Yakusha, Yu. Nikitenko, I. Protokovilov, J. Khokhlova, and O. Hnizdylo, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **46**, No. 10: 953 (2024).
10. J. Q. Shi, S. Y. Yao, F. Wang, X. D. Yu, H. T. Huang, C. W. Tan, Z. H. Nie, H. L. Ma, and H. N. Cai, *Mater. Charact.*, **134**, No. 12: 1 (2017).
11. L. Dittrich, P. Petersson, H. Laabadi, E. Pitthan, M. Rubel, A. Widdowson, A. Krawczyńska, K. Szlązak, and Ł. Ciupiński, *Nucl. Mater. Energy*, **37**, No. 4: 101548 (2023).
12. A. Litnovsky, G. De Temmerman, K. Vukolov, P. Wienhold, V. Philipps, O. Schmitz, U. Samm, G. Sergienko, P. Oelhafen, M. Büttner, I. Orlovskiy, A. Yastrebov, U. Breuer, and A. Scholl, *Fusion Eng. Design*, **82**, No. 2: 123 (2007).
13. V. Shapovalov, J. Khokhlova, V. Yakusha, Yu. Nikitenko, M. Khokhlov, and

- O. Berdnikova, *Int. J. Refract. Hard Met.*, 123, No. 6: 1067883 (2024).
14. Д. Г. Карпачев, Е. Д. Доронькин, С. А. Цукерман, М. В. Таубкин, А. И. Князева, Л. И. Клестова, *Тугоплавкие и редкие металлы и сплавы* (Москва: Металлургия: 1977); D. G. Karpachev, E. D. Doron'kin, S. A. Tsukerman, M. V. Taubkin, A. I. Knyazeva, and L. I. Klestova, *Tugoplavkie i Redkie Metally i Splavy* [Refractory and Rare Metals and Alloys] (Moskva: Metallurgiya: 1977) (in Russian).
15. Д. Н. Клауч, З. М. Фетистова, В. В. Алфутков, Е. Г. Каприллыанц, *Монокристаллы тугоплавких и редких металлов, сплавов и соединений* (Ред. И. В. Танаев) (Москва: Наука: 1977), с. 189; D. N. Klauch, Z. M. Fetistova, V. V. Alfutov, and E. G. Kaprillyants, *Monokristally Tugoplavkikh i Redkikh Metallov, Splavov i Soedineniy* [Single Crystals of Refractory and Rare Metals, Alloys and Compounds] (Ed. I. V. Tanaev) (Moskva: Nauka: 1977), p. 189 (in Russian).

PACS numbers: 61.72.Hh, 61.72.Lk, 62.20.fg, 62.40.+i, 64.70.kd, 65.40.De, 81.30.Kf

Elasticity at Martensitic Inelastic Behaviour for Industrial NiTi, CuAlMn and Novel High-Entropy TiZrHfCoNiCu Shape-Memory Alloys

Yu. M. Koval, V. S. Filatova, V. V. Odnosum, O. A. Shcheretskyi*,
and G. S. Firstov

*G. V. Kurdyumov Institute for Metal Physics, N.A.S. of Ukraine,
36 Academician Vernadsky Blvd.,
UA-03142 Kyiv, Ukraine*

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

Elastic properties of shape-memory alloys are of great importance because, among other factors, they determine movement of dislocations and thermoe-
lastic phase-equilibrium phenomenon. This paper is concerned with the con-
sideration of the elastic-modulus evolution at temperature-induced marten-
sitic transformation compared with such at the shape-memory temperature
cycle for NiTi, CuAlMn and TiZrHfCoNiCu shape-memory alloys.

Key words: martensitic transformation, elastic modulus, shape memory, in-
ternal friction, shape-memory alloys.

Пружні властивості сплавів з пам'яттю форми є важливими, оскільки, се-
ред інших чинників, вони визначають рух дислокацій та явище термоп-
ружної фазової рівноваги. Ця стаття стосується розгляду еволюції моду-
ля пружності за температурно-індукованого мартенситного перетворення
порівняно з такою за температурного циклу пам'яті форми для сплавів з
пам'яттю форми NiTi, CuAlMn і TiZrHfCoNiCu.

Corresponding author: Georgiy Serhiyovych Firstov
E-mail: yuri.firstov@gmail.com

Citation: Yu. M. Koval, V. S. Filatova, V. V. Odnosum, O. A. Shcheretskyi, and
G. S. Firstov, Elasticity at Martensitic Inelastic Behaviour for Industrial NiTi,
CuAlMn and Novel High-Entropy TiZrHfCoNiCu Shape-Memory Alloys, *Metallofiz.*
Noveishie Tekhnol., **47**, No. 12: 1281–1293 (2025). DOI: [10.15407/mfint.47.12.1281](https://doi.org/10.15407/mfint.47.12.1281)

© 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>)

Ключові слова: мартенситне перетворення, модуль пружності, пам'ять форми, внутрішнє тертя, стопи з пам'яттю форми.

(Received 10 October, 2025; in final version, 5 December, 2025)

1. INTRODUCTION

NiTi and Cu-based shape-memory alloys are those that belong to the group of industrial shape-memory alloys. They undergo thermoelastic martensitic transformation and because of that exhibit quite good characteristics of shape memory and related phenomena [1]. Novel high-entropy TiZrHfCoNiCu shape-memory alloys [2–4] were developed because of the need to overcome difficulties with industrial ones (narrow temperature interval, functional fatigue). The application of the high-entropy concept using NiTi as a prototype resulted in a first successful attempt in the TiZrHfCoNiCu alloy system with a martensitic transformation accompanied by a shape-memory effect in a wide temperature range with the suppression of all the fatigue effects due to the two-fold increase in yield strength ensured by the multi-component design. The aim of the present paper is to compare elastic modulus behaviour for alloys mentioned above and to show differences that are quite important for thermoelastic phase equilibrium and dislocations movement. The latter causes irreversibility, when full dislocations are involved and catastrophic for shape-memory plastic deformation accompanies reversible martensitic deformation. On the other hand, with respect to thermoelastic phase equilibrium phenomenon, twinning and martensitic transformation are known to propagate with the help of partial dislocations or so-called twinning dislocation and transformation dislocation. The concepts of twinning and transformation dislocation were developed quite some time ago (see traces of that in the work of Seeger [5] or Van Bueren monograph [6], *etc.*) and are still used (for transformation dislocation with respect to martensite one might look into [7], for example). One way or another, elastic modulus temperature evolution in comparison with shape memory and internal friction might give additional information on reversible and irreversible processes at external stress-free temperature induced martensitic transformation and how external stress influences them with respect to the movement of transformational and twinning dislocations.

2. EXPERIMENTAL

Ni–50 at.% Ti alloy and Ti–16.67 at.% Zr–16.67 at.% Hf–10 at.% Co–20 at.% Ni–20 at.% Cu alloy were arc-melted and remelted 6 times in a pre-gettered argon atmosphere. Cu–25 at.% Al–4.4 at.% Mn alloy

was induction melted and cast into room temperature ceramic mould. After casting, Cu-25 at.% Al-4.4 at.% Mn alloy was annealed at 1173 K for 30 minutes and quenched into water. These three alloys compositions were chosen because of the similar martensitic transformation temperature interval. Shape-memory behaviour and internal friction changes together with elastic modulus temperature dependencies in 110–440 K temperature interval were obtained in 3-point bending on $22 \times 2 \times (0.4-0.5)$ mm plate like specimens (setup with 20 mm distance between nodes; oscillating frequency 5 Hz; heating-cooling rate 5 K/min) using Netzsch 242C Dynamic Mechanical Analyzer (DMA) and Proteus software. In the present case of 3 point bending the deformation was calculated according to the following formula $\varepsilon = [4h(dL)/(l^2 + (dL)^2)] \times 100$, where h is plate thickness, l is distance between nodes (all in mm) and dL is deflection (μm). To measure shape-memory behaviour with the help of DMA, the experiment was set to apply static load well above the temperature range of the martensitic transformation (loaded after heating up to 440 K). Then loaded samples under the bending stress (static 40 MPa for NiTi and CuAlMn, 100 MPa dynamic and 300 MPa static for TiZrHfCoNiCu) were cooled down to 110 K and subsequently heated up back to 440 K and the deflection in 3-point bending versus temperature was observed for them. To determine elastic modulus and internal friction (loss factor) the dynamic load of oscillating force was applied. In the case of major static load, the dynamic oscillating one was applied too with a value of about 10% of the static to ensure proper oscillations under the static load. Proteus software calculates elastic modulus as $|E| = E' + iE''$, where E' is storage modulus and E'' is loss modulus. Storage modulus E' represents the elastic, recoverable energy stored in the material, while loss modulus E'' represents the viscous, energy-dissipating portion. Loss factor, therefore, is obtained as $\tan \delta = E''/E' \approx Q^{-1} = \Delta W/(2\pi W)$, where ΔW is the energy (generally converted into heat) absorbed after loading and unloading and W is the applied energy during loading.

3. RESULTS AND DISCUSSION

First, let us consider the functional and elastic behaviour for NiTi shape-memory alloy. Figure 1 represents comparison of shape memory and corresponding internal friction upon first cooling-heating cycle.

According to Figure 1, the NiTi sample accumulated 0.5% of martensitic strain under the constant stress of 40 MPa in the temperature interval of the forward martensitic transformation ($M_s = 340$ K, $M_f = 260$ K). In this interval a broad peak (full width at half maximum (FWHM) is 25 K) of the loss factor arises reaching almost 0.08 value. After cooling to 215 K subsequent heating takes place. Upon heating, almost complete shape recovery ($K_{\text{SME}} = 96\%$) takes place in the reverse

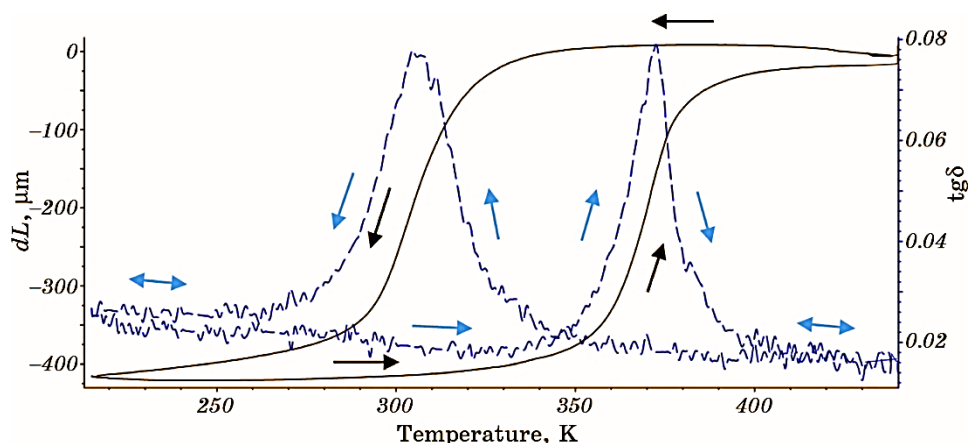


Fig. 1. Deflection in 3-point bending (dL is solid line) and corresponding loss factor $\text{tg}\delta$ (dashed line) *vs.* temperature measured in Netzsch 242C DMA under constant static stress of 40 MPa for NiTi. Deflection of $-410\text{ }\mu\text{m}$ corresponds to 0.5% of accumulated martensitic strain.

martensitic-transformation temperature interval ($A_s = 330\text{ K}$, $A_f = 410\text{ K}$). In this interval (same in width to the forward one—80 K) internal friction peak arises with the same height of almost 0.08, but with twice narrower $FWHM = 13\text{ K}$. Comparing with classic data on internal friction for NiTi external stress-free temperature induced martensitic transformation [8–11], which is around the value of 0.03–0.05 at peaks at 1 Hz, it can be concluded that loss factor shows just peaks that contain two contributions, namely, ‘transient’ and ‘non-transient’; the former exists only during cooling or heating ($\dot{T} \neq 0\text{ K}$), depends upon the transformation kinetics and proportional to the volume fraction, which is transformed, while the latter is related to phase transformation mechanism, independent of the transformation rate, such as the movement of parent/martensite or martensite/martensite interfaces according to [11]. Actually, movement of the parent/martensite interface is ensured by the movement of the transformational dislocation, while internal martensite twinning known as lattice invariant shear is related to the movement of the twinning dislocation.

At the same time, the ‘intrinsic’ loss factor contribution (again according to [11]), that exists in both parent $B2$ and $B19'$ martensitic phases and strongly depends upon microstructural properties, is very small in $B2$ austenite (temperature interval 400–440 K, Fig. 1) and is only slightly higher in martensite state (215–260 K, Fig. 1) indicating that formation under external stress of the oriented martensite crystals that resulted in shape memory and internal friction shown in Fig. 1 lead to the stationary martensite microstructure without any signs of intervariant martensite boundaries mobility. Results of Refs. [8, 9]

clearly show high internal friction in NiTi martensite state for external stress-free experiments indicating that in this case intervariant martensite boundaries are mobile. It should be also noted that broader loss factor peak for forward transformation compared to reverse (FWHM twice wider) indicates more intensive parent/martensite and martensite/martensite interfaces movement at the formation of $B19'$ martensitic crystals, while their disappearance on reverse transformation is characterized by twice weaker movement of the interfaces in NiTi shape-memory alloy.

Figure 2 shows storage modulus *vs.* temperature against the background of shape-memory thermal cycle. Qualitatively, the results of Refs. [8, 9] show the elastic modulus behaviour similar to the one in Fig. 2. M_s temperature (340 K) corresponds to the change of slope for storage modulus temperature dependence on cooling. The same can be observed for M_f temperature (260 K) on cooling and for A_f temperature (410 K) on heating. As temperature cannot be deduced from storage modulus behaviour as there is no change of its slope in the vicinity of A_s from deflection temperature dependence. Storage modulus minima correspond well to the peaks of the loss factor from Fig. 1. It should be also noted that the minimum in the middle of the forward martensitic transformation on cooling is deeper compared with the minimum in the middle of reverse martensitic transformation on subsequent heating (Fig. 2) implying that lattice softening during forward martensitic transformation is more significant for NiTi.

Results shown in Figure 3 from the work [12] represent the temperature dependencies of elastic constants measured by resonant ultrasound spectroscopy upon cooling and subsequent heating through the

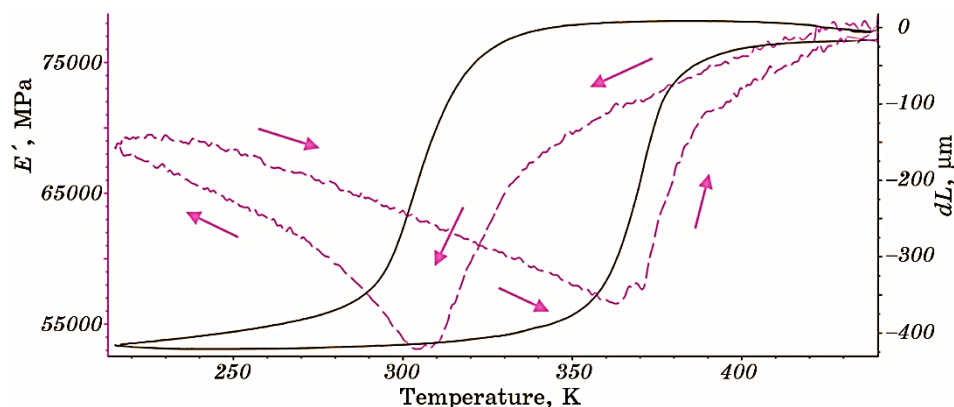


Fig. 2. Deflection in 3-point bending (dL is solid line) and storage modulus E' (dashed line) *vs.* temperature measured in Netzsch 242C DMA under constant static stress of 40 MPa for NiTi. Deflection of $-410\ \mu\text{m}$ corresponds to 0.5% accumulated martensitic strain.

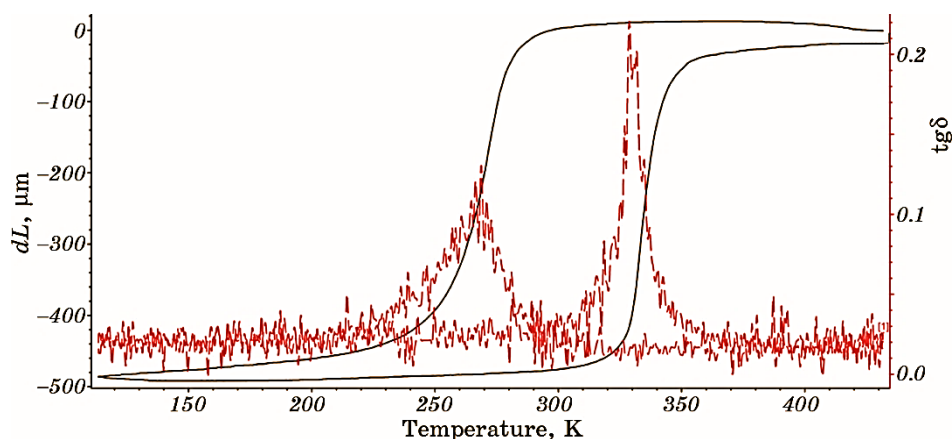


Fig. 3. Deflection in 3-point bending (dL is solid line) and corresponding loss factor $\text{tg}\delta$ (dashed line) *vs.* temperature measured in Netzsch 242C DMA under constant static stress of 40 MPa for CuAlMn. Deflection of $-500\ \mu\text{m}$ corresponds to 1% of accumulated martensitic strain.

martensitic transformation in NiTi single crystalline specimen. C_{44} temperature behaviour (Fig. 3, *b* [12]) is qualitatively the same as storage modulus behaviour (Fig. 2 of this work) implying that it is dominated by the C_{44} contribution and in the present polycrystalline *B2* NiTi C_{44} principal shear modulus is at play corresponding to shear on a $\{001\}$ plane, independent of the direction of shear within that plane.

Now, let us consider how the functional and elastic behaviour *vs.* temperature will look like for Cu–Al–Mn shape-memory alloy, where $L2_1$ austenite undergoes martensitic transformation into the γ'_1 orthorhombic martensite. Figure 3 shows comparison of shape memory and corresponding internal friction upon first cooling-heating cycle involving $L2_1 \leftrightarrow \gamma'_1$ thermally induced martensitic transformation with external static load equivalent to the stress of 40 MPa.

According to Figure 3, the CuAlMn sample accumulated 1% of martensitic strain under the constant stress of 40 MPa in the temperature interval of the forward martensitic transformation ($M_s = 290\ \text{K}$, $M_f = 230\ \text{K}$). In this interval a peak of the loss factor rises, reaching 0.12 value. After cooling to 115 K subsequent heating takes place. Upon heating, almost complete shape recovery ($K_{\text{SME}} = 97\%$) takes place in the reverse martensitic transformation temperature interval ($A_s = 300\ \text{K}$, $A_f = 360\ \text{K}$). In this interval, internal-friction peak arises with the height of 0.23. Comparing with the data on internal friction for CuAlMn external stress-free temperature induced martensitic transformation [8–11], which is around the value of 0.09–0.1 at peaks at 1 Hz, it can be concluded that loss factor shows just peaks that contain two contributions, similarly to NiTi (Fig. 1), ‘transient’ and ‘non-

transient'. At the same time, the 'intrinsic' loss factor contribution that exists in both parent $L2_1$ and γ'_1 martensitic phases is small (0.02–0.03, Fig. 3) indicating that formation under external stress of the oriented martensite crystals that resulted in shape memory and internal friction shown in Fig. 3 lead to the stationary martensite microstructure without any signs of intervariant martensite boundaries mobility similarly again to the case of NiTi shown in Fig. 1. Results of [13, 14] for CuAlMn alloy show high internal friction in martensite state for external stress-free experiments indicating that in this case intervariant martensite boundaries are mobile. In particular [14], high internal friction in martensite has been detected only for small grain size, while martensite in big grains does not show any signs of the intervariant mobility having the same small internal friction value as in austenite state similarly to the results in Fig. 3. It should be also noted that higher loss factor peak for reverse transformation compared to forward indicates contrary to the case of NiTi that more intensive parent/martensite and martensite/martensite interfaces movement takes place at the disappearance of γ'_1 martensitic crystals, while on forward transformation there is weaker movement of the interfaces in CuAlMn shape-memory alloy. Comparison of the internal friction between NiTi (Fig. 1) and CuAlMn (Fig. 3) shows that in a latter case it is much stronger with an emphasis on the reverse martensitic transformation.

Figure 4 shows storage modulus *vs.* temperature against the background of shape-memory thermal cycle in CuAlMn. Qualitatively, the results of [13, 14] show the elastic modulus behaviour similar to the one in Fig. 4 although there are some differences as well. In particular,

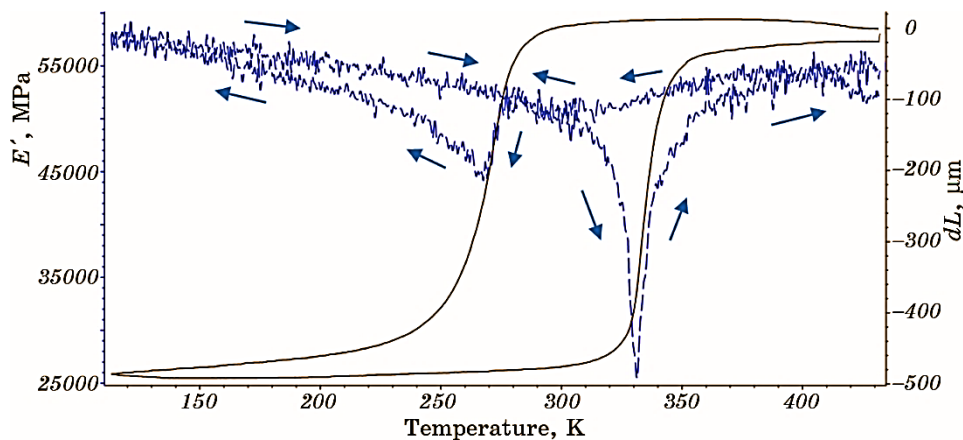


Fig. 4. Deflection in 3-point bending (dL is solid line) and storage modulus E' (dashed line) *vs.* temperature measured in Netzsch 242C DMA under constant static stress of 40 MPa for CuAlMn. Deflection of $-500\ \mu\text{m}$ corresponds to 1% accumulated martensitic strain.

M_s temperature (290 K) does not correspond to the change of slope for storage modulus temperature dependence on cooling. At 290 K on cooling storage modulus tends to grow a bit until it sharply decreases at 275 K. Other characteristic temperatures of martensitic transformation fit for change in deflection and storage modulus (Fig. 4). Storage modulus minima correspond well to the peaks of the loss factor from Fig. 3. It should be also noted that, similarly to the results of [14], the minimum in the middle of the reverse martensitic transformation on cooling is deeper compared with the minimum in the middle of forward martensitic transformation on subsequent heating (Fig. 4) implying that lattice softening during reverse martensitic transformation is more significant contrary to NiTi (Fig. 2).

Results shown in Figure 1 from the work [13] represent the temperature dependences of elastic modulus measured by DMA upon cooling and subsequent heating through the martensitic transformation in CuAlMn polycrystalline wire. Elastic modulus behaviour (Fig. 1 [13]) is qualitatively the same as storage modulus behaviour (Fig. 4 of this work) in the sense that it represents two temperature dependencies with minima implying that similarly to NiTi it is dominated by the C_{44} contribution. Still, the short temperature interval between 275 K and 290 K on cooling (Fig. 4) represents weak growth and, therefore, a possibility of the dominant C' shear modulus (it is derived from a different type of volume preserving shear strain) at this earlier stage of the forward $L2_1 \rightarrow \gamma'_1$ transformation under constant external stress. Still, after the cooling below 275 K and upon subsequent heating in the present polycrystalline CuAlMn C_{44} principal shear modulus is at play corresponding to shear on a $\{001\}$ plane, independent of the direction of shear within that plane.

Eventually, we arrived at the consideration of the functional and elastic behaviour for the novel TiZrHfCoNiCu high-entropy shape-memory alloy that, as was mentioned above, has been designed using NiTi as a prototype. One might expect some general similarity with NiTi behaviours. Let us check whether it is true for stress-free $B2 \leftrightarrow B19'$ type martensitic transformation in this multicomponent intermetallic, although both $B2$ and $B19'$ phases are triclinically distorted, which is the origin for outstanding double increase in yield strength, for instance.

Figure 5 shows that for $(\text{TiZrHf})_{50}\text{Co}_{10}\text{Ni}_{20}\text{Cu}_{20}$ multicomponent $B2$ distorted intermetallic compound that undergoes martensitic transformation with $B19'$ distorted phase as a product. As the deflection in this case is not influenced by external stress, the deflection hysteresis loop in Fig. 5 represents the volume change, which is negative and is of 0.17%. Loss factor peaks correspond well with deflection slope changes that correspond to characteristic temperatures of martensitic transformation ($M_s = 290$ K, $M_f = 190$ K, $A_s = 220$ K, $A_f = 360$ K). It can be also

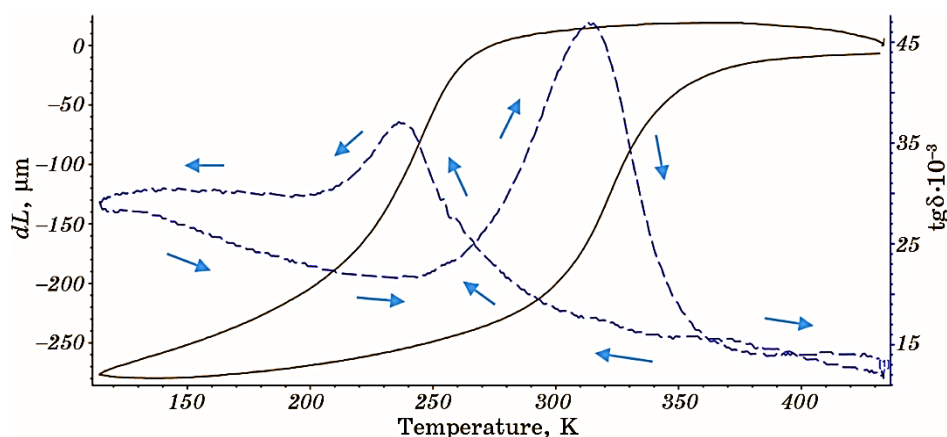


Fig. 5. Deflection in 3-point bending (dL is solid line) and corresponding loss factor $\text{tg}\delta$ (dashed line) under dynamic stress of 100 MPa *vs.* temperature measured in Netzsch 242C DMA for $(\text{TiZrHf})_{50}\text{Co}_{10}\text{Ni}_{20}\text{Cu}_{20}$. Deflection of $-280\text{ }\mu\text{m}$ corresponds to 0.17% of volume change.

seen that internal friction is relatively high in martensite, implying that intervariant martensite boundaries are mobile enough. Loss factor peak upon reverse transformation is almost twice as high as for the forward one. It means that contrary to the case of NiTi the more intensive parent/martensite and martensite/martensite interfaces movement takes place at the disappearance of $B19'$ martensitic crystals, while on forward transformation there is weaker movement of the interfaces in $(\text{TiZrHf})_{50}\text{Co}_{10}\text{Ni}_{20}\text{Cu}_{20}$ multicomponent intermetallic compound.

Figure 6 represents corresponding elastic behaviour against the background of the volume change hysteresis loop in $(\text{TiZrHf})_{50}\text{Co}_{10}\text{Ni}_{20}\text{Cu}_{20}$.

Figure 6 shows storage modulus *vs.* temperature against the background of stress-free volume change hysteresis loop in $(\text{TiZrHf})_{50}\text{Co}_{10}\text{Ni}_{20}\text{Cu}_{20}$. On cooling storage modulus decreases slightly in pre-martensitic temperature interval, while, at M_s temperature, it decreases sharply and passes through a minimum in the temperature interval of the forward transformation. Then, it significantly growing up to a value of 76 GPa at 115 K after passing a minimum without visible critical point that might correspond to M_f . The same happens upon subsequent heating when it is difficult to define A_s from storage modulus. A_f temperature fits the one of deflection in Fig. 6. Analogously to NiTi, it might then be supposed that in the case of distorted cubic $B2$ structure C_{44} contribution still dominates elastic modulus temperature dependencies and its being a one of the principal shear moduli for cubic structure still corresponding to shear on a $\{001\}$ plane, independent of the direction of shear within that plane.

Now, let us consider how external stress will influence functional

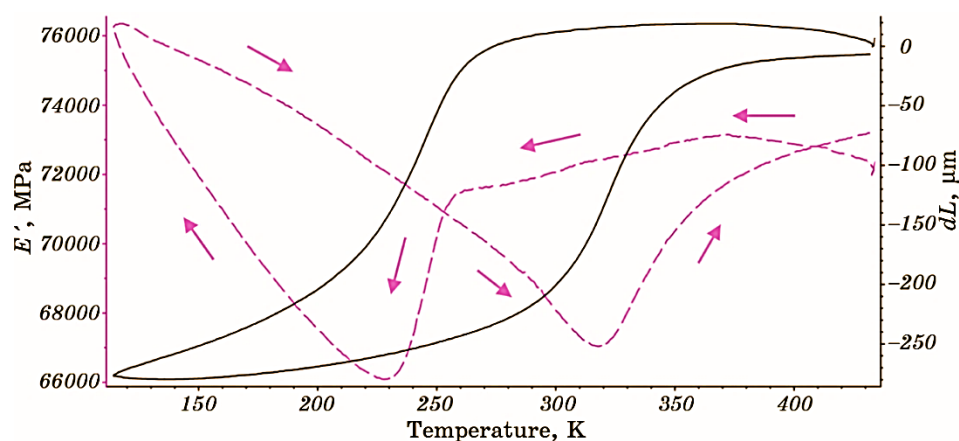


Fig. 6. Deflection in 3-point bending (dL is solid line) and storage modulus E' (dashed line) under dynamic stress of 100 MPa *vs.* temperature measured in Netzsch 242C DMA for $(\text{TiZrHf})_{50}\text{Co}_{10}\text{Ni}_{20}\text{Cu}_{20}$. Deflection of $-280\text{ }\mu\text{m}$ corresponds to 0.17% of volume change.

and elastic behaviour *vs.* temperature for $(\text{TiZrHf})_{50}\text{Co}_{10}\text{Ni}_{20}\text{Cu}_{20}$ multicomponent intermetallic compound.

Figure 7 shows that the $(\text{TiZrHf})_{50}\text{Co}_{10}\text{Ni}_{20}\text{Cu}_{20}$ sample accumulated 0.8% of martensitic strain under the constant stress of 300 MPa in the temperature interval of the forward martensitic transformation ($M_s = 280\text{ K}$, $M_f = 170\text{ K}$). In this interval, a peak of the loss factor arises reaching value 0.08. After cooling to 115 K subsequent heating

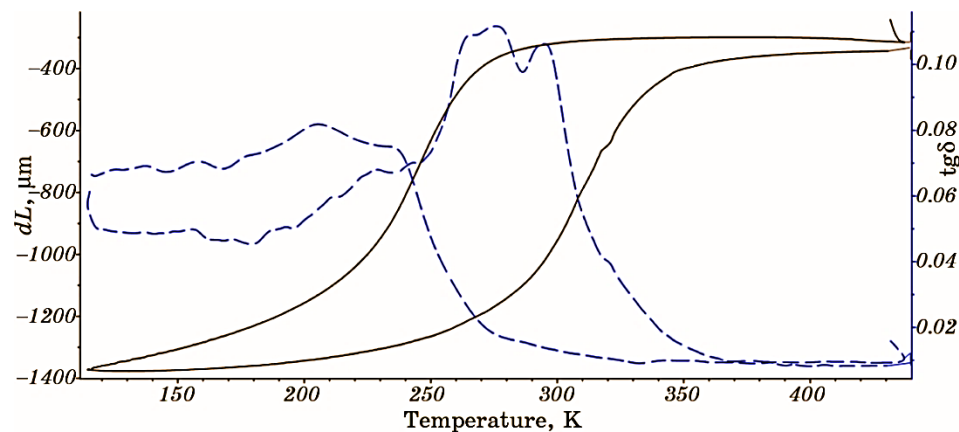


Fig. 7. Deflection in 3-point bending (dL is solid line) and corresponding loss factor $\text{tg}\delta$ (dashed line) *vs.* temperature measured in Netzsch 242C DMA under constant static stress of 300 MPa for $(\text{TiZrHf})_{50}\text{Co}_{10}\text{Ni}_{20}\text{Cu}_{20}$. Deflection of $-1056\text{ }\mu\text{m}$ corresponds to 0.8% of accumulated martensitic strain.

takes place. Upon heating, almost complete shape recovery ($K_{\text{SME}} = 98\%$) takes place in the reverse martensitic transformation temperature interval ($A_s = 250$ K, $A_f = 350$ K). In this interval, internal friction peak arises with the height of 0.11. Comparing with the data on internal friction for $(\text{TiZrHf})_{50}\text{Co}_{10}\text{Ni}_{20}\text{Cu}_{20}$ external stress-free temperature induced martensitic transformation (Fig. 5), which is around the value of 0.03–0.45 at peaks, it can be concluded that loss factor shows peaks that contain two contributions, similarly to NiTi (Fig. 1), ‘transient’ and ‘non-transient’. At the same time, the ‘intrinsic’ loss factor contribution that exists in parent B2 phase is relatively small but in martensitic state it is high (0.05–0.07, Fig. 7) indicating that formation under external stress of the oriented martensite crystals that resulted in shape memory and internal friction shown in Fig. 7 lead to the martensite microstructure with definite signs of intervariant martensite boundaries mobility. It should be also noted that higher loss factor peak for reverse transformation compared to forward indicates contrary to the case of NiTi that more intensive parent/martensite and martensite/martensite interfaces movement takes place at the disappearance of B19’ martensitic crystals, while on forward transformation there is weaker movement of the interfaces in $(\text{TiZrHf})_{50}\text{Co}_{10}\text{Ni}_{20}\text{Cu}_{20}$ shape-memory alloy.

Figure 8 shows storage modulus *vs.* temperature against the background of shape-memory thermal cycle. It can be seen that upon cooling at the earlier stage of the forward transformation storage modulus seemed to start a decrease in 250–290 K temperature interval. Yet, after reaching 250 K on cooling situation changed drastically as storage

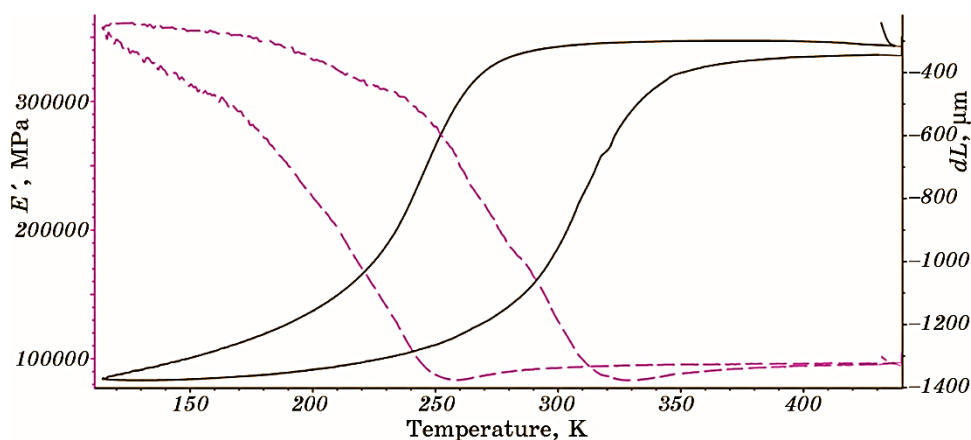


Fig. 8. Deflection in 3-point bending (dL is solid line) and storage modulus E' (dashed line) *vs.* temperature measured in Netzsch 242C DMA under constant static stress of 300 MPa for $(\text{TiZrHf})_{50}\text{Co}_{10}\text{Ni}_{20}\text{Cu}_{20}$. Deflection of -1056 μm corresponds to 0.8% of accumulated martensitic strain.

modulus started to increase and reached 350 GPa at 115 K. Subsequent heating exhibited eventual decrease in storage modulus with the temperature hysteresis similar with shape-memory hysteresis loop. Slight minimum in storage modulus prior to A_f takes place with hysteresis in respect to small minimum on cooling. Taking into account the results of [12] obtained on single crystalline NiTi, it can thus be supposed that small minimum appeared on cooling at first due to C_{44} principal shear modulus contribution, while after that C' contribution completely dominated storage modulus behaviour corresponding to shear in the (110) plane and the $[1\bar{1}0]$ direction.

4. SUMMARY

In stress free conditions elastic modulus minimum for NiTi is deeper at forward martensitic transformation and is accompanied by corresponding more significant internal friction compared with reverse one implying that lattice softening is more pronounced at martensite formation and the movement of the transformation dislocations is easier in this case. CuAlMn shows behaviour opposite to NiTi; reverse martensitic transformation exhibits deeper elastic modulus minimum and stronger corresponded internal friction implying that lattice softening is more pronounced and transformation dislocations glide easier at martensite disappearance. TiZrHfCoNiCu exhibits elastic modulus behaviour similar to NiTi, while internal friction is similar to CuAlMn meaning that the lattice softening (deeper modulus minimum) is more significant for the martensite formation, while the internal friction associated with transformation dislocations movement is much stronger for the martensite crystals disappearance.

As supposed, while comparing the elastic behaviour under external stress with respect to functional properties changes for NiTi, CuAlMn and TiZrHfCoNiCu polycrystalline shape-memory alloys, that C_{44} contribution dominates elastic modulus behaviour for NiTi and CuAlMn upon shape memory and internal friction and corresponds to shear on a $\{001\}$ plane, independent of the direction of shear within that plane.

As for TiZrHfCoNiCu, it was supposed that its elastic modulus behaviour upon shape memory and internal friction is dominated by C' contribution that corresponds to shear in the (110) plane and the $[1\bar{1}0]$ direction. Detailed analysis of the directional dependence of elastic stiffness and shear moduli that helped us to put shear constants in correspondence with two principal shear systems might be found in [15] and [16].

There is a competition between two principal shear systems at forward martensitic transformation under external stress for CuAlMn and TiZrHfCoNiCu shape-memory alloys. In CuAlMn, (110) plane and the $[1\bar{1}0]$ principal shear lead at first to stiffening, while at some point $\{001\}$ plane shear system takes over. On a contrary, in

TiZrHfCoNiCu at the initial stage there is some softening associated with $\{001\}$ plane shear system, while later on (110) plane and the $[1\bar{1}0]$ direction shear system takes over. Consequences of such competition need to be studied in more detail.

It is possible that supposed change in principal shear at transition from industrial NiTi and CuAlMn to highly distorted TiZrHfCoNiCu high-entropy shape-memory alloys might be the reason for the advanced functional properties of the novel multicomponent materials. It also might indicate that thermoelastic behaviour can be different for TiZrHfCoNiCu high-entropy shape-memory alloys comparing with NiTi and CuAlMn due to the noticed differences in elastic modulus and internal friction correspondence upon forward and reverse martensitic transformation. The more detailed pursuit of these differences will be the subject of our future investigations.

Authors of this work are grateful for the support from the National Academy of Sciences of Ukraine through the grant 0123U101764.

REFERENCES

1. K. Otsuka and C. M. Wayman, *Shape Memory Materials* (Cambridge: Cambridge University Press: 1998).
2. G. S. Firstov, T. A. Kosorukova, Yu. N. Koval, and V. V. Odnosum, *Mater. Today Proc.*, **2**: S499 (2015).
3. G. S. Firstov, T. A. Kosorukova, Y. N. Koval, and P. A. Verhovlyuk, *Shape Memory and Superelasticity*, **1**: 400 (2015).
4. G. S. Firstov, Yu. M. Koval, V. S. Filatova, V. V. Odnosum, G. Gerstein, and H. Maier, *Progress in Physics of Metals*, **24**, No. 4: 819 (2023).
5. A. Seeger, *Int. J. Mater. Research*, **47**, Iss. 9: 653 (1956).
6. H. G. van Bueren, *Imperfections in Crystals* (Amsterdam: North Holland Publishing Co: 1960).
7. H. Heinrich, H. P. Karnthaler, T. Waitz, and G. Kostorz, *Mater. Sci. Eng. A*, **272**, Iss. 1: 238 (1999).
8. R. R. Hasiguti and K. Iwasaki, *J. Appl. Phys.*, **39**: 2182 (1968).
9. S. Spinner and A. G. Rozner, *J. Acoustical Soc. America*, **40**: 1009 (1966).
10. G. Mazzolai, *AIP Advances*, **1**: 040701 (2011).
11. J. Van Humbeeck, J. Stoiber, L. Delaey, and R. Gotthardt, *Int. J. Mater. Research*, **86**: Iss. 3: 176 (1995).
12. L. Bodnárová, M. Janovská, M. Ševčík, M. Frost, L. Kadeřávek, J. Kopeček, H. Seiner, and P. Sedlák, *Shape Memory and Superelasticity*, **11**: 230 (2025).
13. N. Koeda, T. Omori, Y. Sutou, H. Suzuki, M. Wakita, R. Kainuma, and K. Ishida, *Mater. Trans.*, **46**: 118 (2005).
14. Yu. M. Koval, V. V. Odnosum, Vyach. M. Slipchenko, V. S. Filatova, A. S. Filatov, O. A. Shcheretskyi, and G. S. Firstov, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **46**, No. 9: 933 (2024).
15. K. M. Knowles and P. R. Howie, *J. Elasticity*, **120**: 87 (2015).
16. C. Zener, *Elasticity and Anelasticity of Metals* (Chicago: University of Chicago Press: 1948).

PACS numbers: 02.70.Dh, 44.05.+e, 52.77.Fv, 62.20.D-, 62.20.Qp, 81.20.Vj, 81.30.Kf

Вплив низькотемпературного перетворення аустеніту в металі зварних швів на залишковий напружений стан зварних з'єднань броньової криці

О. А. Сливінський*, В. В. Квасницький*, О. В. Прохоренко*,
А. О. Перепічай*, Є. В. Ілляшенко**, І. М. Лагодзінський*,
Д. С. Леонов***, О. Е. Дацюк*, В. М. Нестеренков**

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

***Інститут електрозварювання імені Є. О. Патона НАН України,*
вул. Казимира Малевича, 11,
03150 Київ, Україна

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

Викладено результати комплексного дослідження впливу структурно-фазових перетворень у металі зварних швів броньової криці надвисокої твердості MARS 600 на формування компонент залишкового напружено-

Corresponding author: Oleksiy Anatoliyovych Slyvinsky
E-mail: o.slyvinsky@gmail.com

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

***E. O. Paton Electric Welding Institute, N.A.S. of Ukraine,*
11, Kazymyr Malevych Str., UA-03150 Kyiv, Ukraine

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

Citation: O. A. Slyvinsky, V. V. Kvasnytskyi, O. V. Prokhorenko, A. O. Perepichay, Ye. V. Illiashenko, I. M. Lahodzinskyi, D. S. Leonov, O. E. Datsiuk, and V. M. Nesterenkov, The Influence of Low-Temperature Austenite Transformation in Weld Metal on the Residual Stress State of Welded Joints of Armor Steel, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, 47, No. 12: 1295–1318 (2025), DOI: [10.15407/mfint.47.12.1295](https://doi.org/10.15407/mfint.47.12.1295)

© 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>)

го стану металу стикових з'єднань завтовшки у 6 мм, виконаних за допомогою дугового зварювання топкою електродою у захисному газі (MAG) та плазмового зварювання (PAW). Методами електронної мікроскопії, спектральної аналізи, рентгенівської дифрактометрії, мікродюрометрії визначено фактичні фазовий і хемічний склади металу зварних швів; встановлено, що під час MAG-зварювання криці MARS 600 в металі шва формується аустенітно-мартенситна структура з твердістю, щонайменше в 1,7 разів нижчою за твердість основного металу, а під час PAW-зварювання — структура рейкового мартенситу з твердістю до $\cong 1,1$ разу більшою за твердість основного металу. З урахуванням фазових перетворень під час нагрівання й охолодження проведено порівняльну скінченно-елементну аналізу рівня компонент залишкового напруженого стану з'єднань з виконанням зварних швів на прохід (MAG і PAW1) і двома ділянками від середини до торців (PAW2). Встановлено, що для технологічної схеми зварювання PAW1 завдяки ефекту низькотемпературного перетворення аустеніту метал шва та небезпечних ділянок зони термічного впливу зазнає дії напружень стиску у поздовжньому та незначних за величиною напружень розтягу в поперечному напрямках. Показано, що зварювання за технологічною схемою PAW2 є небезпечним з точки зору тріщиноутворення внаслідок формування концентратора напружень в області стику двох ділянок шва.

Ключові слова: залишкові напруження, перетворення аустеніту, мікроструктура, мікротвердість, дугове зварювання в захисному газі, плазмове зварювання, броньова криця.

The results of a comprehensive study of the influence of structural and phase transformations in the metal of welds of MARS 600 ultra-high-hardness armour steel on the formation of components of the residual-stress state of the metal of 6 mm-thick butt joints, performed using arc welding with a consumable electrode in a protective gas (MAG) and plasma welding (PAW), are presented. The actual phase and chemical compositions of the weld metal is determined by electron microscopy, spectral analysis, x-ray diffractometry, and microdurometry; it is established that, during MAG welding of MARS 600 steel, an austenitic–martensitic structure with a hardness at least 1.7 times lower than the hardness of the base metal is formed in the weld metal, and during PAW welding, a rack martensite structure with a hardness up to $\cong 1.1$ times greater than the hardness of the base metal is formed. Taking into account phase transformations during heating and cooling, a comparative finite-element analysis of the component level of the residual-stress state of the joints is carried out, with the execution of welds in the penetration (MAG and PAW1) and in two sections from the middle to the ends (PAW2). As established for the PAW1 welding scheme, due to the effect of low-temperature austenite transformation, the weld metal and dangerous sections of the HAZ are subjected to compressive stresses in the longitudinal and insignificant tensile stresses in the transverse directions. As shown, welding according to the PAW2 technological scheme is dangerous from the point of view of crack formation due to the formation of a stress concentrator in the area of the junction of two sections of the weld.

Key words: residual stresses, austenite transformation, microstructure, mi-

crohardness, arc welding in a protective gas, plasma welding, armour steel.

(Отримано 12 листопада 2025 р.; остаточн. варіант — 12 листопада 2025 р.)

1. ВСТУП

Катані броньові криці надвисокої твердості, що задовольняють вимогам MIL-DTL-32332 [1] забезпечують більш високий рівень балістичного захисту у порівнянні з броньовими крицями високої твердості за MIL-DTL-46100 [2] та є перспективними матеріалами для застосування у зварювальному виробництві військової легкоброньованої техніки. Для одержання необхідних службових характеристик листовий прокат з броньових криць надвисокої твердості підлягає гартуванню з низькотемпературним відпуском і набуває твердості *HBW* 5,7–6,5 ГПа. Підвищений вміст Карбону (у середньому 0,40–0,44 ваг.%) істотно обмежує технологічну здатність до зварювання цих матеріалів через загрозу крихких руйнувань під впливом залишкових зварювальних напружень — холодних тріщин. Основною причиною утворення останніх є формування малопластичної структури невідпущеного мартенситу в металі зварювальної зони термічного впливу (ЗТВ) і високий рівень залишкових напружень розтягу [3]. Враховуючи високу чутливість броньових криць до перегріву, зумовлену зменшенням термообробленого на максимальну твердість основного металу [4], що в свою чергу унеможливорює попереднє підігрівання зварюваних деталей, єдиним на сьогоднішній день методом попередження холодних тріщин під час зварювання броньових криць є застосування високолегованих зварювальних матеріалів аустенітного класу [5]. У разі формування у металі зварного шва аустенітної структури, що не зазнає поліморфних перетворень під час його охолодження, характер напруженого стану в навіколошовній зоні сприяє зсуву початку мартенситного перетворення в область більш високих температур, внаслідок чого воно відбувається з самовідпуском. В свою чергу, структурні напруження, спричинені мартенситним перетворенням металу навіколошовної зони, можуть бути релаксовані пластичною деформацією аустенітного металу зварного шва.

Недоліком застосування аустенітних зварювальних матеріалів для з'єднання високоміцних гартівних криць є неможливість одержання в зварному шві еквівалентного з основним металом рівня твердості та міцності. Зокрема, у випадку зварювання броньових криць це вимагає спеціального конструктивного виконання зварних вузлів або нагрівання на поверхню зварного шва кулестійкого шару високої твердості [6].

Перспективним напрямом розвитку технологій зварювання високоміцних гартівних криць є розроблення зварювальних матері-

ялів, що реалізовуватимуть ефект низькотемпературного перетворення аустеніту (low-temperature transformation—LTT) в металі шва [7–11]. Це — низьковуглецеві високолеговані зварювальні матеріали системи Cr–Ni та Cr–Ni–Mn, що забезпечують затримку розпаду аустеніту до температури у 200°C і нижче. У цьому випадку мартенситне перетворення в ЗТВ зварюваної криці відбуватиметься за таких самих термодеоформаційних умов, що і під час зварювання аустенітними матеріалами, і тому зварювання допускається здійснювати без підігрівання. В свою чергу, повне або часткове мартенситне перетворення в металі шва дає змогу істотно підвищити його міцність і твердість й подекуди одержувати його механічні властивості на рівні основного металу [10]. Проте, основний очікуваний від застосування зварювальних матеріалів з LTT-ефектом результат полягає в мінімізації залишкових напружень розтягу або створенні високих напружень стиску через додавання до зварювальних напружень структурних напружень стиску під час низькотемпературного мартенситного перетворення, яке відбувається з локальним збільшенням об'єму [8]. Внаслідок цього вдається нівелювати головний чинник утворення холодних тріщин — високі залишкові напруження розтягу з одночасним підвищенням міцності металу шва.

Слід зазначити, що наразі відсутні опубліковані дані щодо використання для з'єднання броньових криць високої та надвисокої твердості матеріалів з LTT-ефектом, а наведені в наявних публікаціях результати переважно стосуються дугового зварювання у захисному газі криць з границею плинності у 690–960 МПа дослідними зразками зварювальних дротів [9–11]. У зв'язку з цим доцільно дослідити можливість одержання низькотемпературного мартенситного перетворення в металі зварного шва шляхом регулювання частки нагрітого металу й основного металу в ньому, використовуючи штатний, рекомендований для зварювання броньових криць дріт аустенітного класу. Для дугового зварювання у захисному газі топкою електродами це не представляється можливим, оскільки швидкість подавання електродного дроту жорстко прив'язано до величини зварювального струму, необхідної для досягнення певного протоплення. У цьому випадку досягти зменшення концентрації елементів-аустенітизаторів в зварному шві можна, лише збільшуючи їх вигорання через зростання концентрації активного газу в складі захисної суміші. Способи зварювання з незалежною відносно енергетичних параметрів джерела нагрівання швидкістю подавання присадного матеріалу, наприклад плазмове зварювання, уможливають більшою мірою вплинути на структурно-фазовий склад металу шва.

Загальновідомою особливістю всіх способів зварювання концентрованими джерелами теплової енергії, в тому числі й плазмового

процесу, є підвищені вимоги до складання деталей під зварювання, зокрема забезпечення постійного зазору між з'єднуваними крайками упродовж усього часу виконання зварного шва. У цьому випадку мінімізація переміщень з площини та поперечних по відношенню до осі шва переміщень досягається жорстким закріпленням зварюваних деталей у фіксувальному оснащенні [12], застосуванням відповідних технологічних схем виконання зварних швів, зокрема короткими ділянками від середини до країв складальної одиниці, обернено-ступінчастим способом тощо [13].

Таким чином, завданням даної роботи є мінімізація рівня залишкових напружень розтягу зварних з'єднань броньової криці надвисокої твердості, шляхом регулювання фазового складу металу зварних швів і вибору раціональної технологічної послідовності зварювання поряд з підвищенням рівня твердості та міцності зварних швів.

2. МЕТОДИКА ТА МАТЕРІЯЛИ ДОСЛІДЖЕНЬ

Досліджено стикові зварні з'єднання пластин із криці MARS 600 розмірами 300×250×6 мм дуговим зварюванням топкою електродами у захисному газі (MAG) та плазмовим зварюванням (PAW) з присадним дротом. В обох випадках застосовувався зварювальний дріт аустенітного класу ESAB OK Autrod 16.95 (18 8 Mn за EN ISO 14343) діаметром у 1,2 мм. Хімічний склад основного металу та зварювального дроту наведено у табл. 1. Параметри режимів зварювання обиралися з метою забезпечення повного протоплення з'єднань за один прохід з одночасною мінімізацією тепловкладення в основний метал (табл. 2).

У випадку MAG-зварювання через теплофізичні особливості електричної дуги топкої електроди якісне формування металу одностороннього зварного шва було одержано тільки за умови скосу крайки однієї зі з'єднуваних пластин. PAW-зварювання для обраної товщини основного металу завдяки більш високій концентрації теплової потужності забезпечувало формування шва з наскрізним протопленням без розкриття крайок.

Під час зварювання й охолодження з'єднувані пластини були жорстко зафіксовані вздовж напрямку зварювання за допомогою крицевих обміднених притискних пластин, віддаль між якими складала 60 мм. Зварювання виконувалося на мідній підкладинці розмірами 600×380×40 мм з фрезерованою канавкою радіусом у 3 мм для формування оберненого боку зварного шва за трьома технологічними схемами: схема PAW1-зварювання стикового шва напрохід; схема PAW2-зварювання стикового шва двома ділянками від середини з'єднання до торців (параметри режимів для PAW1 і PAW2 — ідентичні); схема MAG-зварювання стикового шва напро-

ТАБЛИЦЯ 1. Хемічний склад основного металу, зварювального дроту та металу зварних швів [ваг.%].**TABLE 1.** Chemical composition of base metal, welding wire, and weld metal [wt.%].

Елемент	Основний метал	Зварювальний дріт	Метал шва, MAG	Метал шва, PAW
C	0,43	0,06	0,262	0,419
Si	0,82	0,8	0,72	0,66
Mn	0,499	6,7	3,23	1,58
P	0,0054	0,02	0,02	0,02
S	0,0006	0,01	0,0067	0,02
Cr	0,15	18,2	10,13	3,85
Ni	1,881	8,1	5,47	3,09
Mo	0,33	0,1	0,29	0,26
Cu	0,03	0,2	—	—
Al	0,035	—	—	—
B	0,0028	—	—	—
Fe	Основа			

ТАБЛИЦЯ 2. Параметри режимів зварювання.**TABLE 2.** Welding mode parameters.

Спосіб зварювання	Зазор між пластинами b , мм	Зварювальний струм $I_{зв}$, А	Зварювальна напруга $U_{зв}$, В	Швидкість подачі дроту $v_{пл}$, м/хв	Швидкість зварювання $v_{зв}$, мм/с	Плазмоутворювальний / захисний газ	Ефективний коефіцієнт корисної дії нагрівання [14]	Погонна енергія зварювання Q , кДж/мм
MAG	2,0	235	27,4	7,2	5,25	—/Ar + 20% CO ₂	0,8	0,98
PAW	0,8	201	27,0	1,2	3,3	Ar/Ar + 18% CO ₂	0,5	0,82

хід.

Під час зварювання здійснювалися вимірювання термічних циклів за допомогою хромель-алюмелевих термопар в точках на віддалі у 75 мм від початку контрольних зварних швів у поздовжньому напрямку і у 25 мм у поперечному напрямку до осі зварних стиків

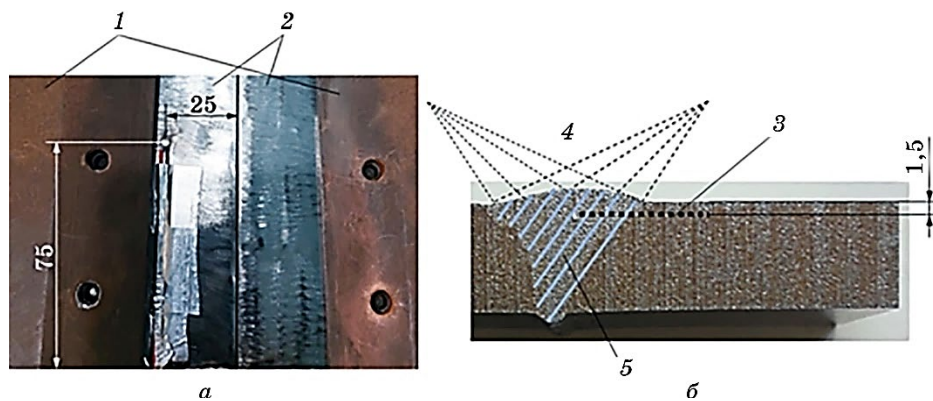


Рис. 1. Схема проведення експериментальних досліджень термічних циклів зварювання (а), дюрOMETричної, рентгеноструктурної та хемічної аналіз (б): 1 — притискні пластини, 2 — з'єднані деталі, 3 — напрямок вимірювання мікротвердості, 4 — область рентгєнівського дифрактометричного опромінювання, 5 — область мікроструктурних досліджень і хемічної аналізи.

Fig. 1. Scheme of experimental studies of thermal cycles of welding (a), durometric, x-ray structural and chemical analyses (b): 1—pressure plates, 2—connected parts, 3—direction of microhardness measurement, 4—area of x-ray diffractometric irradiation, 5—area of microstructural studies and chemical analysis.

(рис. 1, а). З'юти термопар розміщувались із заглибленням біля 0,5 мм від лицьової поверхні зварних зразків.

Зі зварних з'єднань електроерозійною методою у перпендикулярному до осі зварного шва напрямку вирізалися зразки для дюрOMETричних і структурно-фазових досліджень.

ДюрOMETрична аналіза проводилася методою за Віккерсом на мікротвердомірі «LHVS-1000Z» з навантаженням у 2,94 Н (300 г) з метою порівняння розподілу мікротвердості на віддалі у 1,5 мм від лицьової сторони зварних зразків, виконаних MAG- і PAW-способами (рис. 1, б).

Рентгєнодифрактометричною аналізою за допомогою дифрактометра 'Rigaku Ultima IV' визначався фазовий склад металу зварних швів, а також залишкові напруження 1-го роду за методикою $\sin^2\psi$ [15].

Фактичний вміст легувальних елементів і домішок в металі зварних швів (табл. 1) визначено методою енергодисперсійної рентгєнівської спектроскопії на електронному мікроскопі «TESCAN VEGA 3» та методом спалювання у потоці кисню за допомогою газоаналізатора «EMIA PRO».

Термодеформаційні процеси під час зварювання моделювали методом скінченних елементів з використанням програмного комплексу «Simufact Welding».

3. РОЗРАХУНКОВА СХЕМА І ВЛАСТИВОСТІ МАТЕРІЯЛІВ

Скінченно-елементний модель (рис. 2, *a*) зварного з'єднання (зварювані пластини «Plate1» і «Plate2» та шов «Weld») з оснащенням (підкладинка «Back-plate-mm» і притискні пластини «Clamp1-mm» і «Clamp2-mm») створено за допомогою твердотільного моделювання і складається з 29328 призматичних елементів. Сітка скінченних елементів зварного з'єднання — нерегулярна, зі збільшенням розмірів скінченних елементів за межами високонагрітої зони, для оптимізації витрат часу на розрахунки.

Крайові умови, що визначають теплообмін між поверхнею тіла та навколишнім середовищем, задано 2D-елементами у вигляді поверхні тепловіддачі, яка моделює конвекцію та променистий теплообмін під час зварювання. Траєкторію зварного шва задано 1D-елементами. Технологічне закріплення зварного з'єднання у процесі зварювання й охолодження моделювали, призначивши програмно жорстке притиснення пластин оснастки.

Початок правої прямокутної системи координат XYZ скінченно-елементного моделю зварного стикового з'єднання розміщено на нижній площині пластин у центральному вузлі; вісь Z спрямовано

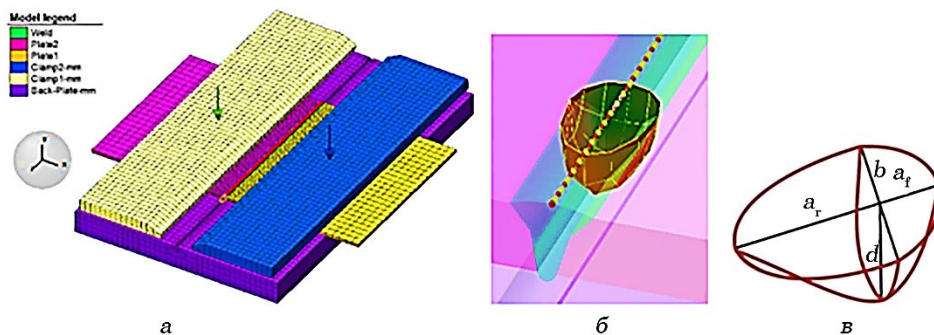


Рис. 2. Твердотільний скінченно-елементний модель стикового зварного з'єднання в оснащенні (*a*), модель зварювального джерела тепла (*б*) та її геометричні параметри (*в*): a_r , a_f — довжини хвостової та фронтальної частин ванни, b , d — її ширина та глибина відповідно.

Fig. 2. Solid-state finite-element model of a butt weld joint in the fixture (*a*), model of the welding heat source (*б*), and its geometric parameters (*в*): a_r , a_f — lengths of the tail and frontal parts of the bath, b , d — its width and depth, respectively.

вздовж зварного шва, вісь X — уперек зварного шва, вісь Y — вгору до лицьової поверхні пластини. Пластини протоплювали вздовж осі Z на всю товщину за один прохід.

Моделювання термодформаційних процесів під час зварювання й охолодження виконували з урахуванням хемічного складу основного металу й експериментально визначеного вмісту елементів у зварних швах для MAG- і PAW-зварювання (табл. 1), а також з урахуванням залежностей теплофізичних і механічних властивостей матеріалів від температури. Враховуючи той факт, що застосовані матеріали були відсутні в базі даних Simufact Welding, їхні залежності від температури значення теплопровідності, модуля пружності, питомої теплоємності, Пуассонова коефіцієнта, густини та коефіцієнта теплового розширення було розраховано у програмному забезпеченні JMatPro [16, 17] та імпортовано як модель матеріалу в Simufact Welding. В процесі моделювання фазовий склад матеріалу визначався опосередковано шляхом розрахунку фазових співвідношень, визначення властивостей для теоретично чистих фаз і використання лінійного правила змішання. Водночас фазові співвідношення під час охолодження розраховувалися для температури аустенізації у 1300°C за допомогою чисельно побудованих діаграм ізотермічного перетворення аустеніту, використання яких для неізотермічного перетворення здійснювалося шляхом декомпозиції на послідовні ізотермічні перетворення.

Розв'язок задачі термопружнوپластичності виконано шляхом одночасного розв'язування рівнянь теплового балансу та механіки твердого деформованого тіла з урахуванням крайових умов другого (густину теплового потоку теплопровідності задавали за допомогою моделю об'ємного джерела тепла за J. Goldak [18]), третього (умови конвективного теплообміну між поверхнею з'єднання та навколишнім середовищем задано відповідно до закону Ньютона-Ріхмана [19]) і четвертого роду (контактний теплообмін між з'єднанням, підкладкою та притискачами реалізовано через завдання коефіцієнта теплопередачі та температури контакту між поверхнями контакту [19]). Модель об'ємного джерела тепла за J. Goldak має максимально наближену до зварювальної ванни форму подвійного еліпсоїда (рис. 2, б), з відповідними геометричними параметрами (рис. 2, в, табл. 3), які призначалися на підставі аналізу макрошліфів зварних швів з'єднань, виконаних за режимами, вказаними у табл. 2.

Характерною особливістю моделю є те, що розподіл об'ємної густини потужності джерела задається незалежно для фронтальної та хвостової частин еліпсоїда. Відповідно встановлювалися наступні коефіцієнти f_f і f_r , що визначають співвідношення для тепла, внесеного у фронтальну та хвостову частину.

Валідацію скінченно-елементних моделей виконано через порів-

няння експериментальних і розрахункових параметрів, одержаних в результаті числового розв'язання задачі теплопровідності: геометричних параметрів зварювальної ванни та термічних циклів під час зварювання стикового шва напрохід MAG- та PAW-зварюванням (рис. 3, табл. 4).

Як видно з рис. 3 і табл. 4, геометричні параметри моделей з дос-

ТАБЛИЦЯ 3. Параметри моделей джерел тепла для PAW- і MAG-зварювання.

TABLE 3. Parameters of heat source models for PAW and MAG welding.

Спосіб зварювання	a_f , мм	a_r , мм	b , мм	d , мм	f_t	f_r
PAW	8	15	5	7	0,69	1,31
MAG	9	16	5,5	6,5	0,72	1,28

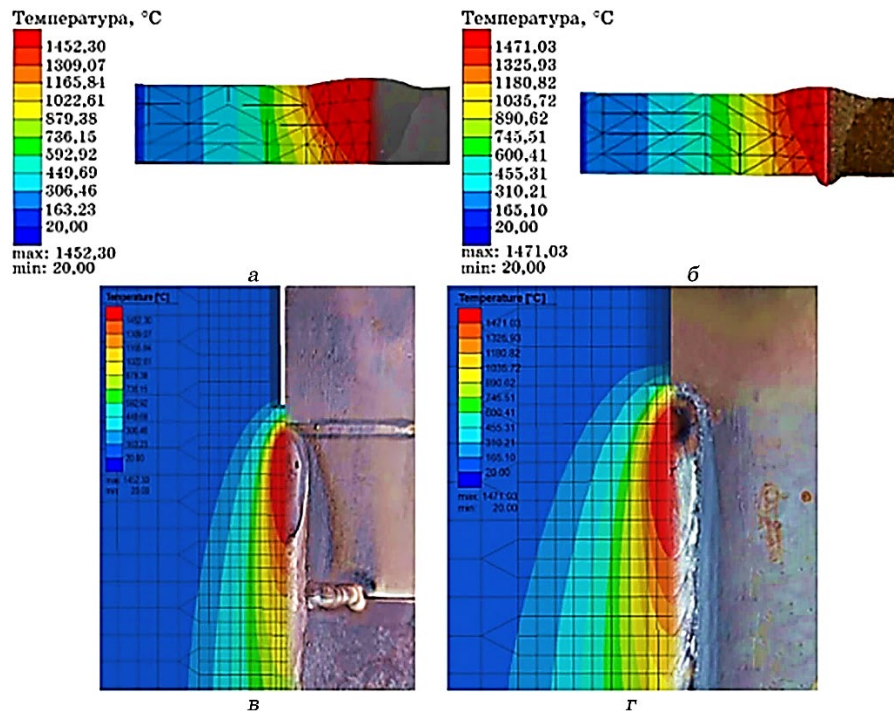


Рис. 3. Зіставлення параметрів зварювальної ванни для модельного й експериментального зразків: у поперечному перерізі для MAG- (а) і PAW- (б) з'єднань; вигляд зверху для MAG- (в) і PAW- (г) з'єднань.

Fig. 3. Comparison of weld pool parameters for model and experimental samples: in cross-section for MAG (a) and PAW (б) joints; in top view for MAG (в) and PAW (г) joints.

татньою для практичних цілей точністю збігаються з аналогічними параметрами експериментальних зварних зразків; похибка не перевищує 10%.

Порівняння розрахункових та експериментальних термічних циклів в точках MAG- і PAW-зварних з'єднань (див. рис. 1, *a*) показано на рис. 4. Видно, що значення максимальних температур термічних циклів змодельованих процесів зварювання практично збігаються зі значеннями, одержаними під час експерименту (відмінність не перевищує 6,4% для MAG і 2,6% для PAW). В обох випадках маємо високий збіг результатів моделювання й експерименту для висхідних гілок термічних циклів.

Для низхідних гілок спостерігається певна відмінність у величині розрахункових і експериментальних значень температур. Ймовірно, це пов'язане з відсутністю даних стосовно теплофізичних властивостей крицевих обміднених притискних пластин і заміною їхнього матеріалу в розрахункових моделях на чисту мідь. В свою чергу, розбіжність гілок охолодження для MAG-способу дещо бі-

ТАБЛИЦЯ 4. Геометричні параметри модельної і експериментальної зварювальних ванн для PAW- та MAG-зварних зразків.

TABLE 4. Geometric parameters of model and experimental weld pools for PAW and MAG welded specimens.

Спосіб зварювання	Довжина ванни, мм		Похибка, %	Ширина ванни, мм		Похибка, %
	Модель	Експеримент		Модель	Експеримент	
MAG	27,6	25,2	9,52	9,5	10,2	6,8
PAW	26,0	23,8	9,24	9,23	9,1	1,43

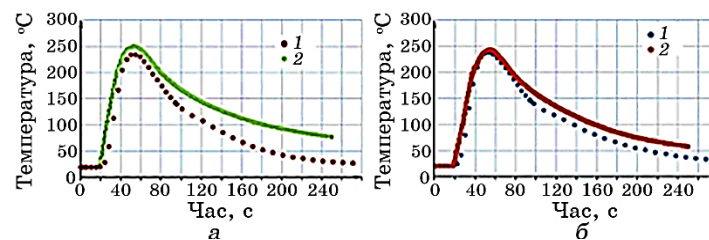


Рис. 4. Термічні цикли в точках MAG (*a*) і PAW (*б*) зварних з'єднань: 1 – розрахункові дані, 2 – експериментальні дані.

Fig. 4. Thermal cycles at the MAG (*a*) and PAW (*b*) points of welded joints: 1—calculated data, 2—experimental data.

льша, ніж для PAW-способу через менше значення погонної енергії (див. табл. 2) і більш високу сконцентрованість теплової потужності в плямі нагрівання для плазмового процесу у порівнянні з дуго-вим.

4. РЕЗУЛЬТАТИ ДОСЛІДЖЕНЬ ТА ЇХ ОБГОВОРЕННЯ

Результати мікродюрOMETричної аналізи (рис. 5) в межах ЗТВ з'єднань досліджених зварних зразків показують типову для зварювання загартовано-відпущених криць, зокрема і броньових, картину зміни твердості по мірі віддалення від зварного шва [20, 21]. Ділянки ЗТВ, що під час нагрівання зазнавали повної аустенізації, після охолодження від максимальної температури нагрівання мають гартівну структуру з твердістю, яка перебільшує твердість основного металу (мінімальну твердість основного металу для криці MARS 600 у термообробленому стані позначено на рис. 5 пунктирною лінією). Ділянки неповної перекристалізації та відпуску характеризуються пониженням твердості нижче від рівня основного металу внаслідок знеміцнення, зумовленого впливом зварювального тепла.

Очікувано, застосування висококонцентрованого плазмового джерела тепла зумовлює звуження як усієї ЗТВ, так і її окремих ділянок у порівнянні з MAG-зварюванням. Принципова відмінність

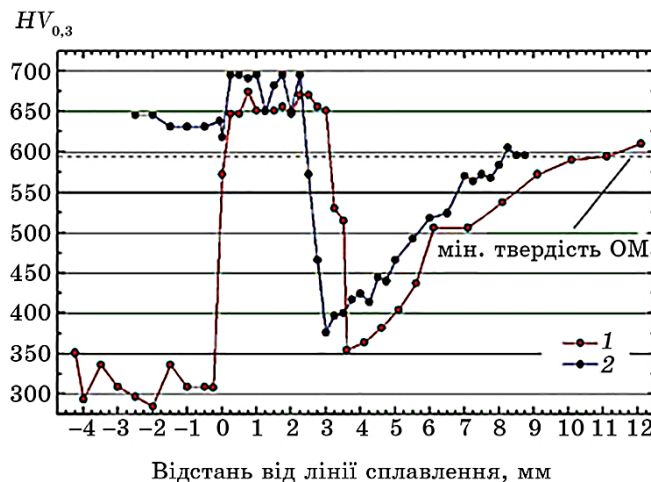


Рис. 5. Розподіл мікротвердості в поперечному перерізі зварних з'єднань криці MARS 600, виконаних MAG- (1) і PAW- (2) способами.

Fig. 5. Microhardness distribution in the cross-section of welded joints of MARS 600 steel made by MAG (1) and PAW (2) methods.

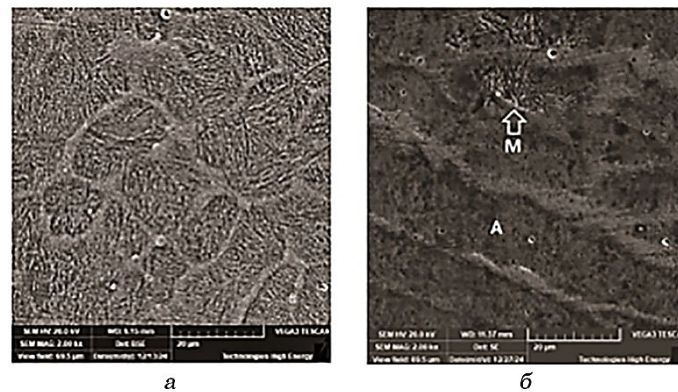


Рис. 6. Сканувальна електронна мікроскопія зварних швів, одержаних PAW- (*а*) і MAG- (*б*) зварюванням: М — мартенсит, А — аустеніт.

Fig. 6. Scanning electron microscopy of welds obtained by PAW (*a*) and MAG (*b*) welding: M—martensite, A—austenite.

показників твердості MAG- і PAW-зразків спостерігається для металу зварних швів (від’ємні віддалі від лінії стоплення на рис. 5). Зварний шов PAW-з’єднання має вищу твердість від основного металу на противагу істотно меншій твердості MAG-шва.

За результатами мікроструктурних досліджень можна бачити, що метал зварного шва PAW-з’єднання має дрібногочасту мартенситну структуру (рис. 6, *а*), в той час як у структурі шва MAG-з’єднання спостерігаються лише поодинокі краплі мартенситу (рис. 6, *б*).

Результати розв’язку методом скінченних елементів зв’язаної задачі термопружнوپластичності для трьох технологічних схем зварювання PAW1, PAW2 і MAG представлено на рис. 7–11.

Аналіза полів поздовжніх напружень показала, що під час зварювання за схемою PAW1 (рис. 7, *а*) у приповерхневій області на осі зварного шва утворюються напруження стиску до -890 МПа, які переходять у напруження розтягу з піковими значеннями до 1075 МПа в межах ЗТВ, з подальшим зменшенням до $\cong -15$ МПа на краях з’єднання. Формування напружень стиску на осі зварного шва пояснюється наявністю мартенситної структури в металі зварного шва, утворення якої супроводжується збільшенням об’єму металу [8], що і спричиняє стиск внаслідок неможливості вільного розширення металу шва. У прикінцевих областях зварного шва поздовжні напруження стиску склали -728 МПа і -528 МПа відповідно.

Для варіанту зварювання за схемою PAW2 (рис. 7, *б*) в залишковому стані на ділянках 1 і 2 у приповерхневій області утворюються поздовжні напруження стиску до -838 МПа і -756 МПа. У прикінцевих областях зварного з’єднання напруження досягли величин

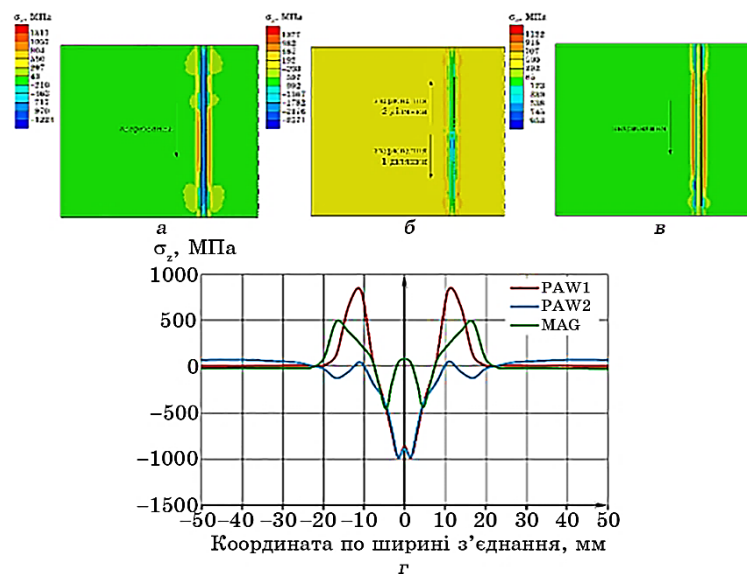


Рис. 7. Поля залишкових поздовжніх напружень σ_z для технологічних схем зварювання PAW1 (а), PAW2 (б) і MAG (в) та розподіл їх у середньому поперечному перерізі (г).

Fig. 7. Fields of residual longitudinal stresses σ_z for technological welding schemes PAW1 (a), PAW2 (б) and MAG (в), and their distribution in the average cross-section (г).

–198 МПа і –215 МПа для 1-ї і 2-ї ділянок відповідно. Крім того, після зварювання 2-ї ділянки на початку довжини 1-ї ділянки (завдовжки у $\cong 50$ мм від місця стику ділянок) формується область значних напружень стиску у $\cong -2100$ МПа, що сягають розрахованого в JMatPro за хемічним складом металу шва значення його границі міцності й є критичним показником для можливого розвитку тріщин у цій області з'єднання.

Для MAG-зварювання (рис. 7, в) у приповерхневій області шва утворюються напруження розтягу величиною до 160 МПа. Крім того, на віддалі від осі шва у $\cong 11$ мм величина поздовжніх напружень розтягу сягає значень у 1082 МПа. За межами пластичної зони у середньому поперечному перерізі діють поздовжні напруження стиску величиною до –25 МПа, а у прикінцевих областях на початку і в кінці зварного шва напруження стиску змінюються на напруження розтягу; їхня величина дорівнює 225 МПа і 180 МПа відповідно.

Для детальної оцінки компонент залишкового напруженого стану додатково розглянуто розподіл поздовжніх напружень в середньому поперечному перерізі (рис. 7, г). Графіки побудовано на осно-

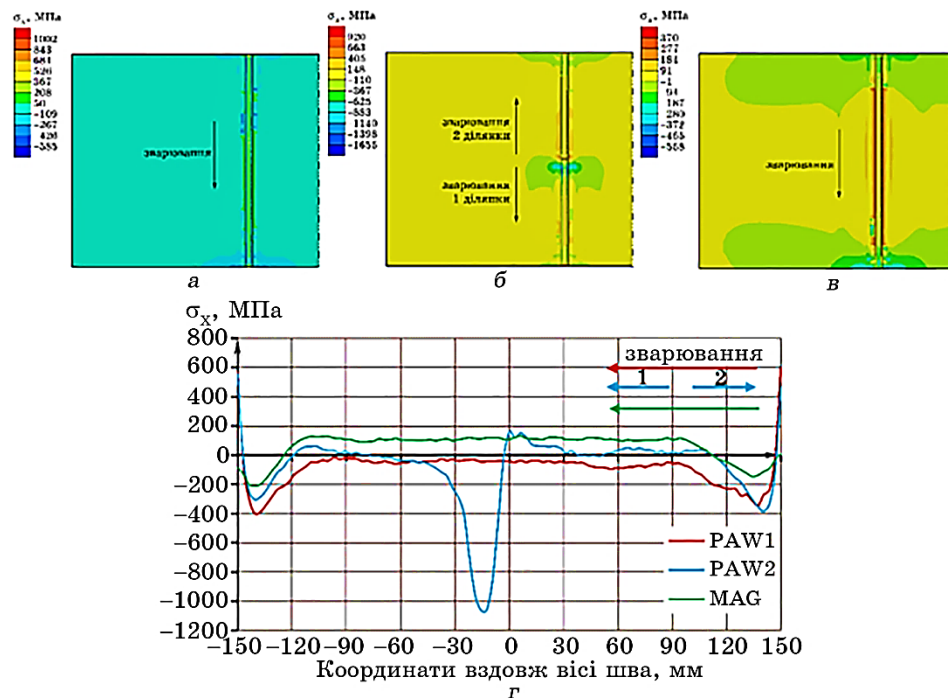


Рис. 8. Поля залишкових поперечних напружень σ_x для технологічних схем зварювання PAW1 (а), PAW2 (б) і MAG (в) та їх розподіл вздовж осей зварних швів (г).

Fig. 8. Fields of residual transverse stresses σ_x for technological welding schemes PAW1 (а), PAW2 (б) and MAG (в) and their distribution along the axes of the welds (г).

ві усереднення значень напружень, визначених для лицьової та оберненої поверхонь зварних з'єднань.

Для схеми PAW1 в межах зварного шва, ширина якого складала $\cong 9$ мм (табл. 4), діють напруження стиску від -860 до -1000 МПа. На ділянці стоплення значення напружень стиску зменшуються до $\cong -450$ МПа. «Розвантаження» металу зварного з'єднання зі значенням розрахункових поздовжніх залишкових напружень $\cong 0$ МПа спостерігається на віддалі $y \cong 7,5$ мм від осі шва, що відповідає ділянці максимального знеміцнення в межах ЗТВ (рис. 5). Максимальні напруження розтягу до 826 МПа утворюються на віддалі $y \cong 11,5$ мм від осі шва в металі ділянки низькотемпературного відпуску ЗТВ, механічні властивості якого мало відрізняються від властивостей основного металу.

Для схеми PAW2 в межах зони пластичних деформацій величина напружень розтягу не перевищує 50 МПа, однак на осі зварного

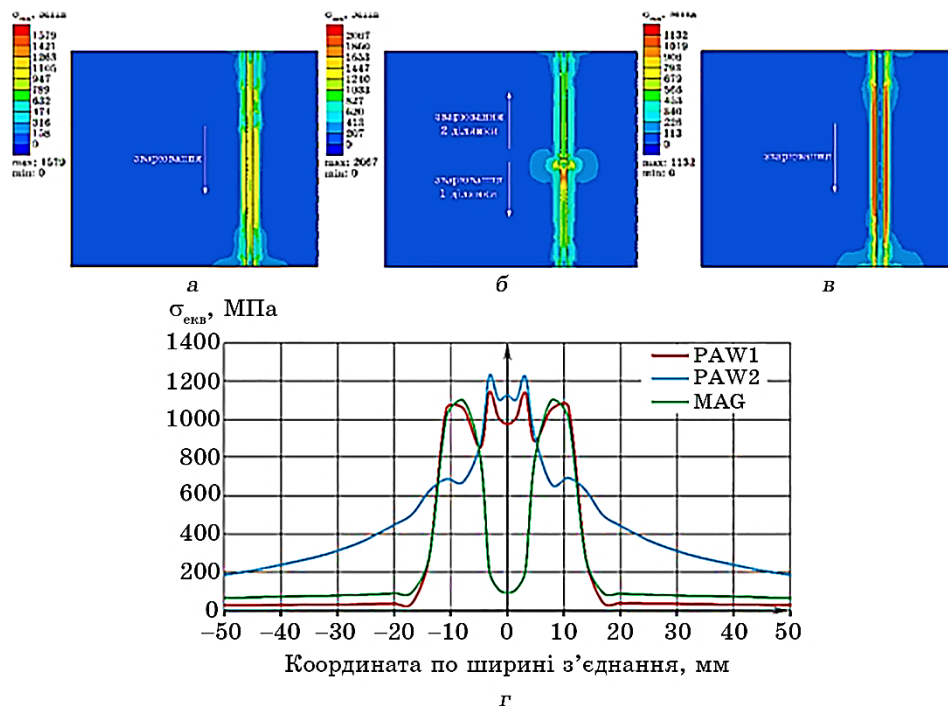


Рис. 9. Поля залишкових еквівалентних напружень $\sigma_{\text{екв}}$ для технологічних схем зварювання PAW1 (а), PAW2 (б) і MAG (в) та розподіл їх у середньому поперечному перерізі (з).

Fig. 9. Fields of residual equivalent stresses $\sigma_{\text{екв}}$ for technological welding schemes PAW1 (a), PAW2 (б) and MAG (в), and their distribution in the average cross-section (z).

шва, як і для схеми PAW1, утворюються значні поздовжні напруження стиску до -890 МПа.

Після MAG-зварювання на осі зварного шва, ширина якого складала ≈ 10 мм (табл. 4) формуються незначні до 81 МПа напруження розтягу з переходом у напруження стиску до -454 МПа на ділянці стоплення (≈ 5 мм від осі шва). Величина максимальних напружень розтягу сягає 486 МПа в основному металі за межами ЗТВ.

Характерні відмінності у розподілі поздовжніх напружень в межах пластичної зони для досліджуваних схем (рис. 7, з) зумовлено особливостями перебігу фазових перетворень у швах і перегрітих ділянках ЗТВ, а також технікою виконання зварного шва (напрохід або двома ділянками від центру до торців). Зокрема, визначений для технологічної схеми PAW1 розподіл поздовжніх залишкових напружень в перерізі зварного з'єднання за своїми характеристиками є аналогічним до наведених у [8] результатів досліджень на-

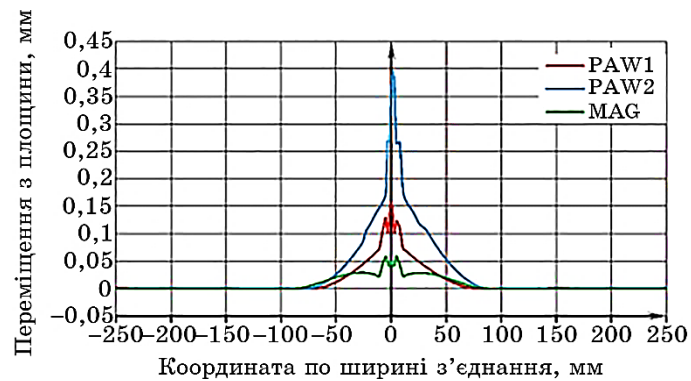


Рис. 10. Розподіл залишкових переміщень з площини у середньому поперечному перерізі стикового з'єднання для різних технологічних схем зварювання.

Fig. 10. Distribution of residual displacements from the plane in the average cross-section of the butt joint for different welding technological schemes.



Рис. 11. Розподіл залишкових переміщень з площини вздовж осі зварного шва стикового з'єднання для різних технологічних схем зварювання.

Fig. 11. Distribution of residual displacements from the plane along the axis of the weld of the butt joint for different welding technological schemes.

пруженого стану зварних з'єднань гартівних криць, виконаних зварювальними матеріалами, що забезпечують ЛТТ-ефект.

Визначено, що для всіх трьох технологічних схем в межах пластичної зони у приповерхневій області формуються залишкові поперечні напруження розтягу (рис. 8) незначної величини (менше 300 МПа). У прикінцевих областях на початку та в кінці зварного шва утворюються поперечні напруження стиску (подекуди до $\cong -400$ МПа).

Крім того, для зварювання за схемою PAW2 (рис. 8, б) на довжині $y \cong 28$ мм від початку завареної ділянки 1 після завершення зварювання ділянки 2 формується область поперечних напружень до -1060 МПа, зумовлена неможливістю розширення металу у поперечному напрямку вже охолодженої ділянки 1 і утворенням концентратора напружень — стику двох ділянок.

З наведеного на рис. 8, з розподілу поперечних напружень вздовж осей зварних швів видно, що для схеми PAW1 та MAG він має рівномірний характер без локальних екстремумів. За винятком приторцевих областей, вздовж осі шва PAW1 формуються незначні напруження стиску до -88 МПа, вздовж осі MAG-шва — напруження розтягу не вище 130 МПа. У приторцевих областях швів напруження змінюють знак; водночас, для схеми PAW1 формуються пікові значення поперечних напружень розтягу до 600 МПа, для MAG-з'єднання напруження стиску не перебільшують -87 МПа.

Для схеми PAW2 величина напружень у середній частині обох ділянок шва є меншою за 60 МПа; приторцеві області шва, аналогічно до схеми PAW1, зазнають впливу напружень розтягу у $\cong 550$ МПа. Водночас, на довжині $y \cong 28$ мм від початку завареної ділянки 1 після завершення зварювання ділянки 2 формується область стискальних поперечних напружень стиску до -1063 МПа, наявність якої зумовлено неможливістю розширення металу у поперечному напрямку вже охолодженої ділянки 1 і формуванням концентратора напружень — стику двох ділянок.

З огляду на те, що в роботі досліджується формування компонент напружено-деформованого стану листової конструкції, — симетричного стикового зварного з'єднання невеликої товщини (до 10 мм), — визначенням розподілу напружень по товщині σ_y можна нехтувати через їхню незначну роль у можливому тріщиноутворенні. Однак, зважаючи на те, що небезпечний стан матеріалу залежить не від величини окремих компонент тензора напружень, а від їхньої комбінації, для оцінки настання граничного стану необхідно використовувати еквівалентні напруження за Мізесом, розрахунок яких ґрунтується на оцінці кількості питомої потенціальної енергії формозміни, накопиченої zdeформованим об'єктом [22]. Аналіза розподілу полів еквівалентних напружень у приповерхневій області з'єднань показала, що після зварювання за схемою PAW1 (рис. 9, а) максимальні напруження утворюються на осі шва до $\cong 915$ МПа, що складає $\cong 0,43$ від розрахункової границі міцності металу шва цього з'єднання (2108 МПа). В межах пластичної зони величина напружень швидко зменшується і на межах пластичної зони становить $\cong 180$ МПа; у закріплених під час зварювання областях з'єднання еквівалентні залишкові напруження мінімальні і не перевищують 30 МПа. У областях на початку та в кінці зварного шва величина залишкових еквівалентних напружень склала 450 МПа і

427 МПа відповідно.

Для варіанту зварювання за схемою PAW2 (рис. 9, б) величина еквівалентних напружень у приповерхневій області на осі шва сягає ≈ 890 МПа. На межах пластичної зони діють напруження на рівні ≈ 560 МПа. Крім того, на початку 1-ї і 2-ї ділянок формується область підвищених напружень до 1480 МПа з піковими значеннями до 1894 МПа, які становлять $\approx 0,90$ від розрахункової границі міцності металу зварного шва (2108 МПа). У прикінцевих областях ділянок 1 і 2 напруження становлять 240 МПа і 293 МПа відповідно.

Стикове з'єднання напрохід за допомогою MAG-зварювання (рис. 9, в) приводить до формування у приповерхневій області еквівалентних залишкових напружень величиною у 123 МПа. На початку і в кінці зварного шва величина еквівалентних напружень сягає 237 МПа і 336 МПа відповідно. Крім того, для цієї технологічної схеми спостерігається різке збільшення до 1098 МПа еквівалентних напружень на віддаль $y \approx 7,8$ мм ліворуч і праворуч від осі зварного шва.

З розподілу залишкових еквівалентних напружень по ширині ЗТВ в серединній ділянці зварних з'єднань (рис. 9, г) можна бачити, що зварювання за технологічною схемою PAW2 супроводжується найвищою концентрацією напружень, яка обмежується виключно металом зварного шва. Величина залишкових еквівалентних напружень вздовж осі шва склала 1126 МПа чи то 0,53 від розрахункової границі міцності металу цієї ділянки з'єднання (2108 МПа), з двома локальними максимумами до 1227 МПа на віддалі $y \approx 3$ мм від осі шва ліворуч і праворуч, що сягає 0,58 розрахункової границі міцності металу шва.

Для технологічної схеми PAW1 в межах зварного шва рівень залишкових еквівалентних напружень змінюється від 975 МПа вздовж його осі до 1141 МПа в периферійних ділянках шва або від 0,46 до 0,54 його розрахункової границі міцності. Також мають місце 2 локальних мінімуми залишкових еквівалентних напружень у 852 МПа на віддаль $y \approx 4,5$ мм по обидва боки від осі шва. Відповідно до результатів мікродюрометрії (рис. 5) зазначеним віддальям відповідає ділянка стоплення ЗТВ. Повторне збільшення залишкових напружень утворює ще два локальних максимума (1057 МПа) на віддаль $y \approx 11,5$ мм від осі шва в металі ділянки низькотемпературного відпуску ЗТВ (рис. 5), механічні властивості якого незначно відрізняються від властивостей основного металу.

У стиковому з'єднанні, виконаному MAG-зварюванням, рівень залишкових еквівалентних напружень в межах зварного шва є мінімальним і не перевищує 200 МПа або 0,18 від максимальної розрахункової границі міцності металу шва для цієї технологічної схеми (1090 МПа). Проте, в межах ЗТВ на віддаль ≈ 8 мм від осі

шва утворюються локальні максимуми напружень у 1099 МПа. Відповідно до розподілу мікротвердості, це — ділянка максимального знеміцнення, зумовленого високотемпературним відпуском вихідної структури з'єднуваного металу. Розрахункове значення границі міцності металу цієї ділянки складає 1275 МПа; таким чином, концентрація еквівалентних залишкових напружень в металі цієї області зварного з'єднання може сягати до 0,86 його розрахункової границі міцності. Проте в крицях з незначною кількістю елементів-карбідоутворювачів, таких як MARS 600, пластичність металу зазначеної ділянки достатньо висока.

Враховуючи встановлену для з'єднання за схемою PAW2 небезпечну концентрацію залишкових напружень в металі першої ділянки шва (рис. 7, б, 8, б, з, 9, б) доцільно також порівняти розподіл залишкових переміщень у поздовжніх і поперечних перерізах в межах пластичної зони зварних з'єднань.

Характер розподілу переміщень з площини по ширині з'єднання (рис. 10) свідчить, що під час зварювання за досліджуваними схемами утворюються нульові переміщення з площини для областей, де діяло оснащення, а найбільші переміщення формуються на осі зварного шва: до 0,4 мм — для схеми PAW2, до 0,16 мм — для схеми PAW1 і до 0,06 мм — для MAG-зварювання.

Натомість, з рис. 11 видно, що максимальний вигин зварного шва ($\cong 0,6$ мм) утворюється під час зварювання за схемою PAW2 поблизу стоплення зварюваних ділянок шва. За MAG-зварювання вигин з площини з'єднання є мінімальним ($\cong 0,06$ мм) і не змінюється на всій довжині шва. Зварювання за схемою PAW1, хоч і приводить до формування нерівномірного вигину з площини по довжині шва, проте його максимальне значення не перебільшує 0,23 мм.

Порівняння розрахункових результатів скінченно-елементного моделювання та рентгенодифрактометричної аналізи фазового складу та напруженого стану зварних швів, утворених PAW- і MAG-зварюванням, наведено у табл. 5.

За допомогою рентгенофазової аналізи встановлено, що у зварних швах утворюються однорідні тверді розчини з графцетрованою кубічною ґратницею (аустеніт) у випадку MAG-зварювання та об'ємноцетрованою кубічною ґратницею за PAW-зварювання. В останньому випадку, враховуючи результати аналізи хемічного складу металу шва (табл. 1), мікротвердості (рис. 5) і мікроструктури (рис. 6, а), можна остаточно стверджувати про структуру рейкового, за класифікацією [23], мартенситу. Наявність другої фази в структурі обох швів дифрактометричними дослідженнями не підтверджено. Ймовірно, це пов'язане з неоднаковою повнотою фазових перетворень у різних областях зварних швів, адже під час дифрактометричних досліджень рентгенівському опромінюванню підлягали лише поверхневі шари їх з лицьового боку з'єднань (рис. 1, б).

ТАБЛИЦЯ 5. Параметри фазового складу та залишкового напруженого стану зразків зварних швів, одержаних PAW- та MAG-зварюванням.**TABLE 5.** Parameters of phase composition and residual-stress state of weld samples obtained by PAW and MAG welding.

Шов	Дифрактометрія			Розрахунок	
	Тип кристалічної ґратниці	Параметер ґратниці, Å	Залишкові напруження у приповерхневому шарі (метод $\sin^2\psi$), МПа	Вміст фази, ваг. %	Залишкові напруження по товщині σ_y , МПа
PAW	кубічна	2,8756	-83	мартенсит: 93, аустеніт: 7	-93
MAG	кубічна	3,5926	-147	мартенсит: 21, аустеніт: 79	-132

В свою чергу, це дало змогу уникнути долучення до сканованої поверхні зразків частини ЗТВ (що було б неможливим у разі дифрактометрії поперечного перерізу з'єднань).

Разом із цим, визначені за методом $\sin^2\psi$ залишкові (в напрямку опромінювання) напруження в зварних швах добре узгоджуються за порівняння їх з розрахунковими значеннями напружень по товщині σ_y у точках скінченно-елементних моделей, координати яких відповідають розташуванню зразків, вирізаних для структурно-фазових досліджень (табл. 5).

За даними [7, 9] найбільш позитивний вплив на залишковий напружений стан та експлуатаційні властивості, зокрема втомну міцність, стикових з'єднань високоміцних криць мають зварювальні матеріали з ЛТТ-ефектом, що забезпечують температуру початку мартенситного перетворення в металі зварного шва біля 190–200°C. Застосування параметричного рівняння [24] для розрахунку температури початку мартенситного перетворення M_s , °C: $M_s = 561 - 474C - 33Mn - 21Mo - 17Ni - 17Cr$, де C, Mn, Mo, Ni, Cr — вміст відповідних елементів [ваг.%], для хемічного складу металу шва за PAW-зварювання й основного металу (табл. 1) дає наступний результат: M_s (шва) $\cong 187^\circ\text{C}$; M_s (основного металу) $\cong 299^\circ\text{C}$.

Показано, що високі залишкові напруження стиску у зварному шві та прилеглих ділянках ЗТВ з'єднань, одержаних плазмовим

зварюванням, зумовлено низькотемпературним перетворенням аустеніту в металі зварного шва, спричиненим високою часткою основного металу в ньому.

5. ВИСНОВКИ

1. Визначено, що застосування суміші $\text{Ar} + 20\% \text{CO}_2$ для MAG-зварювання броньової криці MARS 600 зварювальним дротом типу G 18 8 Mп може спричиняти часткове перетворення аустеніту в металі шва з виникненням поодиноких вкраплень мартенситної фази. Твердість металу шва водночас щонайменше в 1,7 разів менша від твердості основного металу.

2. Встановлено, що за PAW-зварювання криці MARS 600 аналогічної товщини завдяки зменшенню витрат зварювального дроту в $\cong 4$ рази частка основного металу у металі шва зростає, внаслідок чого шов набуває структури дрібногочастого рейкового мартенситу з твердістю, до $\cong 1,1$ рази більшою від твердості основного металу.

3. Показано, що, незважаючи на мартенситну структуру металу шва, PAW-зварювання на визначених раціональних параметрах режиму забезпечує якісне формування стикового зварного з'єднання без утворення холодних тріщин завдяки особливому характеру його залишкового напруженого стану, зумовленому низькотемпературним перетворенням аустеніту. Зокрема, за технологічною схемою PAW1 в межах зварного шва, а також ділянок стоплення та перегріву ЗТВ, які в зварних з'єднаннях гартівних криць зазвичай виступають осередками холодних тріщин, створюються поздовжні напруження стиску. В свою чергу, поздовжні напруження розтягу діють у віддалених від шва ділянках ЗТВ, метал яких внаслідок відпуску вважається стійким до уповільненого крихкого руйнування.

4. Порівняння розподілу еквівалентних напружень у середньому поперечному перерізі зварних з'єднань показує, що для технологічних схем PAW1 і PAW2 найвищі напруження формуються у зварних швах з локальними максимумами не більше 0,53 і 0,58 від розрахункової границі міцності металу шва відповідно. Для MAG-з'єднання рівень залишкових еквівалентних напружень у межах зварного шва незначний, проте в області ділянки високого відпуску ЗТВ їхній рівень може сягати до 0,86 розрахункової границі міцності металу цієї ділянки, запас пластичності якого водночас вважається достатньо високим.

5. Зварювання за технологічною схемою PAW2 (двома ділянками від середини з'єднання до торців) приводить до формуванням концентратора напружень — стику двох ділянок і, як наслідок, до утворення в осевій частині зварного шва області великих залишкових напружень стиску як у поздовжньому, так і в поперечному

напрямку, величина яких може сягати границі міцності металу шва. Як наслідок, вигин з площини металу цієї області шва в 4 рази більший у порівнянні зі зварюванням з ідентичними параметрами режиму за технологічною схемою PAW1. Таким чином, застосування схеми PAW2 з метою мінімізації формозміни зварних конструкцій у виробничих умовах є небезпечним з точки зору тріщиноутворення.

6. Удосконалена технологія PAW-зварювання криці MARS 600, у порівнянні з MAG-способом, має переваги щодо одержання стикових з'єднань з вузьким зазором: зменшення металомісткості складальних робіт, пониження тепловкладення у зварюваний матеріал, заощадження зварювального дроту, завдяки ефекту низькотемпературного перетворення аустеніту зумовлює бездефектне утворення мартенситної структури в металі шва з високим рівнем твердості та міцності. В свою чергу, витривалість подібної структури під впливом високошвидкісних ударних навантажень, з погляду на достатньо високий вміст Карбону в металі шва, потребує додаткових досліджень.

ЦИТОВАНА ЛІТЕРАТУРА—REFERENCES

1. U. S. Military Specification, MIL-DTL-32332A (MR), 'Armor Plate, Steel, Wrought, Ultra-High-Hardness' (U.S. Army Research Laboratory, APG, MD, 28 November 2018).
2. U. S. Military Specification, MIL-DTL-46100E (MR), 'Armor Plate, Steel, Wrought, High-Hardness' (U.S. Army Research Laboratory, APG, MD, 9 July 2008).
3. G. Magudeeswaran, V. Balasubramanian, and G. Madhusudhan Reddy, *Journal of Material Science and Technology*, **25**, No. 4: 516 (2009).
4. B. Hanhold, S. S. Babu, and G. Cola, *Science and Technology of Welding and Joining*, **18**, Iss. 3: 247 (2013).
5. O. A. Gaivoronskyi, V. D. Poznyakov, A. V. Zavdoveyev, A. V. Klapatyuk, and A. M. Denisenko, *The Paton Welding Journal*, **5**: 3 (2023).
6. I. Garašić, M. Jurica, D. Iljkić, and A. Barišić, *Engineering Review*, **39**, Iss. 2: 186 (2019).
7. W. Wang, L. Huo, Y. Zhang, D. Wang, and H. Jing, *Mater. Science Technol.*, **18**, No. 6: 527 (2002).
8. A. Kromm, J. Dixneit, and T. Kannengiesser, *Welding in the World*, **58**: 729 (2014).
9. E. Harati, L. Karlsson, L.-E. Svensson, and K. Dalaei, *International Journal of Fatigue*, **97**: 39 (2017).
10. X. Chen, P. Wang, Q. Pan, and S. Lin, *Crystals*, **8**, No. 7: 293 (2018).
11. Z. Feng, X. Di, S. Wu, and N. Ma, *Science and Technology of Welding and Joining*, **26**, No. 2: 144 (2021).
12. V. V. Kvasnytskyi, A. O. Perepichai, O. V. Prokhorenko, O. A. Slyvinskyi, and I. M. Lagodzinskyi, *Strength of Materials*, **56**, No. 2: 258 (2024).
13. B. Q. Chen and C. Guedes Soares, *The International Journal of Advanced Man-*

- ufacturing Technology*, **86**: 3145 (2016).
14. J. N. DuPont and A. R. Marder, *Welding Journal*, **74**, No. 12: 406s (1995).
15. E. Macherauch and P. Muller, *Zeitschrift für Angewandte Physik*, **13**: 305 (1961).
16. N. Saunders, Z. Guo, X. Li, A. P. Miodownik, and J.-P. Schillé, *JOM*, **55**: 60 (2003).
17. Z. Guo, N. Saunders, A. P. Miodownik, and J.-P. Schillé, *International Journal of Metallurgical Engineering*, **2**, No. 2: 198 (2013).
18. J. A. Goldak and M. Akhlaghi, *Computational Welding Mechanics* (New York: Springer: 2005).
19. C. P. Kothandaraman and S. Subramanyan, *Heat and Mass Transfer Data* (New Delhi: New Age International: 2018).
20. O. Slyvinsky, Y. Chvertko, and S. Bisyk, *High Temperature Material Processes*, **23**, Iss. 3: 239 (2019).
21. O. A. Slyvins'kyi, V. V. Kvasnyts'kyi, I. A. Vladymyrskyi, S. P. Bisyk, Ye. P. Chvertko, and V. L. Kovalenko, *Metallophys. Adv. Technol.*, **46**, No. 7: 663 (2024).
22. R. von Mises, *Nachrichten von der Gesellschaft der Wissenschaften zu Göttingen. Mathematisch-Physikalische Klasse*, **1**: 582 (1913).
23. G. Thewlis, *Mater. Sci. Technol.*, **20**, Iss. 2: 143 (2004).
24. W. Steven and A. G. Haynes, *Journal of the Iron and Steel Institute*, **183**, No. 8: 349 (1956).

PACS numbers: 43.35.+d, 61.72.Ff, 61.72.Lk, 61.72.Mm, 68.37.Lp, 81.65.-b, 83.50.Uv

Особливості механізму структуроутворення в поверхневих шарах латуні ЛС59-1 за ультразвукового ударного оброблення

П. Ю. Волосевич, Б. М. Мордюк

*Інститут металофізики ім. Г. В. Курдюмова НАН України,
бульв. Академіка Вернадського, 36,
03142 Київ, Україна*

Методом трансмісійної електронної мікроскопії досліджено особливості формування деформаційних структур і фазового стану зразків латуні ЛС59-1 після ультразвукового ударного оброблення (УЗУО) за різних температур (в аргоні та рідкому азоті) і ступенів деформації. Продemonстровано, що на тлі нерівномірного екстремального подрібнення вихідних зерен і формування субструктурних елементів збільшення часу УЗУО супроводжується пригніченням механізму деформаційного мікродвійникування, яке активно розвивається в ГЦК- α -фазі на початкових стадіях оброблення. Деформація β -фази з ОЦК-ґратницею на цих стадіях відбувається без участі мікродвійникування за активного зростання густини дислокацій і збільшення кількості подрібнених виділень олива, що зосереджуються на дислокаційних скупченнях. Обговорено особливості розподілу концентраторів напружень і сприятливі умови для активації механізмів релаксації, у тому числі мікродвійникування. Підтверджено факт відсутності β -фази за умов значних деформацій, які ведуть до подрібнення усіх структурних елементів, що може бути пов'язане із підвищенням швидкості перебігу дифузійних процесів, спроможних пришвидшувати її перетворення на суміш α -фази (ГЦК) та γ -фази з ГЦК-ґратницею.

Corresponding author: Pavlo Yuriyevych Volosevych
E-mail: volosp@imp.kiev.ua

*G. V. Kurdyumov Institute for Metal Physics, N.A.S. of Ukraine,
36 Academician Vernadsky Blvd., UA-03142 Kyiv, Ukraine*

Citation: P. Yu. Volosevych and B. M. Morduk, Peculiarities of the Mechanism of Structure Formation in the Surface Layers of Cu39Zn1Pb Brass under Ultrasonic Impact Treatment, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, 47, No. 12: 1319–1334 (2025), DOI: [10.15407/mfint.47.12.1319](https://doi.org/10.15407/mfint.47.12.1319)

© 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>)

Ключові слова: Cu–Zn-латунь, мікроструктура, механізми деформації, двійникування, ультразвукове ударне оброблення.

The transmission electron microscopy is used to study the features of the formation of deformation structures and the phase state of Cu₃₉Zn₁Pb brass samples during ultrasonic impact treatment (UIT) at different temperatures (in the argon gas and liquid nitrogen) and strain extents. As shown, on the background of uneven extreme grain refinement and substructure formation, an increase in the UIT duration is accompanied by the suppression of the deformation microtwinning mechanism, which actively develops in the f.c.c. α -phase at the initial stages of treatment. At these stages, the deformation of the β -phase with a b.c.c. lattice occurs without the participation of microtwinning with an active increase in the dislocation density, and an increase in the number of the refined precipitates of lead concentrated on the dislocation tangles/bundles. The features of the stress-concentrators' distribution and favourable conditions for activation of relaxation mechanisms, including microtwinning, are discussed. The fact of the absence of the β -phase under conditions of significant deformations, which results in the crushing of all structural elements, is confirmed, that may be associated with an increase in the rate of diffusion processes capable of accelerating its transformation into a mixture of the α -phase (f.c.c.) and the γ -phase with the f.c.c. lattice.

Key words: Cu–Zn brass, microstructure, deformation mechanisms, twinning, ultrasonic impact treatment.

(Отримано 21 серпня 2025 р.; остаточн. варіант — 1 вересня 2025 р.)

1. ВСТУП

Однією з основних вимог до сучасних конструкційних матеріалів є оптимальне поєднання їхніх міцності та пластичності. Показано, що таке поєднання часто притаманне металам і стопам із ультрадисперсними або нанорозмірними елементами структури та, як наслідок, підвищеною міцністю й задовільною пластичністю порівняно з полікристалічними аналогами з мікронним і навіть субмікронним (0,1–1,0 мкм) розміром зерна [1–4].

Підвищеними механічними властивостями також характеризуються металеві матеріали з поверхневими шарами, які мають ґradientну структуру, що містить структурні елементи, які змінюються з віддаленням від поверхні від нано- до субмікро- та мікророзмірних. Зміцнення металевих виробів вдається досягти за рахунок формування у їхніх поверхневих шарах ґradientних структур шляхом застосування різних метод деформаційного оброблення поверхні [5], серед яких — шротоструминне [6], піскоструминне [7], лазерне ударне оброблення [8] та інші. Все ширше використовуються ультразвукові методи модифікування поверхні [9, 10], в тому числі

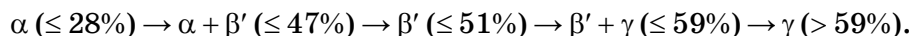
ультразвукове ударне оброблення (УЗУО) [11–14].

Останнім часом, із розвитком високочастотної УЗУО з'явилися роботи, що стосуються впливу його на формування деформаційних структур і фазового складу та зумовлені ними зміни твердості поверхневих шарів латуней системи Cu–Zn [13–20]. Аналізувалися зміни об'ємної частки фаз і величини зон когерентного розсіювання [15–20], а також ймовірність деформаційного двійникування [13, 16, 19, 20].

Мідні стопи, зокрема латуні системи Cu–Zn, знайшли широке промислове використання завдяки високим механічним властивостям і корозійній стійкості. У ряді робіт показано, що застосуванням деформації за різних швидкостей і температур можна сформувати заданий структурно-фазовий стан латуней, а також досягти оптимальне поєднання їхніх міцності та пластичності [1–4, 21–23]. Показано також, що структурно-фазові зміни у латуні системи Cu–Zn можуть відбуватись із залученням різних деформаційних механізмів, перебіг яких залежить як від хемічного складу, що зумовлює величину енергії дефектів пакування (ЕДП) [4, 22], так і зовнішніх чинників, а саме: швидкості деформації $\dot{\epsilon}$ та/або температури T [3, 4, 23]. Здатність до двійникування та щільність двійників зростають із пониженням ЕДП (зростанням концентрації Цинку) та температури, підвищенням швидкості деформації, а також залежать від розмірів зерен і товщини двійників [3, 4].

Зокрема, латунь ЛС59-1, яка достатньо широко використовується в практиці, містить три структурних складових, межа міцності яких за розтягу залежить від виду попереднього оброблення й стану структури та змінюється від 335 до 610 МПа [24] за видовження від 50 до 4% відповідно. Фазовий склад латуней системи Cu–Zn добре вивчено у залежності від вмісту Zn (рис. 1) [25].

У відповідності до діаграми станів, за кімнатної температури зростання кількості Zn веде до зміни фазового складу в наступній послідовності (в дужках вказано концентрацію Цинку) [25]:



Згідно з [24], β - і β' -фази мають однаковий хемічний склад (CuZn) і відрізняються лише просторовими групами ($Im\bar{3}m$ і $Pm\bar{3}m$) та структурними типами ($A2$ і $B2$) своїх ґратниць відповідно. В роботі [18] було зазначено, що у зв'язку із малою швидкістю дифузії за евтектичної температури перетворення високотемпературної β -фази ($\beta \rightarrow \beta + \beta' \rightarrow \alpha + \gamma$) відбувається за охолодження дуже повільно, завдяки чому β' не було визначено у попередніх дослідженнях [24]. Інші фази мають ГЦК (α -фаза) й ОЦК (β -фаза) ґратниці. Їхні параметри 0,36327–0,36898 нм і 0,29498–0,29522 нм залежать від вмісту Zn в інтервалах 11,41–33,56 ат.% і 48,23–49,30 ат.% відпо-

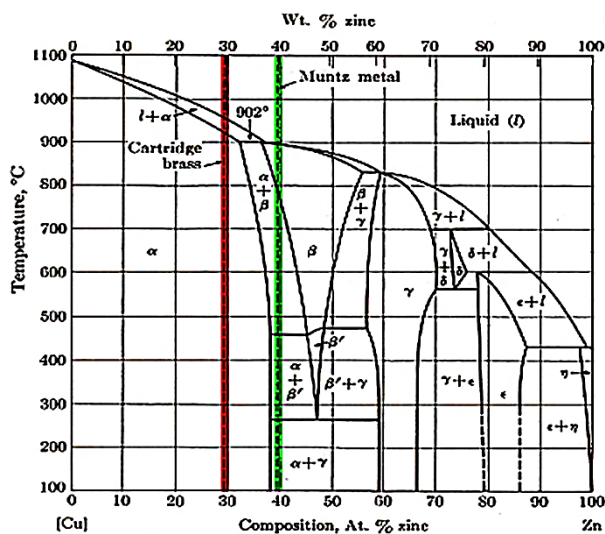


Рис. 1. Фазова діаграма системи Cu–Zn [25].

Fig. 1. Phase diagram of Cu–Zn system [25].

відно [24]. За даними [26] γ -фаза має стехіометрію Cu_5Zn_8 із складною кубічною впорядкованою ґратницею, а ϵ -фаза (CuZn_3), що містить переважальну кількість Zn (> 79 ат.%), — ГЦП-структуру.

Зазначається також, що формозміна β -латуні (39–60 ат.% Цинку) за певних температурних умов і вмісту Zn може бути пов'язана з фазовими перетвореннями мартенситного [24, 26] або бейнітного ($\beta \leftrightarrow \beta'$) [27, 28] типу. Разом з тим, механізми деформації окремих фазових складових латуні ЛС59-1 потребують додаткових досліджень, оскільки поведінка матеріалу під час механічних оброблень і наступної експлуатації залежить від структуроутворення та зміцнення фазових складових.

Метою даної роботи є дослідження особливостей деформаційного структуроутворення латуні ЛС59-1 за умов УЗУО, зокрема визначення особливостей двійникування у фазових складових, механізму зменшення кількості β -фази та поведінки Pb.

2. МЕТОДИКА ЕКСПЕРИМЕНТУ

Дослідження проведено на зразках латуні ЛС59-1, яка містить Цинк, Плюмбум і незначні частки інших легувальних елементів, наведені у табл. 1.

У відповідності з фазовою діаграмою латунь ЛС59-1 має трифазний стан (рис. 1). На діаграмі двома вертикальними лініями позначено хемічні склади найбільш поширених з точки зору промислово-

ТАБЛИЦЯ 1. Хімічний склад латуні ЛС59-1 (ваг.%).

TABLE 1. Chemical composition of Cu39Zn1Pb brass (wt.%).

Масова частка елементу, %							
Cu	Zn	Pb	Si	Fe	Mn	Ni	Sn
58,9	39,6	1,05	0,43	0,05	0,03	0,03	0,01

го застосування латуней цієї системи, а саме, картриджної (червоної) латуні (Cu–30 ваг.% Zn) і так званої зеленої латуні (Muntz metal — Cu–40 ваг.% Zn) [25]. Досліджуваний стоп знаходиться на діаграмі на межі між однофазною областю існування α -фази й областей існування сумішей фаз $\alpha + \beta'$ і $\alpha + \gamma$. Кількість γ - та β -фаз у вихідному стані досліджуваної латуні за результатами рентгеноструктурної аналізи складає 54,1% та 45,3% [15].

УЗУО здійснювалося за однакових режимів із використанням двох схем навантаження, перша з яких (УЗУО-1) передбачала розташування зразка у заглибленні ковадла (рис. 2, а) [15–18]. Оскільки навантаження за цією схемою відбувалось у квазіізостатичному режимі, то зразок зазнавав менших деформацій (розширення зразка в радіальних напрямках було обмежене стінками заглиблення). За оброблення за другою схемою (УЗУО-2) зразок розташовувався на плоскому ковадлі (рис. 2, б) [29, 30], що уможливило одержувати під час оброблення (на повітрі, в захисній атмосфері з аргону та за охолодження в рідкому азоті) зразки значно більших розмірів, що істотно поліпшує не тільки умови проведення експе-

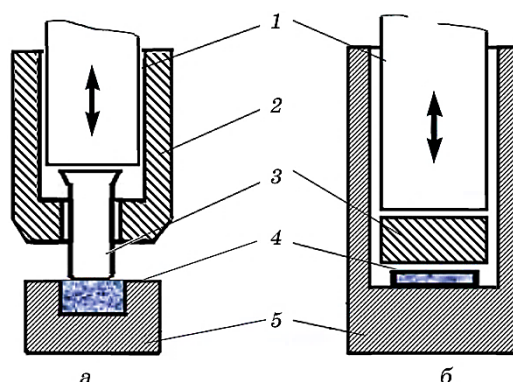


Рис. 2. Схеми УЗУО у квазіізостатичному (УЗУО-1) (а) і нормальному (УЗУО-2) (б) режимах.

Fig. 2. Schemes for UIT in quasi-isostatic (a) and normal (b) regimes.

риментів, а й підвищує надійність одержаних результатів, розширюючи можливості використання значно більшої кількості дослідницьких методів, у тому числі й механічних випробувань. Водночас частота УЗ-коливань ($f = 21,6$ кГц) була постійною, частота ударних імпульсів складала $0,6\text{--}1,2$ кГц [29, 30], амплітуда $A = 20$ мкм і час оброблення становив $t = 20, 50$ і 100 с.

Структурні дослідження проводились із використанням світлової та трансмісійної електронної мікроскопії. Зразки у вигляді тонких фольг для електронно-мікроскопічних досліджень полірували електрохімічною метою у струмені електроліту складу H_3PO_4 (65 мл) + H_2SO_4 (15 мл) + Cr_2O_3 (6 г) + H_2O (14 мл) за Болмановою метою (платинова (або олив'яна) катода та місце для зразків у тримачі з фторопласту) за напруги постійного струму до 80 В та струму $I = 0,8\text{--}1$ А. У процесі полірування електроліт охолоджувався проточною водою температурою в межах $12\text{--}15^\circ\text{C}$.

3. РЕЗУЛЬТАТИ ТА ЇХ ОБГОВОРЕННЯ

Результати досліджень у світловому оптичному мікроскопі зразків вихідного стану латуні ЛС59-1 наведено на рис. 3. Аналіза них свідчить про те, що їхній фазовий склад відповідає літературним даним і представлений у вигляді двох γ - і β -фаз за наявності виділень олива з ГЦК-ґратницею ($a = 0,49505$ нм). Мікроструктура містить матричну (світлу) γ -фазу та темну β (або β')-фазу, а також глобулярні виділення олива розмірами від $0,2$ до 10 мкм, розподіл яких на поверхні шліфа є практично рівномірним. Стрічки β -фази із незначними глобулярними потовщеннями, розташовані вздовж меж зерен γ -фази, мають темний контраст, оскільки ОЦК- β -фаза зазнає під-

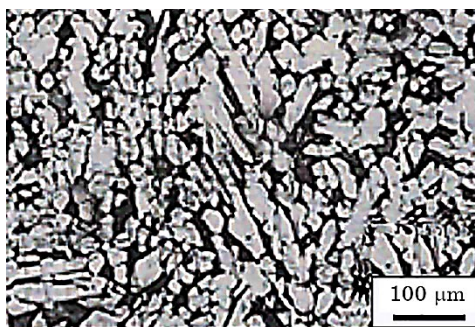


Рис. 3. Оптично-мікроскопічне зображення структури поверхні латуні ЛС59-1 у вихідному стані.

Fig. 3. Light-optical microscopy image of the Cu39Zn1Pb brass surface structure in initial state.

вищеного хемічного щавлення.

Наявність означених складових у вихідному стані латуні підтверджується результатами аналізу трансмісійних електронно-мікроскопічних досліджень структури тонких фолій, а також одержаних електронограм із визначенням площин віддзеркалення та рефлексів від кожної з фаз (рис. 4). Зазначимо, що густина розташування дислокацій втілення в обох фазах вихідного стану лежить у межах $5 \cdot 10^9 \text{ см}^{-2}$ за незначної присутності в ГЦК- γ -фазі тонких двійників, очевидно, деформаційного походження (рис. 4, а). Про приналежність дислокацій до типу дефектів втілення свідчить наявність біля них деформаційного контрасту, завдяки якому вони визначаються на електронно-мікроскопічних зображеннях. Подібні особливості не притаманні дефектам типу вилучення, які на рівні вакансій і дислокацій практично не спостерігаються у подібних дослідженнях. Відомо, що лише наявність дефектів типу втілення у вигляді вакансій і дислокацій може й забезпечує відповідне деформаційне зміцнення за різних видів пластичних деформацій [31, 32].

Слід відзначити, що у вихідному стані різниця між дислокаційними структурами γ - і β -фаз (за умов, що β -фаза не встигає розпастися на α - і γ -фази) практично не виявляється (окрім мікродвійникування, яке зрідка зустрічається в γ -фазі вихідного стану). Надійно розрізнити фази у вихідному стані у дослідженнях за допомогою трансмісійної електронної мікроскопії можливо тільки за електро-

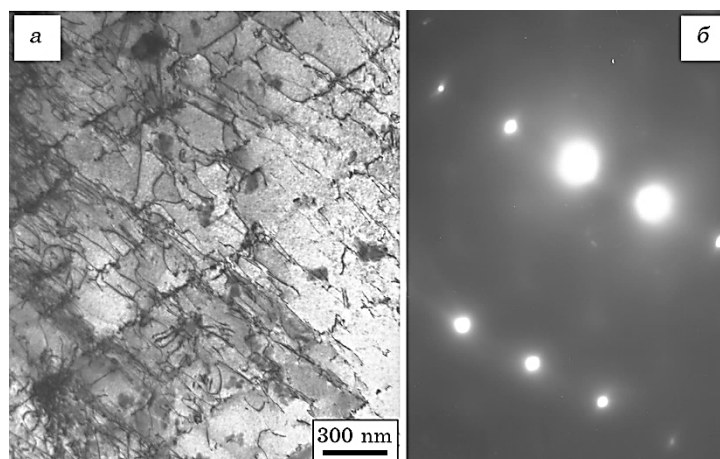


Рис. 4. ТЕМ-зображення мікроструктури ГЦК- α -фази у площині вальцювання у фолії латуні ЛС59-1 у вихідному стані (а) та електронограма (б) з наведеної на (а) ділянки.

Fig. 4. TEM image of the microstructure of f.c.c. α -phase in the rolling plane in Cu39Zn1Pb brass foil in the initial state (a) and the SAED pattern registered from the area shown in (a).

нограмами, хоча наявність деформаційних двійників, які з'являються під час УЗУО (незалежно від його видів і режимів), на початкових стадіях оброблення лише у структурі зерен γ -фази допомагає процесу її визначення. На рисунках 5, 6 наведено структури зразків латуні ЛС59-1 після її УЗУО в атмосфері аргону впродовж 20 та 50 с.

Зазначимо, що подібні структурні зміни в латуні спостерігалися і за умов УЗУО за схемою 1 [15] упродовж 50 с за оброблення як на повітрі, так і за охолодження у рідкому азоті. Водночас активне деформаційне двійникування γ -фази спостерігається на початкових стадіях оброблення (після 20 с УЗУО). Перебіг двійникування відбувається на тлі одночасного формування в ГЦК- γ -фазі комірчастих структур із розмірами комірок у 0,02–1,5 мкм, азимутальна дезорієнтація між сусідніми елементами яких в межах монокристалічних зерен не перевищує $\pm 2,5^\circ$, що підтверджується аналізою електронограм темнопільних і світлопільних зображень (рис. 5).

Одержані результати загалом збігаються із висновками робіт [3, 5] про те, що активне деформаційне двійникування латуней може сприяти підвищенню їхньої пластичності, яке також спостерігалось і за умов деформації під час УЗУО [13].

До одержаних результатів слід додати і те, що, на відміну від γ -фази, в ОЦК- β -фазі деформаційне мікродвійникування не спостерігається. Незалежно від середовища оброблення, густина розташування дефектів втілення у зернах β -фази зі збільшенням тривалості УЗУО підвищується до 10^{11} см^{-2} . Перебудова дислокацій у комірчастій структурі в зернах β -фази у порівнянні із γ -фазою відбувається

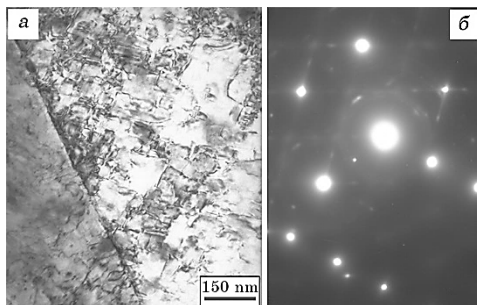


Рис. 5. ТЕМ-зображення мікроструктури ГЦК- γ та ОЦК- β -фаз у площині вальцювання фолії латуні ЛС59-1 після УЗУО (20 с) в атмосфері аргону за схемою 1 (а) та електронограма (б) з наведеної на (а) ділянки.

Fig. 5. TEM image of the microstructure of f.c.c. γ - and b.c.c. β -phases in the rolling plane of the Cu39Zn1Pb brass foil after UIT-1 for 20 s in the argon-gas atmosphere (a) and the SAED pattern registered from the area shown in (a).

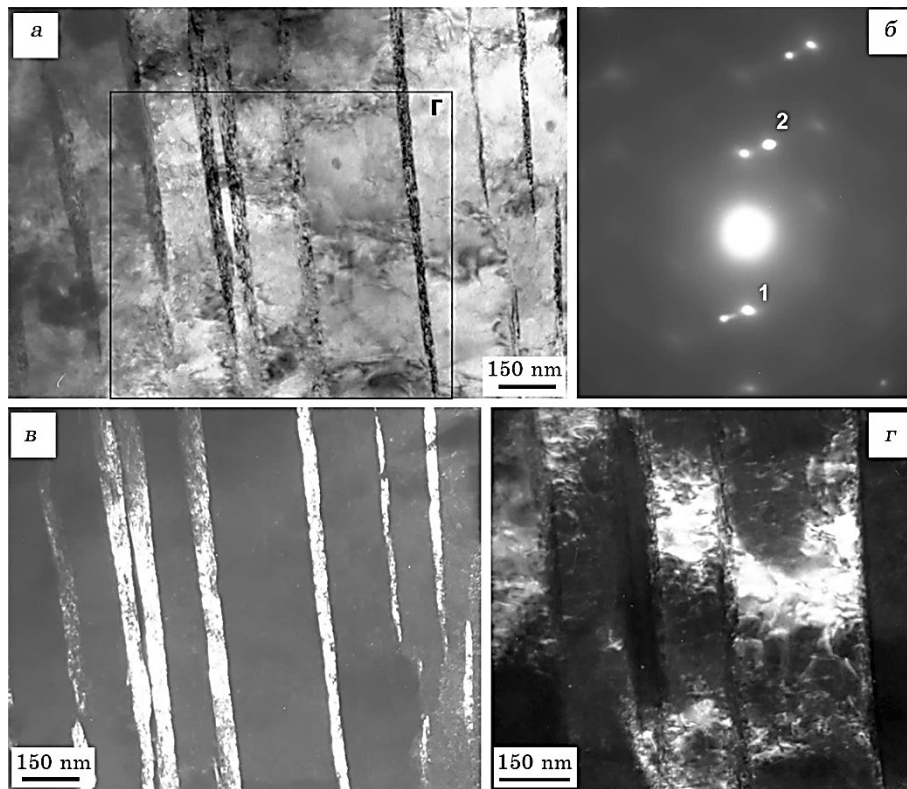


Рис. 6. Світлопільне ТЕМ-зображення мікроструктури із деформаційними мікродвійниками ГЦК- γ -фази у площині вальцювання фольї латуні ЛС59-1 після УЗУО (50 с) в атмосфері аргону за схемою 1 (а), електронограма (б) з наведеної на (а) ділянки та темнопільні зображення (в, г), одержані у віддзеркаленнях від двійників і матриці, позначених на електронограмі цифрами 1 та 2 відповідно.

Fig. 6. TEM bright-field image of the microstructure of f.c.c. γ -phase with deformation microtwins in the rolling plane of the Cu39Zn1Pb brass foil after UIT-1 in the gas argon atmosphere for 50 s (a), SAED pattern (b) registered from the area shown in (a), and dark-field images (c, d) obtained in reflexes of twins (1) and matrix (2) indicated in (b), respectively.

значно слабше (рис. 5, 7).

Результати досліджень структури β -фази у темному полі в рефлексах олива (рис. 7, в–д) свідчать про те, що за УЗУО латуні, в тому числі й за температур, наближених до рідкого азоту, в ОЦК-ґратниці відбувається активне подрібнення вихідних глобулярних частинок олива за одночасного утворення на дислокаціях значно дрібніших виділень розміром у 2–20 нм. Ці обставини, очевидно, сприяють гальмуванню процесів утворення добре сформованих ко-

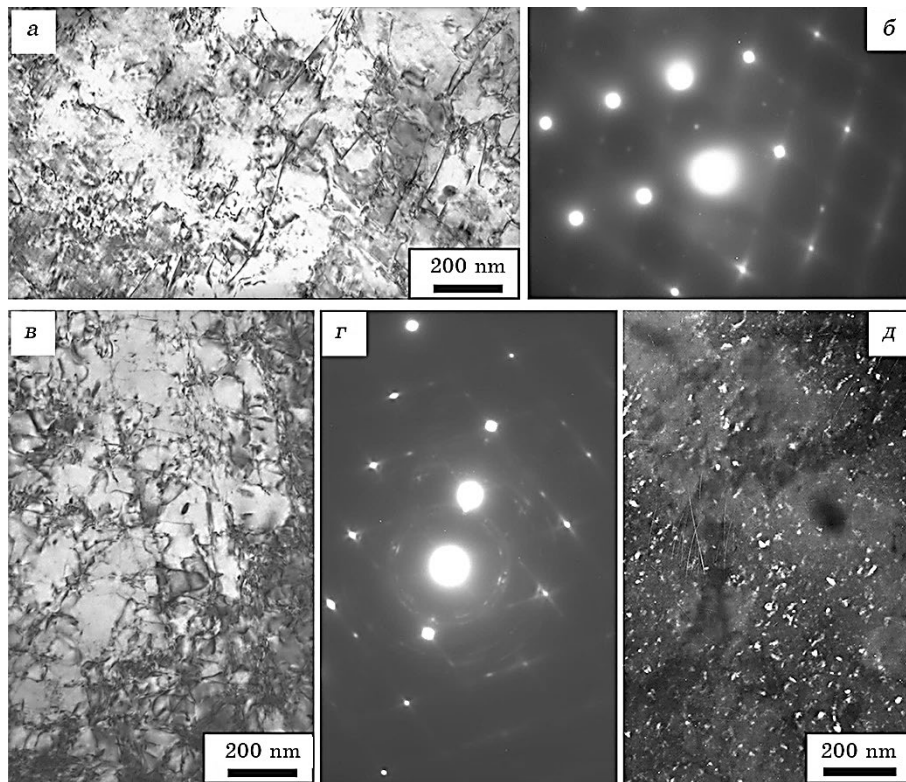


Рис. 7. ТЕМ-зображення мікроструктури ОЦК- β -фази у площині вальцювання фольї латуні LC59-1 після УЗУО у рідкому азоті за схемою 1 (50 і 100 с) (а, с), відповідні електронограми (б, г) та темнопільне зображення (д), одержане у віддзеркаленні олива, позначеному на (г) стрілкою.

Fig. 7. TEM image of the microstructure of b.c.c. β -phase in the rolling plane of the Cu39Zn1Pb brass foil after UIT-1 in liquid nitrogen for 50 and 100 s (a, c), respective SAED patterns (b, g), and dark-field image (d) obtained in reflex of lead indicated by arrow in (g).

мірчастих структур у β -фазі, ознак зменшення кількості якої за умов УЗУО за менш потужною схемою 1 упродовж 50 с не спостерігалось.

Використання УЗУО за схемою 2, яка забезпечує вищий ступінь деформації, істотно змінює особливості формування структур латуні (рис. 8). У першу чергу, слід зазначити значне подрібнення монокристалічних зерен вихідного стану від середнього розміру в межах 30 мкм до монокристалічних елементів з розмірами у 2–3,5 мкм, внутрішні структури яких представлено комірками з розмірами 0,2–0,6 мкм, а їхня азимутальна дезорієнтація в межах монокристалічного утворення в колі 1 (рис. 8, а) не перевищує $\pm 2,5^\circ$

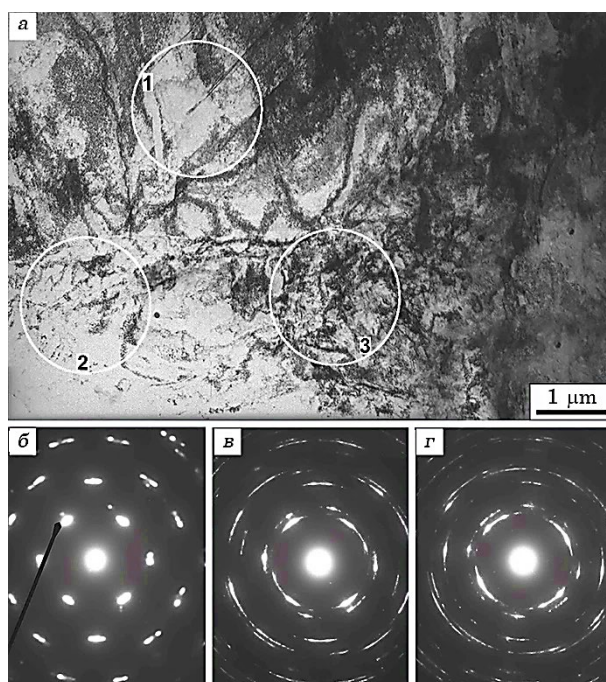


Рис. 8. Світлопільне ТЕМ-зображення мікроструктури ГЦК- γ -фази у площині вальцювання фольї латуні після УЗУО у рідкому азоті (50 с) за схемою 2 (а), електронограми (б, в, г), одержані від областей, позначених на (а) цифрами 1, 2 і 3.

Fig. 8. TEM bright-field image of the microstructure of f.c.c. γ -phase in the rolling plane of the brass foil after UIT-2 in liquid nitrogen for 50 s (a), the SAED patterns (б, в, г) obtained from the circle areas indicated in (a) by numbers 1, 2, and 3, respectively.

(рис. 8, б).

У монокристалічних елементах з розмірами, меншими за 2 мкм, і внутрішніми комірками меншими за 0,3 мкм (коло 2 на рис. 8, а) електронограма набуває вигляду (рис. 8, в), який свідчить про азимутальну дезорієнтацію комірок, яка сягає $\pm 3,5-4^\circ$. Зазначимо, що на рис. 8, а присутні місця (коло 3) із структурними угрупованнями із розмірами у 0,14–0,2 мкм. Вони визначаються більш чітким чорно-білим деформаційним контрастом. Електронограми від таких ділянок набувають вигляду, показаного на рис. 8, г, який свідчить про різке зменшення елементів структури. Кратне збільшення кількості віддзеркалень, розташованих у першому колі, свідчить, що ці елементи за своїми кристалографічними ознаками відповідають монокристалічним дрібним угрупованням і містять всередині більш дрібні комірки. Це забезпечує не лише азимутальне, а й раді-

яльне розмиття окремих віддзеркалень від означених монокристалічних елементів структури.

Описаний комплекс структурних явищ сприяє утворенню на електронограмах майже суцільних перших кіл, кожне з яких сформоване загальною кількістю розташованих вздовж них віддзеркалень від усіх елементів структури, які знаходяться у межах поля (кола) огляду, обмеженого проєкційною діафрагмою електронного мікроскопа. Водночас, радіальне розмиття рефлексів може свідчити, зокрема, й про значний напружений стан подібних структур, який очікувано має підвищуватися за умов УЗУО за криогенних температур. Крім того, за усіх подібних випадків електронограми мають кристалографічні ознаки, притаманні тільки ГЦК-ґратниці за практично повної відсутності віддзеркалень від ОЦК- β -фази. Це може бути пов'язане зі значними ступенями пластичної деформації, які сприяють дезінтеграції глобулярних частинок олива з одночасним утворенням великої кількості нових більш дрібних частинок олива, розташованих на дислокаціях, що може бути свідченням підвищення швидкості дифузійних процесів. За висновками робіт [24, 25] брак швидкості дифузії зменшує вірогідність розпаду β -фази на $\alpha + \gamma$ -фази у той час, як значне підвищення швидкості дифузійних процесів за умов УЗУО може сприяти її розпаду, забезпечуючи появу α -фази з ГЦК-ґратницею. Зростання часу оброблення до 100 с у різних середовищах (на повітрі, в аргоні й у рідкому азоті) спричиняє значні величини деформацій зразків, що пригнічує деформаційне двійниковання ГЦК- γ -фази. Окремі його залишки в незначних за розмірами ділянках структур (до 3 мкм) зрідка спостерігаються на тлі значного подрібнення як монокристалічних елементів вихідної структури (зерен), так і комірок у їхній середині (рис. 8). Ймовірно, що після УЗУО тривалістю ≥ 50 с, незалежно від застосованої схеми навантаження, більш істотну роль у перебігу релаксаційних процесів відіграє вакансійний механізм. Про це свідчать не тільки зміни деформаційного контрасту, а й надзвичайно висока щільність скупчень точкових дефектів типу втілення.

Зазначимо, що встановлена послідовність структурних перебудов не суперечить загальним принципам участі та послідовності роботи механізмів пластичних і крихкої релаксації від умов деформації, зокрема від її швидкості, яка у вигляді параболічних залежностей послідовно регламентує діяльність (генерацію відповідних дефектів) усіх механізмів релаксації у полі діяльності вакансійного механізму [33–38]. Водночас, оскільки процес деформаційного мікродвійниковання може бути віднесений до дислокаційного механізму, його пригнічення за надзвичайного подрібнення монокристалічних складових полікристалічних структур виглядає вірогідним, тим більш, що це має відбуватися за припинення роботи дислокаційного механізму ковзання та передачі провідної ролі за усі

релаксаційні явища вакансійному механізму. Означене, згідно [38], відбувається за значного збільшення кількості нових, сформованих за УЗУО концентраторів напружень, віддалі між вершинами яких мінімізуються, за рахунок подрібнення елементів структури та зменшення діючих напружень у кожній із вершин. Це має сприяти пригніченню процесу деформаційного мікродвійникування, зародження якого пов'язується із дислокаційним механізмом, здатного сприяти релаксації більш далекочинних напружень, які виникають лише у крупнозернистих структурах.

4. ВИСНОВКИ

Вперше продемонстровано, що за умов УЗУО зразків латуні ЛС59-1 на фоні нерівномірного інтенсивного подрібнення вихідних зерен і сформованих впродовж деформації субструктурних елементів у їхній середині збільшення часу УЗУО до 100 с супроводжується пригніченням процесу деформаційного мікродвійникування, яке на початкових стадіях оброблення (до 40 с) активно розвивається в γ -фазі.

Деформація високотемпературної β -фази на цих стадіях відбувається без участі мікродвійникування за активного зростання густини дислокацій, подрібнення та збільшення кількості виділень олива, які зосереджені на дислокаційних скупченнях.

Підтверджено, що за умов значних деформацій, які ведуть до формування дезорієнтованих нанорозмірних структурних елементів, в структурі дослідженої латуні відсутня β -фаза, що може бути пов'язане із підвищенням швидкості дифузійних процесів, спроможних пришвидшувати її розпад на α - та γ -фазу із ГЦК ґратницями.

ПОДЯКА

Роботу виконано за сприяння Національної академії наук України (№ держ. реєстрації теми 0123U102368).

ЦИТОВАНА ЛІТЕРАТУРА

1. K. Lu, *Science*, **345**, Iss. 6203: 1455 (2014).
2. K. Lu, L. Lu, and S. Suresh, *Science*, **324**, Iss. 5925: 349 (2009).
3. Y. H. Zhao, X. Z. Liao, Z. Horita, T.G. Langdon, and Y.T. Zhu, *Mater. Sci. Eng. A*, **493**: 123 (2008).
4. G. H. Xiao, N. R. Tao, and K. Lu, *Mater. Sci. Eng. A*, **513–514**: 13 (2009).
5. M. Keymanesh, H. Ji, M. Tang, X. Zhang, K. Huang, J. Wang, P. Feng, and J. Zhang, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, **134**: 4949 (2024).

6. M. Baklouti, R. Mnif, and R. Elleuch, *J. Mech. Sci. Technol.*, **26**: 2711 (2012).
7. Y. N. Petrov, M. A. Vasylyev, L. N. Trofimova, I. N. Makeeva, and V. S. Filatova, *Appl. Surf. Sci.*, **327**: 1 (2015).
8. L. Liu, J. Wang, and J. Zhou, *Vacuum*, **148**: 178 (2018).
9. A. Amanov, Y. S. Pyun, and S. Sasaki, *Tribology Int.*, **72**: 187 (2014).
10. X. Li, X. Wang, B. Chen, M. Gao, C. Jiang, H. Yuan, X. Zhang, and T. Liang, *Vacuum*, **209**: 111819 (2023).
11. B. N. Mordyuk and G. I. Prokopenko, *J. Sound Vibration*, **308**: 855 (2007).
12. B. N. Mordyuk and G. I. Prokopenko, Ultrasonic Impact Treatment – An Effective Method for Nanostructuring the Surface Layers in Metallic Materials. *Handbook of Mechanical Nanostructuring* (Ed. M. Aliofkhazraei) (Wiley: VCH: 2015).
13. B. N. Mordyuk, N. I. Khripta, and L. G. Zhao, *Mater. Let.*, **310**: 131512 (2022).
14. П. Ю. Волосевич, Г. И. Прокопенко, Б. М. Мордюк, *Металлофиз. новейшие технол.*, **22**, No. 9: 61 (2000).
15. М. О. Васильев, Б. М. Мордюк, С. М. Волошко, В. І. Закієв, А. П. Бурмак, Д. В. Пефті, *Металлофиз. новітні технол.*, **41**, №11: 1499 (2019).
16. М. О. Васильев, Б. М. Мордюк, С. М. Волошко, А. П. Бурмак, Д. В. Пефті, *Металлофиз. новітні технол.*, **41**, №12: 1611 (2019).
17. М. О. Васильев, Б. М. Мордюк, С. М. Волошко, В. І. Закієв, А. П. Бурмак, Д. В. Пефті, *Металлофиз. новітні технол.*, **42**, №3: 381 (2020).
18. М. О. Васильев, Б. М. Мордюк, С. М. Волошко, А. П. Бурмак, Н. В. Франчік, Д. В. Пефті, *Металлофиз. новітні технол.*, **42**, №6: 781 (2020).
19. O. I. Zaporozhets, B. N. Mordyuk, V. A. Mykhailovskyi, A. A. Halkina, M. O. Dordienko, A. P. Burmak, E. Langi, and L. G. Zhao, *Mater. Today Communications*, **38**: 108325 (2024).
20. O. I. Zaporozhets, B. N. Mordyuk, V. A. Mykhailovskyi, A. A. Halkina, V. F. Mazanko, and S. P. Vorona, *Mater. Characterization*, **226**: 115223 (2025).
21. A. M. Hodge, Y. M. Wang, and T. W. Barbee Jr., *Mater. Sci. Eng. A*, **429**: 272 (2008).
22. W. Z. Han, Z. F. Zhang, S. D. Wu, and S. X. Li, *Philos. Mag.*, **88**: 3011 (2008).
23. Y. S. Li, Y. Zhang, N. R. Tao, and K. Lu, *Acta Mater.*, **57**, Iss. 3: 761 (2009).
24. S. S. Rao and T. R. Anantharaman, *Z. Metallkunde*, **60**, No. 4: 312 (1969).
25. A. G. Guy and J. J. Hren, *Elements of Physical Metallurgy* (Minnesota: Addison-Wesley: 1974).
26. R. W. Cahn and P. Haasen, *Physical Metallurgy* (North Holland: Amsterdam: 1983).
27. Ю. Н. Коваль, Р. Я. Мусиенко, Л. Г. Хандрос, *УФЖ*, **25**, №7: 1176 (1980).
28. Ю. Н. Коваль, Р. Я. Мусиенко, В. К. Пищак, *Металлофизика*, **5**, №5: 928 (1985).
29. S. P. Chenakin, B. N. Mordyuk, and N. I. Khripta, *Vacuum*, **210**: 111889 (2023).
30. S. P. Chenakin, B. M. Mordyuk, N. I. Khripta, and V. Yu. Malinin, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **45**, No. 9: 1109 (2023).
31. J. P. Hirth and J. Lothe, *Theory of Dislocations* (New York: Wiley: 1982).
32. J. Friedel, *Dislocations* (Oxford: Pergamon: 1964).
33. П. Ю. Волосевич, *Матеріали наук.-практ. конф. «Структурна релаксація у твердих тілах» (23–25 травня, 2006, Вінниця, Україна)*, с. 43 (2006).
34. П. Ю. Волосевич, *Металлофиз. новітні технол.*, **29**, №10: 1393 (2007).

35. П. Ю. Волосевич, *Зб. наук. праць 4-ї Міжн. конф. «Механіка руйнування матеріалів і міцність конструкцій» (Львів, 2009)*, с. 93.
36. П. Ю. Волосевич, *Успіхи фізики металів*, **12**, №3: 367 (2011).
37. П. Ю. Волосевич, *Зб. наук. праць 5-ї Міжн. конф. «Механіка руйнування матеріалів і міцність конструкцій» (24–27 червня, 2014, Львів)*, с. 157.
38. П. Ю. Волосевич, *Металофіз. новітні технол.*, **33**, №3: 413 (2010).

REFERENCES

1. K. Lu, *Science*, **345**, Iss. 6203: 1455 (2014).
2. K. Lu, L. Lu, and S. Suresh, *Science*, **324**, Iss. 5925: 349 (2009).
3. Y. H. Zhao, X. Z. Liao, Z. Horita, T. G. Langdon, and Y. T. Zhu, *Mater. Sci. Eng. A*, **493**: 123 (2008).
4. G. H. Xiao, N. R. Tao, and K. Lu, *Mater. Sci. Eng. A*, **513–514**: 13 (2009).
5. M. Keymanesh, H. Ji, M. Tang, X. Zhang, K. Huang, J. Wang, P. Feng, and J. Zhang, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, **134**: 4949 (2024).
6. M. Baklouti, R. Mnif, and R. Elleuch, *J. Mech. Sci. Technol.*, **26**: 2711 (2012).
7. Y. N. Petrov, M. A. Vasylyev, L. N. Trofimova, I. N. Makeeva, and V. S. Filatova, *Appl. Surf. Sci.*, **327**: 1 (2015).
8. L. Liu, J. Wang, and J. Zhou, *Vacuum*, **148**: 178 (2018).
9. A. Amanov, Y. S. Pyun, and S. Sasaki, *Tribology Int.*, **72**: 187 (2014).
10. X. Li, X. Wang, B. Chen, M. Gao, C. Jiang, H. Yuan, X. Zhang, and T. Liang, *Vacuum*, **209**: 111819 (2023).
11. B. N. Mordyuk and G. I. Prokopenko, *J. Sound Vibration*, **308**: 855 (2007).
12. B. N. Mordyuk and G. I. Prokopenko, *Ultrasonic Impact Treatment – An Effective Method for Nanostructuring the Surface Layers in Metallic Materials. Handbook of Mechanical Nanostructuring* (Ed. M. Aliofkhazraei) (Wiley–VCH: 2015).
13. B. N. Mordyuk, N. I. Khripta, and L. G. Zhao, *Mater. Let.*, **310**: 131512 (2022).
14. P. Y. Volosevich, G. I. Prokopenko, and B. M. Mordyuk, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **22**, No. 9: 61 (2000) (in Russian).
15. M. O. Vasylyev, B. M. Mordyuk, S. M. Voloshko, V. I. Zakiev, A. P. Burmak, and D. V. Pefti, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **41**, No. 11: 1499 (2019) (in Ukrainian).
16. M. O. Vasylyev, B. M. Mordyuk, S. M. Voloshko, A. P. Burmak, and D. V. Pefti, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **41**, No. 12: 1611 (2019) (in Ukrainian).
17. M. A. Vasylyev, B. M. Mordyuk, S. M. Voloshko, V. I. Zakiev, A. P. Burmak, and D. V. Pefti, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **42**, No. 3: 381 (2020) (in Ukrainian).
18. M. A. Vasylyev, B. M. Mordyuk, S. M. Voloshko, A. P. Burmak, N. V. Franchik, and D. V. Pefti, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **42**, No. 6: 781 (2020) (in Ukrainian).
19. O. I. Zaporozhets, B. N. Mordyuk, V. A. Mykhailovskiy, A. A. Halkina, M. O. Dordienko, A. P. Burmak, E. Langi, and L. G. Zhao, *Mater. Today Communications*, **38**: 108325 (2024).
20. O. I. Zaporozhets, B. N. Mordyuk, V. A. Mykhailovskiy, A. A. Halkina, V. F. Mazanko, and S. P. Vorona, *Mater. Characterization*, **226**: 115223 (2025).
21. A. M. Hodge, Y. M. Wang, and T. W. Barbee Jr., *Mater. Sci. Eng. A*, **429**: 272

- (2008).
22. W. Z. Han, Z. F. Zhang, S. D. Wu, and S. X. Li, *Philos. Mag.*, **88**: 3011 (2008).
 23. Y. S. Li, Y. Zhang, N. R. Tao, and K. Lu, *Acta Mater.*, **57**, Iss. 3: 761 (2009).
 24. S. S. Rao and T. R. Anantharaman, *Z. Metallkunde*, **60**, No. 4: 312 (1969).
 25. A. G. Guy and J. J. Hren, *Elements of Physical Metallurgy* (Minnesota: Addison-Wesley: 1974).
 26. R. W. Cahn and P. Haasen, *Physical Metallurgy* (Amsterdam: North Holland: 1983).
 27. Y. N. Koval, R. Y. Musienko, and L. G. Khandros, *Ukr. Phys. J.*, **25**, No. 7: 1176 (1980) (in Russian).
 28. Y. N. Koval, R. Y. Musienko, and V. K. Pishchak, *Phys. Met.*, **5**, No. 5: 928 (1985) (in Russian).
 29. S. P. Chenakin, B. N. Mordyuk, and N. I. Khripta, *Vacuum*, **210**: 111889 (2023).
 30. S. P. Chenakin, B. M. Mordyuk, N. I. Khripta, and V. Yu. Malinin, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **45**, No. 9: 1109 (2023).
 31. J. P. Hirth and J. Lothe, *Theory of Dislocations* (New York: Wiley: 1982).
 32. J. Friedel, *Dislocations* (Oxford: Pergamon: 1964).
 33. P. Yu. Volosevich, *Proc. Int. Conf. «Structure Relaxation in Solid Bodies» (23–25 May, 2006, Vinnytsia)*, p. 43 (in Russian).
 34. P. Yu. Volosevich, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **29**, No. 10: 1393 (2007) (in Russian).
 35. P. Yu. Volosevich, *Proc. 4th Int. Conf. «Mechanics of Fracture of Materials and Strength of Constructions» (Lviv, 2009)*, p. 93 (in Russian).
 36. P. Yu. Volosevich, *Prog. Phys. Met.*, **12**, Iss. 3: 367 (2011) (in Russian).
 37. P. Yu. Volosevich, *Proc. of the 5th International Conference «Fracture Mechanics of Materials and Strength of Structures» (24–27 June, 2009, Lviv)*, p. 157 (in Russian).
 38. P. Yu. Volosevich, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **33**, No. 3: 413 (2010) (in Russian).

PACS numbers: 02.70.Ns, 61.72.Ff, 61.72.Hh, 62.20.me, 62.20.Qp, 81.40.Cd, 81.40.Np

Підвищення втомної довговічності ступу алюмінію Д16Т високочастотним ударним модифікуванням поверхні

Б. М. Мордюк^{*,**}, О. С. Гаценко^{*}, Т. В. Турчак^{*}, О. І. Баскова^{*},
О. С. Кушнарьова^{**}

^{*}*Інститут металофізики ім. Г. В. Курдюмова НАН України,
бульв. Академіка Вернадського, 36,
03142 Київ, Україна*

^{**}*Інститут електрозварювання ім. Є. О. Патона НАН України,
вул. Казимира Малевича, 11,
03150 Київ, Україна*

Підвищення ресурсу відповідальних компонентів із алюмінієвих ступів за циклічних навантажень за допомогою модифікування поверхні є важливою задачею. У цій роботі досліджено еволюцію мікроструктури та механічні властивості алюмінієвого ступу Д16Т за циклічного навантаження та високочастотного ударного оброблення (ВЧУО) поверхні. Як було виявлено за допомогою рентгенівської дифракції, сканувальної (СЕМ) і трансмісійної (ТЕМ) електронних мікроскопій, мікроструктура зразків складалася з матриці алюмінію та виділень зміцнювальної фази різної дисперсності ($\approx 2,5$ об.%). Встановлено, що інтенсивна пластична деформація під час ВЧУО-модифікування поверхні веде до зростання мікротвердості *HV100* поверхні на 46% (1,46 ГПа) та опору втомі на 75%

Corresponding author: Bohdan Mykolayovych Mordyuk
E-mail: mordyuk@imp.kiev.ua

^{*}*G. V. Kurdyumov Institute for Metal Physics, N.A.S. of Ukraine,
36 Academician Vernadsky Blvd., UA-03142 Kyiv, Ukraine*

^{**}*E. O. Paton Electric Welding Institute, NAS of Ukraine,
11 Kazymyr Malevych Str., UA-03150 Kyiv, Ukraine*

Citation: B. M. Mordyuk, O. S. Gatsenko, T. V. Turchak, O. I. Baskova, and O. S. Kushnarova, Enhancement of the Fatigue Durability of D16T Aluminium Alloy by High-Frequency Mechanical-Impact Surface Modification, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, 47, No. 12: 1335–1354 (2025) (in Ukrainian). DOI: [10.15407/mfint.47.12.1335](https://doi.org/10.15407/mfint.47.12.1335)

© 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>)

(9,2 10³ циклів за $\sigma_{\max} = 440$ МПа) зразків стопу Д16Т у порівнянні із вихідним станом, що пов'язане із формуванням ультрадисперсних зерен і напружень стиснення у поверхневому шарі. Еволюцію деформаційних дефектів і мікроструктури аналізували на кількох масштабних рівнях дифракційними та мікроскопічними методами, а також моделюванням методом молекулярної динаміки (МД). Скупчення дислокацій і точкових дефектів навколо сферичного включення, відшарування матриці вздовж міжфазних меж із частинками другої фази та смуги ковзання різних систем, виявлені в ґратниці алюмінію під час МД-моделювання пластичної деформації, знайшли свої експериментальні підтвердження на іншому масштабному рівні за прямого ТЕМ-спостереження мікроструктури вихідних і модифікованих ВЧУО зразків після циклічного навантаження. За даними експериментальної аналізи мікроструктури та результатами моделювання можливими механізмами утворення зародкових тріщин є скупчення дислокацій і точкових дефектів навколо частинок другої фази з подальшим відшаруванням вздовж міжфазних меж і утворення смуг ковзання, які можуть виходити на поверхню впродовж циклічного навантаження, а формування напружень стиснення в ультрадисперсному поверхневому шарі є тими чинниками, що запобігають розповсюдженню тріщин і передчасному руйнуванню. Одержані результати свідчать, що ВЧУО-модифікування поверхні за допомогою ультразвукового обладнання може бути ефективно застосоване для підвищення опору втоми стопу Д16Т в умовах малоциклової втоми із максимальними циклічними напруженнями, близькими до межі плинності.

Ключові слова: алюмінійові стопи, малоциклова втома, твердість, дисперсійне зміцнення, лінійні та точкові дефекти, пластична деформація, молекулярна динаміка.

Increasing the service life of critical components of aluminium alloys under cyclic loading by surface modification is an important task. In this work, the evolutions of the microstructure and mechanical properties of the aluminium alloy D16T under cyclic loading and high-frequency mechanical impact (HFMI) modification of the surface are investigated. As revealed by x-ray diffraction, scanning electron microscopy (SEM), and transmission electron microscopy (TEM), the microstructure of the samples consisted of an aluminium matrix and precipitates of strengthening phases with different dispersion levels (2.5 vol.%). As established, severe plastic deformation during HFMI surface modification leads to a 46% increase in surface microhardness *HV*100 (1.46 GPa) and a 75% increase in fatigue resistance (9.2 10³ cycles at $\sigma_{\max} = 440$ MPa) of the D16T-alloy samples compared to the initial state that is associated with the formation of ultrafine grains and compressive stresses in the surface layer. The evolutions of deformation defects and microstructure are analysed at several scale levels using diffraction and microscopic methods, as well as molecular dynamics (MD) modelling. Clusters of dislocations and point defects around spherical inclusions followed by the matrix delamination along the second-phase particles' interfacial boundaries and slip bands of different systems detected in the aluminium lattice during MD modelling of plastic deformation found their experimental confirmation at another scale level by direct TEM observation of the microstructure of the

original and HFMI-modified samples after cyclic loading. According to the experimental microstructure analysis and modelling results, possible mechanisms for the formation of nucleated cracks are the accumulation of dislocations and point defects around the particles of the second phase with subsequent delamination along the interphase boundaries and the formation of slip bands, which can reach the surface during cyclic loading, and the formation of compressive stresses in the ultra-dispersed surface layer are the factors, which prevent crack propagation and premature failure. The results obtained indicate that HFMI modification of the surface using ultrasonic equipment can effectively enhance the fatigue resistance of the D16T alloy under low-cycle fatigue conditions, with maximum cyclic stresses approaching the yield point.

Key words: aluminium alloys, low-cycle fatigue, hardness, dispersion strengthening, linear and point defects, plastic deformation, molecular dynamics.

(Отримано 26 листопада 2025 р.; остаточн. варіант — 28 листопада 2025 р.)

1. ВСТУП

Алюмінійові стопи широко використовуються в аерокосмічній, транспортній та інших галузях завдяки своїй низькій вазі та прийнятній питомій міцності й ударній в'язкості [1–5]. Стопи серії 2xxx (система Al–Cu–Mg), 6xxx (Al–Mg–Si), 7xxx (Al–Zn–Mg–Cu) є термооброблюваними задля дисперсійного зміцнення та мають високу міцність і пластичність. Водночас опір втомі алюмінійових стопів є характеристикою, що потребує поліпшення задля уникнення раннього виникнення поверхневих дефектів і запобігання зародженню втомних тріщин на поверхні [6–11]. Таким чином, актуальним є пошук методів поверхневого зміцнення алюмінійового стопу 2024 (Д16).

Наразі багато методів поверхневого зміцнення нанесенням захисних покриттів [12, 13] або з використанням інтенсивної пластичної деформації, таких як шротоструминне зміцнення [14–16], лазерне ударне зміцнення [14], ультразвукове модифікування поверхні [16] та ультразвукове ударне оброблення (УЗУО) [9, 17–19], також відоме як високочастотне механічне проковування (ВМП) [20], широко використовуються в галузі модифікування поверхні металевих матеріалів. Зазвичай ці методи забезпечують модифікування поверхні, індуковане деформацією, та підвищують властивості обробленого матеріалу завдяки синергетичному впливу зменшення шерсткості поверхні, зменшення розміру зерна до нанорозмірів і залишкових напружень стиснення у поверхневих шарах [9, 10, 14, 16, 20–24].

Загальноприйнято, що, крім зменшення шерсткості поверхні,

що сприяє усуненню поверхневих концентраторів напружень і запобігає зародженню тріщин, та формування залишкових напружень стиснення, що гальмують розповсюдження тріщин, модифікування мікроструктури також є одним із ключових чинників підвищення опору втомі [25–29].

Для зміни мікроструктури поверхні використовують вищезгадані методи поверхневої деформації.

Наприклад, дослідження впливу лазерного зміцнення на втомні властивості показали, що сприятлива еволюція мікроструктури та залишкові стискальні напруження є основними чинниками, що сприяють поліпшенню втомних властивостей алюмінійового стопу 2024-T351 [30].

Збільшення втомної довговічності до 20 разів порівняно з необробленим зразком за рахунок УЗУО поверхні стопу 7075-T651 було досягнуто в [31], а можливість усунення залишкової поруватості за умов УЗУО показано в [32], що є корисним для виробів адитивного виробництва. Ультразвукове модифікування поверхні було застосовано для підвищення втомних характеристик алюмінійового стопу 7075-T651 після перебування в корозійному середовищі [33].

Можна очікувати, що значну перевагу матимуть матеріали з бімодальною мікроструктурою, яка полягатиме в наявності твердого поверхневого шару з ультрадрібнозернистою зерновою структурою, що забезпечуватиме підвищений опір багатоцикловій втомі, та серцевини з основного матеріалу з високою в'язкістю, що сприятиме підвищеній стійкості щодо малоциклової втоми [34, 35].

Метою даної роботи є аналіза особливостей еволюції деформаційних дефектів і мікроструктури на різних масштабних рівнях і втомної довговічності алюмінійового стопу Д16 за умов циклічних навантажень і ВЧУО різної тривалості. Обговорено мікроструктурні чинники зміцнення та підвищення опору втомі.

2. МЕТОДИКА ЕКСПЕРИМЕНТУ

Хімічний склад досліджуваних зразків зі стопу Д16Т промислового виробництва (гаряче вальцювання, гартування та природне старіння за кімнатної температури) разом із основними механічними властивостями наведено у табл. 1.

Задля зміцнення поверхневого шару зразків їхня робоча частина рівномірно оброблялася за допомогою високочастотного ударного оброблення (ВЧУО) із використанням приладу USTREAT-4.0 шляхом поступового зміщення плаского циліндричного ударника вздовж осі зразка. Детально опис методу ВЧУО наведено у [17, 24]. В даній роботі обрано наступні параметри ВЧУО: амплітуда та частота коливань торця ультразвукового концентратора — 20 мкм і 21,6 кГц відповідно, тривалість оброблення — 30–60 с, частота уда-

ТАБЛИЦЯ 1. Хемічний склад і механічні властивості стопу Д16Т (ваг.%).**TABLE 1.** Chemical composition and mechanical properties of D16T alloy (wt.%).

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Zr	Al
Мін.	—	—	3,8	0,30	1,2	—	—	—	—	решта
Макс.	0,50	0,50	4,9	0,90	1,8	0,10	0,25	0,15	—	
HV (ГПа)	$\sigma_{0,2}$ (МПа)	E (ГПа)	σ_S (МПа)	$\sigma_{c0,2}$ (МПа)	δ (%)	K_{1C} (МПа·м ^{1/2})				
1,05	325–345	72	470	460	10,0	135,5				

$\sigma_{0,2}$ — межа плинності, E — модуль Юнга, σ_S — межа міцності, $\sigma_{c0,2}$ — межа циклічної плинності, δ — видовження, K_{1C} — в'язкість руйнування.

рів — $\cong 0,5$ кГц [36, 37].

Циклічне (втомне) навантаження зразків у режимі малоциклової втоми проводили на стандартній установці «INSTRON-8802» в режимі «циклічного розтягу–стиснення» з частотою у 15 Гц і асиметрією циклу $R=0,1$ за максимальних циклічних напружень $\sigma_{\max}=440$ МПа, які більше межі плинності вихідного матеріалу, але менші межі циклічної плинності (табл. 1). Розміри робочої частини плоских зразків для втомних випробувань товщиною у 3 мм складали 20×10 мм².

Мірювання мікротвердості після втомних тестів виконувалося на приладі ПМТ-3М за навантаження у 100 г.

Моделювання деформаційних процесів за циклічного розтягу–стиснення, а саме, формування лінійних і точкових дефектів структури навколо фазових включень у ГЦК-твердому розчині (ґратниці алюмінію), проведено методом молекулярної динаміки (МД) із використанням програмного забезпечення LAMMPS, а візуалізацію й оброблення одержаних даних проведено за допомогою пакету OVITO.

На основі аналізу літератури обрано найбільш перспективні ЕАМ- та МЕАМ-потенціали міжатомової взаємодії [38–41].

Мікроструктура та розподіл фазових складових аналізували в растровому електронному мікроскопі TESCAN Mira 3 LMU із вбудованим енергодисперсійним мікроаналізатором OXFORD X-MAX 80 мм². Зміни мікроструктури в поверхневому шарі зразків після ВЧУО та втомного навантаження досліджували рентгенівською структурно-фазовою аналізою із використанням дифрактометра Rigaku Ultima IV (випромінення CuK_α , реєстрація дифракційних картин в інтервалі кутів $2\theta = 25^\circ$ – 105° із кроком у $0,02^\circ$ та часом витримки у 2 с). Особливості структурно-фазових перебудов у об'ємі зразків поблизу області руйнування аналізували за допомогою трансмісійного електронного мікроскопа JEOL JEM-200CX.

3. РЕЗУЛЬТАТИ Й ОБГОВОРЕННЯ

3.1. Структурно-фазовий стан у вихідному стані

Результати аналізу мікроструктури стопу Д16 у вихідному стані наведено на рис. 1. Згідно з РЕМ-зображенням (рис. 1, а) та рентгенівськими дифракційними картинами (рис. 1, б), він містить α -твердий розчин на основі алюмінію з середнім розміром зерен у 3–5 мкм, а також ряд дисперсних фаз різного складу та форми. На рисунку 1, а добре видно частинки S-фази (Al_2CuMg) розміром у 2–5 мкм). Їхня об'ємна частка складає $\approx 2,5\%$ (див. гістограми рис. 1, в). Стоп також містить стрижнеподібні дисперсоїди T-фази (Al_6FeMn) розміром у 200–500 нм та частинки θ -фази (Al_2Cu) розміром < 100 нм (рис. 1, а), розміри та форму яких визначали за ТЕМ-

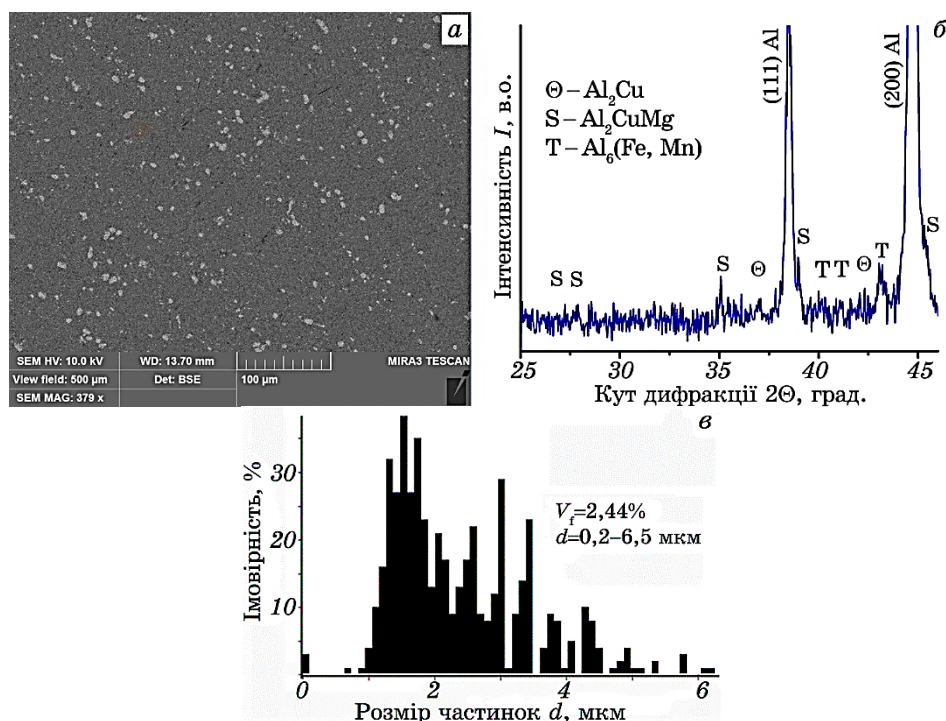


Рис. 1. РЕМ-зображення (а), фрагмент рентгенівського дифракційного спектру (б) мікроструктури вихідного зразка стопу Д16Т і гістограма розмірів та об'ємної частки зміцнювальних частинок (в).

Fig. 1. SEM images (a), fragment of x-ray diffraction pattern (b) of the microstructure of D16T alloy and histogram (c) of the size and volume fraction of strengthening particles.

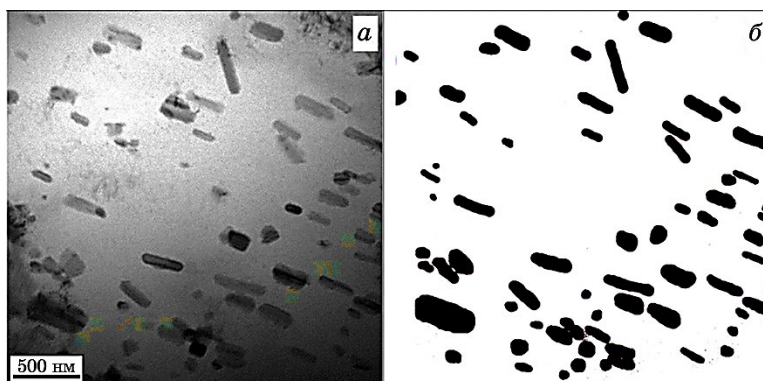


Рис. 2. ТЕМ-зображення мікроструктури стопу Д16Т та її контрастування задля статистичної аналізи розмірів і форми фазових складових за допомогою ImagePro.

Fig. 2. TEM image of the microstructure of the D16T alloy sample and its contrasting for statistical analysis of the size and shape of phase constituents using ImagePro software.

зображеннями мікроструктури зразків (рис. 2, *a*) із застосуванням методу контрастування та статистичної аналізи у програмному пакеті ImagePro (рис. 2, *б*).

Зображення мікроструктури зразків стопу Д16Т, одержані в растровому електронному мікроскопі (рис. 1, *a*), уможливили виявити щонайменше два види дисперсних виділень, а саме, мікро- (6–12 мкм) і субмікрометрових (< 200 нм) розмірів. Фрагмент рентгенівської дифракційної картини (рис. 1, *б*) також підтверджує цей результат, оскільки інтенсивність піків від зміцнювальних фаз Θ (Al_2Cu), S (Al_2CuMg), T ($\text{Al}_6(\text{Fe}, \text{Mn})$) доволі низька та майже однакова. Пряме спостереження мікроструктури досліджуваного стопу Д16Т у трансмісійному електронному мікроскопі також свідчить про наявність частинок описаних вище фаз різного розміру та морфології, які мають когерентні межі з матричним твердим розчином на основі алюмінію (рис. 2, *a*).

3.2. Механічні властивості

На рисунку 3 показано експериментальні залежності втомної довговічності (N) та мікротвердості поверхні (HV) зразків стопу Д16Т від тривалості ВЧУО перед втомними випробуваннями. Видно, що модифікування поверхні зразків за допомогою ВЧУО чинить позитивний вплив на їхню довговічність. Разом з тим, за умов зростання тривалості ВЧУО вище 30 с приріст кількості циклів до руйнуван-

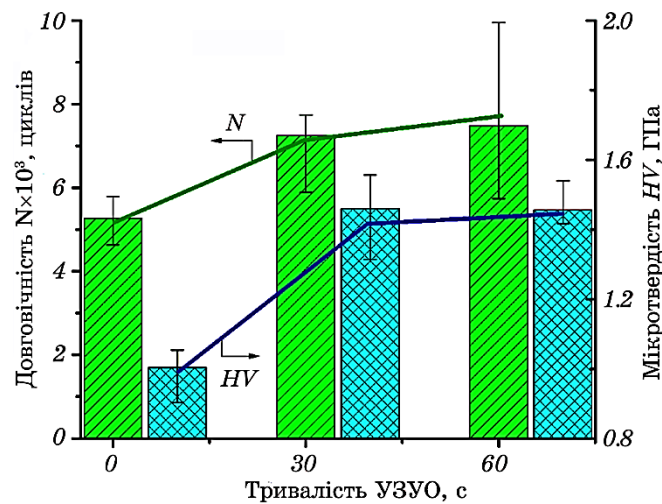


Рис. 3. Залежності втомної довговічності (N) та мікротвердості (HV) зразків ступу Д16Т від тривалості ВЧУО перед втомними випробуваннями.

Fig. 3. Dependences of fatigue life (N , cycles) and microhardness (HV) of the D16T alloy samples on prior HFMI treatment duration.

ня N дещо сповільнюється, а розкид даних зростає. Залежність мікротвердості поверхні зразків поблизу втомного руйнування корелює з одержаними даними щодо їхньої довговічності, істотно зростаючи після ВЧУО впродовж 30 с (у 1,5 рази) і залишаючись на приблизно тому ж рівні зі зростанням тривалості ВЧУО. Таким чином, істотне зміцнення поверхневих шарів ступу Д16Т, яке неодноразово спостерігалось і висвітлювалось у літературі [8–10, 18], може бути дієвим чинником підвищення втомної довговічності в області малоциклової втоми, тобто за максимальних циклічних напружень, порівнянних із межею пластичності ступу. Цей результат розширює раніше одержані дані щодо підвищення втомних характеристик ступу 2024, який є аналогом ступу Д16Т тієї ж системи легування (Al–Cu–Mg) [13, 19].

Важливим чинником, який впливає на втомні характеристики металевих матеріалів, є також залишкові напруження у поверхневих шарах. Відомо, що напруження розтягу є загальним негативним чинником, оскільки вони можуть сприяти розповсюдженню зародкових тріщин і призводити до передчасного втомного руйнування [25]. Для формування сприятливих напружень стиснення, що запобігатимуть розповсюдженню тріщин у деформаційно модифікованому поверхневому шарі, часто застосовують поверхневі деформаційні методи, в тому числі ВЧУО за допомогою ультразвукових інструментів [19–22]. Напруження у досліджуваних в даній роботі

зразках виникають внаслідок як поверхневого оброблення (ВЧУО), так і завдяки циклічним навантаженням під час втомних випробувань. Ґрунтуючись на даних рентгенівської дифракційної аналізи, а саме, спираючись на зареєстровані зсуви рентгенівських максимумів, було оцінено величини залишкових напружень після втомних навантажень до руйнування зразків без попереднього поверхневого модифікування поверхні робочої частини ($\cong 190$ МПа) та після ВЧУО ($\cong 275$ МПа). Отже, сформовані ВЧУО напруження стиснення виконують захисну роль щодо розповсюдження тріщин, незважаючи на можливу їх релаксацію впродовж циклічного навантаження. Це зумовлено еволюцією мікроструктури під час втомних випробувань.

Мікроструктурні зміни в даній роботі вивчали як експериментально дифракційним і мікроскопічними методами, так і за допомогою моделювання методом молекулярної динаміки (МД), що дало змогу дослідити механізми та динаміку утворення дефектних структур у процесі пластичної деформації ГЦК-зразків алюмінію за умов циклічного розтягу–стиснення.

3.3. Моделювання еволюції дефектної структури

Проведено молекулярно-динамічне (МД) моделювання циклічного навантаження стосовно розвитку та ймовірності локалізації дефектної субструктури навколо зміцнювальної частинки (сферичного включення) в монокристалі алюмінію. Для успішного моделювання методом молекулярної динаміки було проведено аналізу наявних потенціалів міжатомової взаємодії й обрано перспективний потенціал за методом зануреного атома — МЗА-потенціал (ЕАМ). Створено модель з урахуванням орієнтації ґратниці алюмінію $\langle 011 \rangle \{011\}$, обрано відповідні періодичні крайові умови. Моделювання здійснювалося впродовж одного циклу навантаження за схемою «розтяг–стиснення». У результаті проведених розрахунків було виявлено, що в околі зміцнювальної частинки виникає зона підвищеної концентрації напружень (рис. 4), яка сприяє розвитку пластичних деформацій та утворенню великої кількості дефектів кристалічної ґратниці, що знижує міцність матеріалу та за умов подальшої локалізації дефектів сприятиме утворенню мікротріщин.

Видно, що впродовж циклу «розтягу–стиснення» в зразках із орієнтацією $\langle 011 \rangle \{011\}$ спостерігаються зміни напружень у всіх кристалографічних напрямках, що мають немонотонний характер. З самого початку комп'ютерного експерименту впродовж напівциклу розтягу напруження в напрямку розтягу (σ_{YY}) стрімко знижуються за рахунок інтенсивного формування точкових дефектів і мають від'ємну величину. Зміни напружень в двох інших напрям-

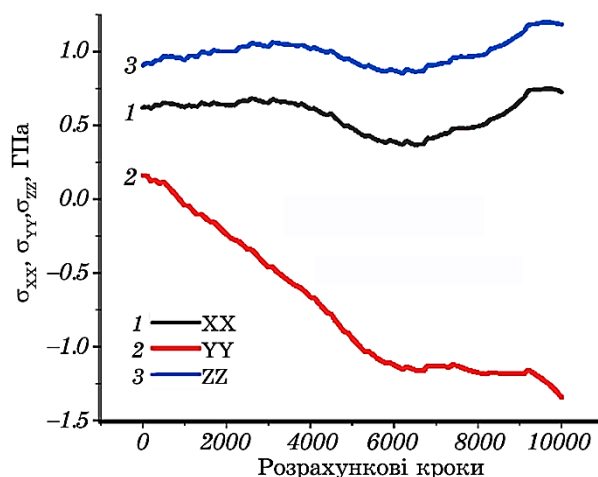


Рис. 4. Залежність напруження у ґратниці модельного зразка Al зі сферичним включенням від ступеня деформації (часу комп'ютерного експерименту) для орієнтації зразка $\langle 011 \rangle \{011\}$.

Fig. 4. Dependence of lattice stress in the model sample of Al with spherical inclusion on strain extent (time of computer experiment) for sample orientation $\langle 011 \rangle \{011\}$.

ках (σ_{xx} , σ_{zz}) впродовж циклу навантаження в 3 рази менші, ніж зміни у напрямку розтягу. Спостережувані зміни корелюють із утворенням і перерозподілом лінійних дефектів за прикладення та зняття навантаження (зміни навантаження з розтягу на стиснення).

Здійснено окрему візуалізацію еволюції розподілу лінійних (рис. 5) і точкових дефектів (рис. 6) в околі сферичного включення впродовж одного періоду навантаження (розтягу–стиснення). Час комп'ютерного експерименту відповідає ступеню деформації зразка: 2 пс — 0,67%, 5 пс — 1,67%, 8 пс — 0,67%, 11 пс — 0,33% відповідно. В процесі дослідження було застосовано кілька методів візуалізації й аналізу дефектних структур, включаючи методи віртуальної реконструкції поверхонь та об'ємів, що уможливило більш детально вивчити просторову організацію й еволюцію дефектів. Проведена якісна та кількісна аналіза утворення лінійних і точкових дефектів навколо включення й еволюції дефектних субструктур дає змогу оцінити їхній вплив на механічні властивості. Встановлено, що за обраної орієнтації ґратниці алюмінію $\langle 011 \rangle \{011\}$ навантаження сприяє утворенню як лінійних дефектів, а саме, дислокацій і смуг ковзання, так і точкових дефектів.

Важливим результатом є те, що вже після першого повного циклу розтягу–стиснення виявлено ознаки локалізації лінійних дефек-

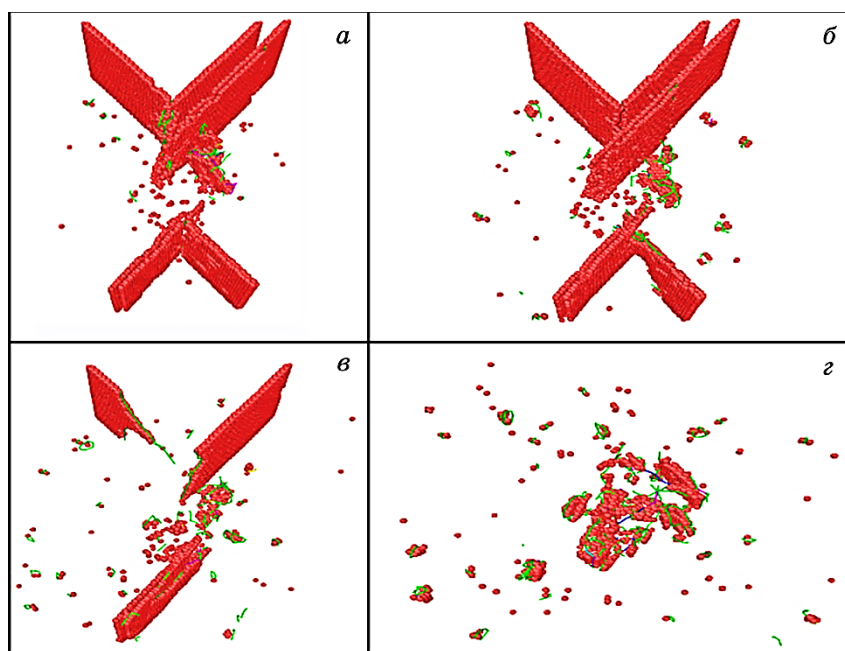


Рис. 5. Візуалізація формування лінійних дефектів за умов комп'ютерного експерименту (МД-моделювання) з циклічного розтягу (а, б) і стиснення (в, з) зразків Al зі сферичним включенням (не показано) для орієнтації $\langle 011 \rangle \{011\}$; час комп'ютерного експерименту — 2 пс (а), 5 пс (б), 8 пс (в), 11 пс (з).

Fig. 5. Visualization of the formation of linear defects during a computer experiment performed by MD simulation on cyclic tension (a, б) and compression (в, з) of an Al samples with a spherical inclusion (not shown) for the sample orientation $\langle 011 \rangle \{011\}$; computer-experiment times are as follow: 2 ps (a), 5 ps (б), 8 ps (в), and 11 ps (з).

тів кристалічної будови в околі включення для розглянутої орієнтації ґратниці (зерна) алюмінію $\langle 011 \rangle \{011\}$ (рис. 5, з), а отже, зростає ймовірність зародження мікротріщини.

Цей результат узгоджується з дислокаційним моделю зародження та росту пор (відшарувань) на міжфазних межах матеріалу з дисперсними частинками, запропонованим Броєком [42]. Згідно з цим моделю пори утворюються на межі поділу «частинка–матриця» за рахунок формування біля частинок дислокаційних скупчень. Утворення пор у [42] описано багатостадійним процесом, а саме: за незначних ступенів деформації навколо частинки формуються дислокаційні петлі; більшість з цих петель відштовхуються від частинки, крім петлі, найближче розташованої до міжфазної межі; далі процес продовжується та на міжфазній межі накопичу-

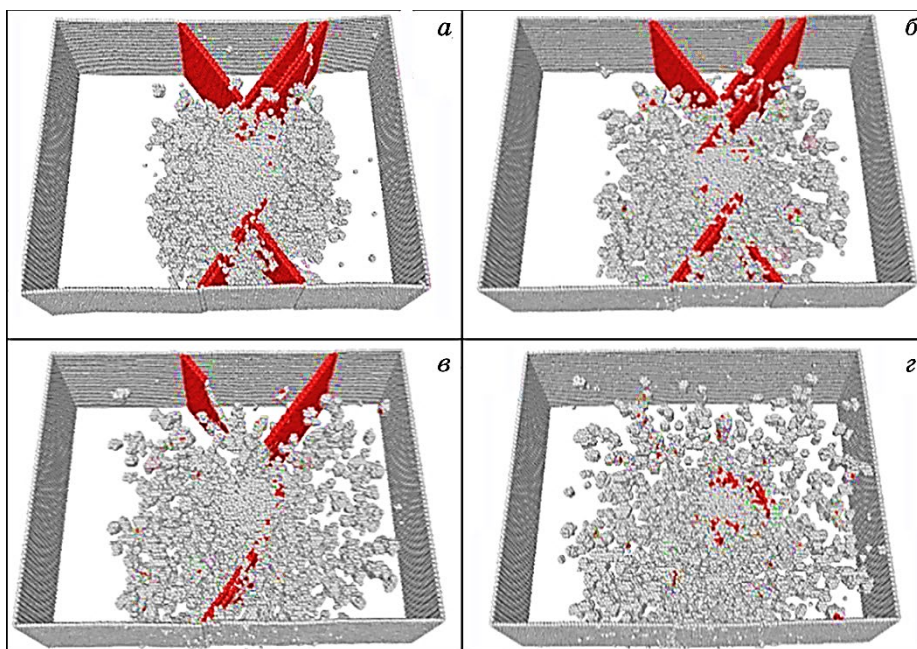


Рис. 6. Візуалізація формування точкових дефектів за умов комп'ютерного експерименту (МД-модельовання) з циклічного розтягу (а, б) і стиснення (в, г) зразка Al зі сферичним включенням (не показане) для орієнтації $\langle 011 \rangle \{011\}$; час комп'ютерного експерименту — 2 пс (а), 5 пс (б), 8 пс (в), 11 пс (г).

Fig. 6. Visualization of the formation of point defects during a computer experiment performed by MD simulation on cyclic tension (a, б) and compression (в, г) of Al sample with a spherical inclusion (not shown) for the sample orientation $\langle 011 \rangle \{011\}$; computer-experiment times are as follow: 2 ps (a), 5 ps (б), 8 ps (в), and 11 ps (г).

ються дислокації, що веде до зростання локальних напружень до критичної величини, яка здатна забезпечити утворення пори (мікротріщини) на міжфазній межі; як наслідок утворення вільної поверхні відбудеться релаксація напружень і подальший вихід великої кількості дислокацій на цю поверхню.

Важливими умовами росту пори (мікротріщини) в цьому моделі є наявність як високих напружень, так і високих деформацій у локальному об'ємі навколо частинки, які можуть бути забезпечені за рахунок множинного формування скупчень дислокацій у кількох площинах ковзання.

Крім того, впродовж циклу навантаження в ґратниці (зерні) алюмінію цієї ж орієнтації формуються точкові дефекти, серед яких є вакансії та зміщені зі звичних положень атоми (рис. 6). За

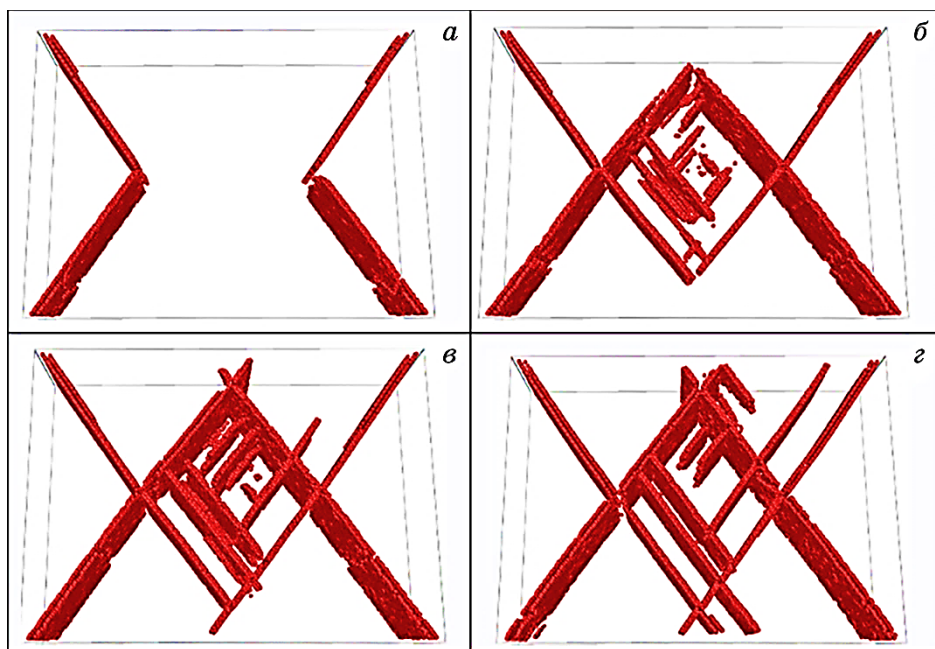


Рис. 7. Візуалізація формування деформаційних смуг ковзання за умов комп'ютерного експерименту (МД-моделювання) з статичного розтягу зразків Al для орієнтації $\langle 011 \rangle \{011\}$; час комп'ютерного експерименту — 4 пс (а), 6 пс (б), 8 пс (в), 10 пс (г).

Fig. 7. Visualization of the formation of deformation slip bands under the conditions of a computer experiment (MD simulation) during static tension of Al samples with the $\langle 011 \rangle \{011\}$ orientation; computer-experiment times: 4 ps (a), 6 ps (б), 8 ps (в), 10 ps (г).

рахунок долучення вакансій до вже сформованої мікротріщини може відбуватись її ріст. Тобто зі збільшенням числа циклів навантаження приріст вакансій сприятиме збільшенню розмірів тріщини, поки вона не досягне критичного розміру, достатнього для подальшого її більш швидкого росту, та в кінці кінців не спричинить втомне руйнування матеріалу.

За умов циклічного навантаження зерен певних орієнтацій у них поступово формуються смуги ковзання, які є відомим з літератури чинником формування поверхневого рельєфу на циклічно навантажених зразках, а також можуть бути причиною зародження втомних тріщин і подальшого руйнування [27, 28].

На рисунку 7 наведено візуалізацію формування деформаційних смуг ковзання за умов комп'ютерного експерименту (МД-моделювання) зі статичного розтягу зразків алюмінію для орієнтації $\langle 011 \rangle \{011\}$.

3.4. Експериментальна аналіза мікроструктури

Додатково утворення скупчень лінійних дефектів (дислокацій), стійких смуг ковзання і зародкових тріщин в околі частинок другої фази, ймовірно, за рахунок залучення точкових дефектів (вакансій), підтверджено прямим спостереженням мікроструктури зразків після втомних випробувань поблизу області формування втомної тріщини за допомогою ТЕМ (рис. 8).

На рисунку 8, *а* продемонстровано особливості скупчень дефектів навколо частинок другої фази у зразках стопу Д16Т, які приводять до часткового відшарування матричного стопу, ймовірно, через коагуляцію вакансій і подальший вихід дислокацій на вільну поверх-

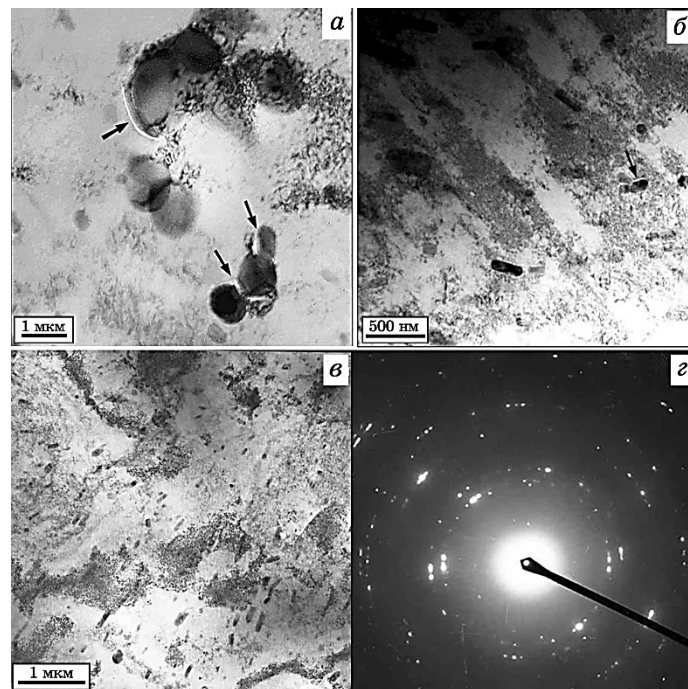


Рис. 8. ТЕМ-зображення мікроструктури в об'ємі зразків стопу Д16Т після втомних випробувань поблизу поверхні руйнування (*а, б*) та мікроструктури (*в*) з картиною електронної дифракції (*г*) поверхневого шару ВЧУО-модифікованого зразка. Стрілки на (*а, б*) вказують на міжфазне відшарування матриці.

Fig. 8. TEM observations of the bulk microstructure of the 2024 alloy specimen after fatigue test near the fracture surface (*a, б*) and microstructure (*в*) with the electron diffraction pattern (*г*) from the surface layer of HFMI-modified specimen. Arrows in (*a, б*) indicate interfacial matrix delaminations.

ню (вказано стрілками на рис. 8, *а*). Мікроструктуру з ознаками формування смуг ковзання із відмінною від навколишніх областей кількістю дефектів кристалічної будови показано на рис. 8, *б*. Для порівняння на рис. 8, *в* показано дрібнодисперсну мікроструктуру поверхневого шару ВЧУО-модифікованого зразка, картина електронної дифракції якої (рис. 8, *г*) містить істотно розсіяні в азимутальному напрямку рефлекси алюмінію, що свідчить про істотну дезорієнтацію сформованих зерен/субзерен субмікро- та наномасштабного розміру.

Таким чином, серед можливих мікроструктурних станів, які можуть сприяти формуванню втомних тріщин, можна відзначити відшарування матричного стопу на міжфазних межах навколо частинок другої фази (рис. 8, *а*) та формування смугоподібних структур (рис. 8, *б*) у разі виходу окремих смуг ковзання на поверхню з подальшим зародженням тріщин. Разом з тим, сформований під час ВЧУО зміцнений поверхневий шар із ультрадисперсною дезорієнтованою структурою може слугувати запобіжником виходу на поверхню утворених в об'ємі смуг ковзання, що уможливорює відтермінувати зародження тріщин. Сформовані під час ВЧУО залишкові напруження стиснення, в свою чергу, можуть запобігати розповсюдженню тріщин, якщо вони все ж утворюються. Це підвищує опір втомному руйнуванню стопу.

Про формування нанорозмірних структур у поверхневих шарах алюмінієвих стопів повідомлено у ряді робіт. Показано, що за рахунок багаторазового та високочастотного ударного навантаження й інтенсивної пластичної деформації поверхні відбувається істотне подрібнення структурних елементів поверхневого шару, яке веде до його зміцнення. Так, автори [21] повідомляють, що за умов ультразвукового ударного оброблення (УЗУО) стопу 2024 мікроструктура його поверхневого шару товщиною $y \cong 10$ мкм містить зерна розміром $y \cong 8\text{--}10$ нм, видовжені мікросмуги шириною $y \cong 10\text{--}15$ нм, а також двійникові структури (рис. 7, *а*). Усі перелічені структурні елементи містять значної густини дислокації. Ці дані корелюють з результатами ТЕМ-спостереження мікроструктури поверхневих шарів стопу Д16 після УЗУО (рис. 6, *б*) [43]. В цій роботі також зафіксовано формування фрагментованої структури з дуже високою середньою густиною дислокацій.

Важливим є також висновок щодо майже сталої об'ємної частки частинок другої фази за умов циклічного навантаження. Цього висновку можна дійти, враховуючи результати статистичної аналізи ТЕМ-зображень мікроструктур зразків після втомних випробувань у вихідному стані без ВЧУО поверхні та після попереднього ВЧУО (рис. 9). Для кожного зразка аналізувалися зображення двадцятьох полів загальною площею $y \cong 200$ мкм². Одержані криві розподілу частинок за розмірами (рис. 9, *а*) та за формою (рис. 9, *б*) свідчать

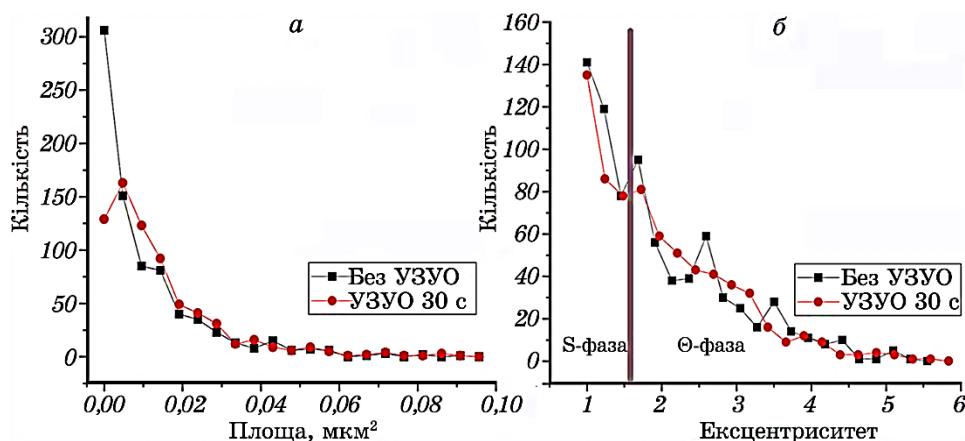


Рис. 9. Розподіл частинок другої фази за розмірами (площею) (а) та за формою (ексцентриситет) (б) у мікроструктурі зразків після втомних випробувань без ВЧУО і з попереднім ВЧУО-модифікуванням їхньої поверхні.

Fig. 9. Distributions of the second phase particles by size (area) (a) and by shape (eccentricity) (b) in the microstructure of the D16T alloy specimens after fatigue test without HFMI and after HFMI surface modification.

про неістотні їхні зміни під дією ВЧУО. На рисунку 9, б з урахуванням форми частинок оцінено частки частинок S-фази (CuAl_2Mg), форма яких вважалася наближеною до сферичної ($a/b = 1-1,5$) та частинок Θ-фази (Al_2Cu), які мають переважно видовжену форму ($a/b > 1,5-1,75$). Проведена статистична аналіза свідчить, що обидва параметри не зазнають істотних змін ні за умов ВЧУО, ані під час циклічного навантаження, тобто не є основним чинником, який міг би впливати на зміну втомних характеристик.

Одержаний результат добре корелює зі спостереженнями мікроструктури стопу Д16Т і його аналога 2024Т, оброблених ВЧУО (УЗУО) та випробуваних на втому, що повідомлялися в літературі [43]. Разом з тим, у стопах алюмінію інших систем упродовж інтенсивної пластичної деформації було зареєстровано розчинення частинок другої фази [44].

Рентгенівські дифракційні спектри зразків у вихідному стані (без попереднього ВЧУО) та після втомних випробувань (відповідно спектри 1, 2 на рис. 10) свідчать, що співвідношення інтенсивності основних дифракційних рефлексів відрізняється від табличних значень для ізотропного стану. Тобто пластична деформація за умов вальцювання веде до формування текстури. Для спектрів, одержаних після попереднього ВЧУО (наприклад, спектр 3 на рис. 10), характерна зміна співвідношення інтенсивності рентгенівських дифракційних максимумів, що свідчить про переорієнтації зерен у

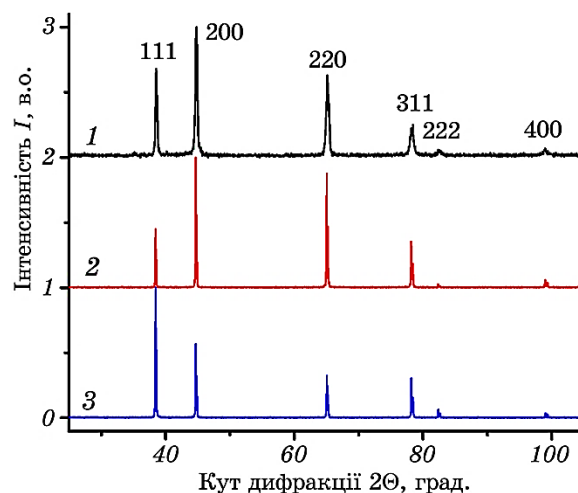


Рис. 10. Фрагменти рентгенівських дифрактограм вихідних (1), випробуваних на втому без ВЧУО (2) і після (3) попереднього ВЧУО зразків стопу Д16Т.

Fig. 10. Fragments of x-ray diffraction patterns of the initial (1), fatigue-tested without HFMI (2) and with (3) prior HFMI of the D16T alloy specimens.

поверхневому шарі за рахунок інтенсивної пластичної деформації під час ВЧУО, — це співвідношення стає узгодженим із табличним.

Таким чином, враховуючи зростаюче фізичне розширення рентгенівських максимумів після ВЧУО, а також дані ТЕМ, можна вважати, що сформована після застосованого ВЧУО мікроструктура з нанорозмірними субзернами/зернами істотно зміцнює тонкий поверхневий шар. Зміцнений ВЧУО поверхневий шар може запобігати утворенню екструзій та інтрузій на поверхні зразка за умов циклічного навантаження за рахунок виходу на поверхню стійких смуг ковзання, які є характерною особливістю структуроутворення у металах за умов циклічного навантаження.

В даному дослідженні кілька систем паралельних екструзій та інтрузій різної висоти/глибини, які перетиналися під певними кутами, спостерігалися лише на поверхні вихідних зразків, які не зазнавали попереднього ВЧУО, тоді як вони були відсутні на поверхні після втомних тестів втомних ВЧУО-модифікованих зразків. Це важливий експериментальний результат, оскільки формування нерівномірного мікрорельєфу через утворення екструзій/інтрузій рівноцінне зростанню шерсткості, яка часто є однією з причин зародження втомних тріщин за сприяння концентрації напружень на западини рельєфу і передчасного руйнування [10–12, 25–29, 45, 46].

4. ВИСНОВКИ

Проведені із застосуванням мікроскопічних, дифракційних методів і молекулярно-динамічного моделювання дослідження впливу циклічного навантаження та високочастотного ударного модифікування поверхні за допомогою ультразвукового обладнання на еволюцію мікроструктури та механічні властивості алюмінійового стопу Д16Т дають змогу зробити наступні висновки.

1. Встановлено, що інтенсивна пластична деформація під час високочастотного ударного модифікування поверхні веде до зростання мікротвердості *HV100* поверхні на 46% (1,46 ГПа) та опору втомі на 75% ($9,2 \cdot 10^3$ циклів) зразків стопу Д16Т у порівнянні із вихідним станом, що пов'язане із формуванням ультрадисперсних зерен і напружень стиснення в поверхневому шарі, виявлених за даними аналізу розширення та зміщення рентгенівських дифракційних максимумів.

2. Моделювання методом молекулярної динаміки уможливило виявити особливості зародження та перерозподілу точкових дефектів (вакансій або атом-вакансійних комплексів), дислокацій і смуг ковзання за циклічного розтягу–стиснення нанокристалу алюмінію з ГЦК-структурою зі сферичним включенням. Виявлена локалізація дислокацій і точкових дефектів навколо включення другої фази може бути причиною формування зародкових втомних тріщин на міжфазній межі, що узгоджується з теоретичним Броековим моделюванням.

3. Скупчення дислокацій і точкових дефектів навколо сферичного включення, відшарування матриці вздовж міжфазних меж із частинками другої фази та смуги ковзання різних систем, виявлені в ґратниці алюмінію під час МД-моделювання пластичної деформації, знаходять свої експериментальні підтвердження на іншому масштабі рівні за прямого ТЕМ-спостереження мікроструктури вихідних і модифікованих ВЧУО зразків після циклічного навантаження.

4. За даними експериментальної аналізи мікроструктури та результатами моделювання можливими механізмами утворення зародкових тріщин є скупчення дислокацій і точкових дефектів навколо частинок другої фази з подальшим відшаруванням вздовж міжфазних меж і утворення смуг ковзання, які можуть виходити на поверхню впродовж циклічного навантаження, а формування напружень стиснення в ультрадисперсному поверхневому шарі є тими чинниками, що запобігають розповсюдженню тріщин і передчасному руйнуванню.

5. Одержані результати свідчать, що високочастотне ударне модифікування поверхні за допомогою ультразвукового обладнання може бути ефективно застосоване для підвищення опору втомі стопу

Д16Т в умовах малоциклової втоми із максимальними циклічними напруженнями, близькими до межі плинності.

Роботу виконано за підтримки НАН України (№ держ. реєстрації теми 0123U102368).

ЦИТОВАНА ЛІТЕРАТУРА–REFERENCES

1. G. B. Burger, A. K. Gupta, P. W. Jeffrey, and D. J. Lloyd, *Mater. Characterization*, **35**: 23 (1995).
2. O. Engler and J. Hirsch, *Mater. Sci. Eng. A*, **336**: 249 (2002).
3. R. Prillhofer, G. Rank, J. Berneder, H. Antrekowitsch, P. J. Uggowitz, and S. Pogatscher, *Materials*, **7**: 5047 (2014).
4. V. Vilamosa, A. H. Clausen, T. Børvik, S. R. Skjervold, and O. S. Hopperstad, *Int. J. Impact Eng.*, **86**: 223 (2015).
5. X. H. Xu, Y. L. Deng, S. Q. Chi, and X. B. Guo, *J. Mater. Res. Technol.*, **9**: 230 (2020).
6. A. Khadimallah, J. Petit, N. Hfaiedh, and A. Znaidi, *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, **46**, Iss. 10: 3543 (2023).
7. X. S. Wang, X. W. Guo, X. D. Li, and D. Y. Ge, *Materials*, **7**: 3533 (2014).
8. J. Z. Zhou, J. Li, S. Q. Xu, S. Huang, X. K. Meng, J. Sheng, H. F. Zhang, Y. H. Sun, and A. X. Feng, *Surf. Coat. Technol.*, **345**: 31 (2018).
9. C. A. Rodopoulos, A. Th. Kermanidis, E. Statnikov, V. Vityazev, and O. Korolkov, *J. Mater. Eng. Perform.*, **16**: 30 (2007).
10. E. Zasimchuk, L. Markashova, O. Baskova, T. Turchak, N. Chaurov, V. Hutsaylyuk, and V. Berezin, *J. Mater. Eng. Perform.*, **22**: 3421 (2013).
11. M. Chaurov, J. Brezinova, E. Zasimchuk, P. Maruschak, O. Khyzhun, A. Pylypenko, P. Bazarnik, and J. Brezina, *J. Mater. Eng. Perform.*, **30**: 6235 (2021).
12. B. M. Mordyuk, L. Ya. Rop'yak, V. S. Vytvyts'kyi, N. O. Piskun, and V. Yu. Malinin, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **47**, No. 9: 989 (2025) (in Ukrainian).
13. B. Trembach, I. Trembach, V. Maliuha, S. Knyazev, M. Krbata, O. Kabatskyi, O. Balenko, Y. Zarichniak, M. Brechka, M. Bodak, S. Khabosha, and H. Kniazieva, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, **137**: 4685 (2025).
14. Y. K. Gao, *Mater. Sci. Eng. A*, **528**: 3823 (2011).
15. C. A. Rodopoulos, S. A. Curtis, E. R. de los Rios, and J. Solis Romero, *Int. J. Fatigue*, **26**: 849 (2004).
16. Y. Efe, I. Karademir, F. Husem, E. Maleki, R. Karimbaev, A. Amanov, and O. Unal, *Appl. Surf. Sci.*, **528**: 146922 (2020).
17. B. N. Mordyuk, G. I. Prokopenko, Y. V. Milman, M. O. Iefimov, and A. V. Sameljuk, *Mater. Sci. Eng. A*, **563**: 138 (2013).
18. М. О. Васильєв, Б. М. Мордюк, С. І. Сидоренко, С. М. Волошко, А. П. Бурмак, *Металофіз. новітні технол.*, **37**, № 9: 1269 (2015); M. O. Vasylyev, B. M. Mordyuk, S. I. Sidorenko, S. M. Voloshko, and A. P. Burmak, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **37**, No. 9: 1269 (2015) (in Ukrainian).
19. M. A. Vasylyev, B. N. Mordyuk, S. I. Sidorenko, S. M. Voloshko, and A. P. Burmak, *Surf. Eng.*, **34**: 324 (2018).

20. V. V. Knysh, S. O. Solovei, L. M. Lobanov, O. L. Mikhodui, P. Yu. Volosevich, D. A. Lesyk, A. P. Burmak, and B. N. Mordyuk, *J. Mater. Eng. Perform.*, **33**: 7537 (2024).
21. X. An, C. A. Rodopoulos, E. S. Statnikov, V. N. Vitazev, and O. V. Korolkov, *J. Mater. Eng. Perform.*, **15**: 355 (2006).
22. X. Ma, R. Gao, S. Xu, K. Sun, X. Z. Hu, M. Wang, and J. Li, *J. Mater. Eng. Perform.*, **34**: 6159 (2024).
23. U. Trdan, M. Skarba, and J. Grum, *Mater. Characterization*, **97**: 57 (2014).
24. B. N. Mordyuk and G. I. Prokopenko, *Handbook of Mechanical Nanostructuring* (Ed. M. Aliofkhazraei) (Wiley: 2015), p. 417.
25. L. Wagner, *Mater. Sci. Eng. A*, **263**: 210 (1999).
26. T. Ludian and L. Wagner, *Mater. Sci. Eng. A*, **468–470**: 210 (2007).
27. U. Essmann, U. Gösele, and H. Mughrabi, *Phil. Mag. A*, **44**: 405 (1981).
28. J. Polák, *Crystals*, **13**: 220 (2023).
29. E. Zasimchuk, O. Baskova, O. Gatsenko, and T. Turchak, *J. Mater. Eng. Perform.*, **27**: 4183 (2018).
30. J. Z. Zhou, J. Li, S. Q. Xu, S. Huang, X. K. Meng, J. Sheng, H. F. Zhang, Y. H. Sun, and A. X. Feng, *Surf. Coat. Technol.*, **345**: 31 (2018).
31. Y. Yuan, R. Li, X. Bi, M. Yan, J. Cheng, and J. Gu, *J. Mater. Res. Technol.*, **30**: 1319 (2024).
32. B. N. Mordyuk, A. I. Dekhtyar, D. G. Savvakina, and N. I. Khripta, *J. Mater. Eng. Perform.*, **31**: 5668 (2022).
33. R. X. Zhang, W. D. Zhao, H. Zhang, W. J. Yang, G. X. Wang, Y. L. Dong, and C. Ye, *Int. J. Fatigue*, **153**: 106463 (2021).
34. H. Mughrabi, H. W. Höppel, and M. Kautz, *Scr. Mater.*, **51**: 807 (2004).
35. T. Hanlon, Y.-N. Kwon, and S. Suresh, *Scr. Mater.*, **49**: 675 (2003).
36. S. P. Chenakin, B. N. Mordyuk, and N. I. Khripta, *Vacuum*, **210**: 111889 (2023).
37. S. P. Chenakin, B. M. Mordyuk, N. I. Khripta, and V. Yu. Malinin, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **45**, No. 9: 1109 (2023).
38. H. W. Sheng, M. J. Kramer, A. Cadien, T. Fujita, and M. W. Chen, *Phys. Rev. B*, **83**: 134118 (2011).
39. S. M. Foiles, M. I. Baskes, and M. S. Daw, *Phys. Rev. B*, **33**: 7983 (1986).
40. C. Du, Y. Dai, C. Guan, and H. Hu, *Micromachines*, **12**: 848 (2021).
41. B. M. Mordyuk, V. M. Shyvaniuk, G. S. Mogylnyi, V. I. Bondarchuk, and O. S. Gatsenko, *Prog. Phys. Met.*, **26**, No. 2: 327 (2025).
42. D. Broek, *Eng. Fract. Mech.*, **5**: 55 (1913).
43. O. E. Zasimchuk, M. G. Chausov, B. M. Mordyuk, O. I. Baskova, V. I. Zasimchuk, T. V. Turchak, and O. S. Gatsenko, *Prog. Phys. Met.*, **22**: 619 (2021).
44. B. B. Straumal, B. Baretzky, A. A. Mazilkin, F. Phillipp, O. A. Kogtenkova, M. N. Volkov, and R. Z. Valiev, *Acta Mater.*, **52**: 4469 (2004).
45. T. P. Maslak, S. R. Ignatovych, M. V. Karuskevych, O. M. Karuskevych, and T. V. Turchak, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **46**: 649 (2024).
46. B. N. Mordyuk, G. I. Prokopenko, P. Yu. Volosevych, L. E. Matokhnyuk, A. V. Byalonovich, and T. V. Popova, *Mater. Sci. Eng. A*, **659**: 119 (2016).

PACSnumbers: 06.60.Vz, 46.70.Hg, 62.40.+i, 81.20.Hy, 81.20.Wk, 81.40.Lm, 83.50.Uv

Study of the Stress State in a Wire During Deformation Using a New Combined Technology

A. V. Volokitin, E. A. Panin, and D. N. Lawrynyuk

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

In this article, the influence of a new combined-processing technology of copper wire on the stress state is investigated. This technology consists in deforming the wire in a rotating equal-channel step matrix and subsequent drawing. Deformation modelling is carried out at ambient temperature. To assess the effect of the workpiece twisting degree on the value of average hydrostatic pressure, the matrix-rotation speed is varied within 6, 18, and 30 rpm; the distance between the two deforming tools also is varied within 100, 200, and 300 mm. The simulation results reveal an inverse dependence of the intensity of compressive stresses on the matrix-rotation speed and a direct dependence on the gap magnitude between the deforming tools. Thus, with an increase in the matrix-rotation speed, the level of compressive stresses in all models is decreased by 1.5–2 times, depending on the gap length between the tools. With an increase in the distance between the two deforming tools from 100 to 300 mm, the level of compressive stresses in all models increases by 1.5–2 times, depending on the matrix-rotation speed.

Key words: copper, wire, twisting, drawing, stress state, modelling.

У цій статті досліджується вплив нової комбінованої технології оброблення мідного дроту на напружений стан. Дана технологія полягає в деформуванні дроту в рівноканальній ступінчастій матриці, що обертається, та подальшому волочінні. Моделювання деформації проводилося за темпе-

Corresponding author: Andrey Valerievich Volokitin
E-mail: a.volokitin@tttu.edu.kz

Citation: A. V. Volokitin, E. A. Panin, and D. N. Lawrynyuk, Study of the Stress State in a Wire During Deformation Using a New Combined Technology, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, 47, No. 12: 1355–1364 (2025). DOI: [10.15407/mfint.47.12.1355](https://doi.org/10.15407/mfint.47.12.1355)

© 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>)

ратури навколишнього середовища. Для оцінки впливу ступеня скручування заготовки на величину середнього гідростатичного тиску швидкість обертання матриці змінювалася в межах 6, 18 і 30 об/хв, віддалі між двома деформувальними інструментами також змінювалася в межах 100, 200 і 300 мм. Результати моделювання показали обернену залежність інтенсивності стискальних напружень від швидкості обертання матриці та пряму залежність від величини зазору між деформувальними інструментами. Так, зі збільшенням швидкості обертання матриці рівень стискальних напружень у всіх моделях знижувався в 1,5–2 рази, залежно від довжини зазору між інструментами. У разі збільшення віддалі між двома деформувальними інструментами зі 100 до 300 мм рівень стискальних напружень у всіх моделях зростає в 1,5–2 рази, залежно від швидкості обертання матриці.

Ключові слова: мідь, дріт, скручування, волочіння, напружений стан, моделювання.

(Received 2 April, 2024; in final version, 6 May, 2024)

1. INTRODUCTION

The modern market economy imposes fundamentally new requirements on product quality. Now, the survival of any enterprise and the stable position of its goods and services in the market are determined by the level of competitiveness. Competitiveness is related to two indicators: price and product quality. The competitiveness of a product is understood as a set of qualitative and cost characteristics of a product that meet the specific needs of the buyer at a given time and compare favourably with similar products produced by competitors.

The main way to increase the competitiveness of wire is to introduce innovative developments and technologies into existing production, which will allow producing higher-quality wire at lower costs [1–5]. Therefore, the current steadily growing demand for high-quality wire requires wire manufacturers to take a new approach to further development and improvement of drawing technology.

The need to develop and introduce into production innovative technologies for the manufacture of wire with high strength and plastic properties determines the relevance of this study.

A good option may be the principle of deformation combination, when, as a result of combining two processes, it becomes possible to increase the plastic characteristics of the metal [6–10]. It is known from the practice of metal forming that the application of the alternating strains makes it possible to increase the plastic resource of metals due to the grain reorientation, the appearance of new sliding planes and a decrease in energy along grain boundaries. This mechanism is because the dislocation structure formed under a certain deformation pattern

is disrupted when the deformation pattern changes. Such deformation treatment does not reduce the dislocation density in the metal, but by redistributing them, it changes the dislocation structure. The involvement of additional sliding planes shifts the moment of complete embrittlement to the area of increased total compression. As a result, the yield strength decreases and the wire ductility increases. This is because plasticity and deformability are largely determined by the density and distribution of crystalline structural defects (mainly dislocations) in the metal volume, which accumulate during progressive deformation. Therefore, it is necessary to create such deformation conditions so that local peak stresses are always removed, even before the crack originates.

Nanostructuring processes are one of the most progressive ways to improve the complex of mechanical properties of structural materials, allowing significant modification of the properties of alloys without changing the chemical composition [11–17]. However, the unique combination of particularly high strength and at the same time sufficient plasticity of ultrafine-grained materials requires a unique development of methods for their production. Therefore, many scientists have been trying for a long time to combine traditional drawing with methods of severe plastic deformation, which make it possible to obtain an ultrafine-grained and nanostructure [18–22].

One of these combined technologies is a technology that combines ECAP and traditional drawing (ECAP-drawing) [23–25]. The deformation technology being developed in this article represents a further development of the combined ‘ECAP-drawing’ process. In this technology, the key feature is the rotating ECA matrix. Due to this, the workpiece, in addition to deformation at the stages of ECAP and drawing, receives a certain increase in deformation due to twisting in the gap between two deforming tools.

The practical significance of the study lies in the possibility of introducing improved technology into existing drawing mills by simply adding one node, without significant changes in the mill design or deformation technology.

2. EXPERIMENTAL

The possibility of implementing combined loading using traditional drawing was studied using computer modelling. The study was conducted using the DEFORM-3D software package, which takes into account sufficient resources to solve the tasks and a user-friendly interface that allows you to output data in the form of graphs and images with high computational accuracy.

Consideration of the stress state is important in the study of any deformation technology. From the point of view of the processed materi-

al, the study of the stress state allows to assess the resulting stress distribution over the entire workpiece volume and make the necessary adjustments to obtain the most optimal distribution picture (for example, to reduce the level of tensile stresses and increase the proportion of compression stresses). From the perspective of a deforming tool, the study of the stress state allows to assess the overall stress level that occurs and identify the possibility of equipment failure due to violation of strength conditions.

In addition, in this case, it is necessary to take into account the non-cumulative nature of all stress state parameters. Unlike the strain state, stress parameters tend to reset after the load is removed. Therefore, the most appropriate way to study the stress state is to consider the workpiece at the time of simultaneous deformation in both tools. This will allow examining in detail the patterns of stress distribution both in the deformation zones and in the gap between the tools. In this case, the most advantageous position is the longitudinal section of the workpiece, which allows to consider the stresses that arise both in the transverse direction (in height) of the workpiece and in the longitudinal direction (in length).

The deformation speed v_1 applied to the front end of the workpiece and equal to 500 mm/s was taken as the initial parameter. In the fibre, the initial diameter of 7 mm is reduced to 6 mm. In accordance with the law of constancy of second volumes, the velocity v_{0-1} will be equal to 367 mm/s. The velocity v_0 applied to the rear end of the workpiece is 280 mm/s. At the same time, it was decided to vary the value of the angular velocity of rotation of the matrix in order to assess the effect of the workpiece twisting level on the stress state. The following values of the matrix-rotation speed were set: 6, 18, 30 rpm. A geometric parameter the distance between two deforming tools was also varied. This variation was designed to evaluate the distribution of workpiece twisting intensity in the interval between tools with unchanged kinematic parameters. The following values of the distance between the matrix and the drawing die were set: 100, 200, 300 mm.

3. RESULTS AND DISCUSSION

Figure 1 shows the patterns of stress distribution in the workpiece section with a distance between the matrix and the drawing die of 100 mm at different matrix-rotation speeds.

Comparing the obtained results, it can be noted that the stress distribution is quite identical both in the deformation zones and in the gap between the instruments. At all matrix-rotation speeds, an absolutely identical pattern is formed in the ECAP deformation zone, both in terms of the nature of the stress distribution and their values. This is because the influence of the matrix-rotation speed in this defor-

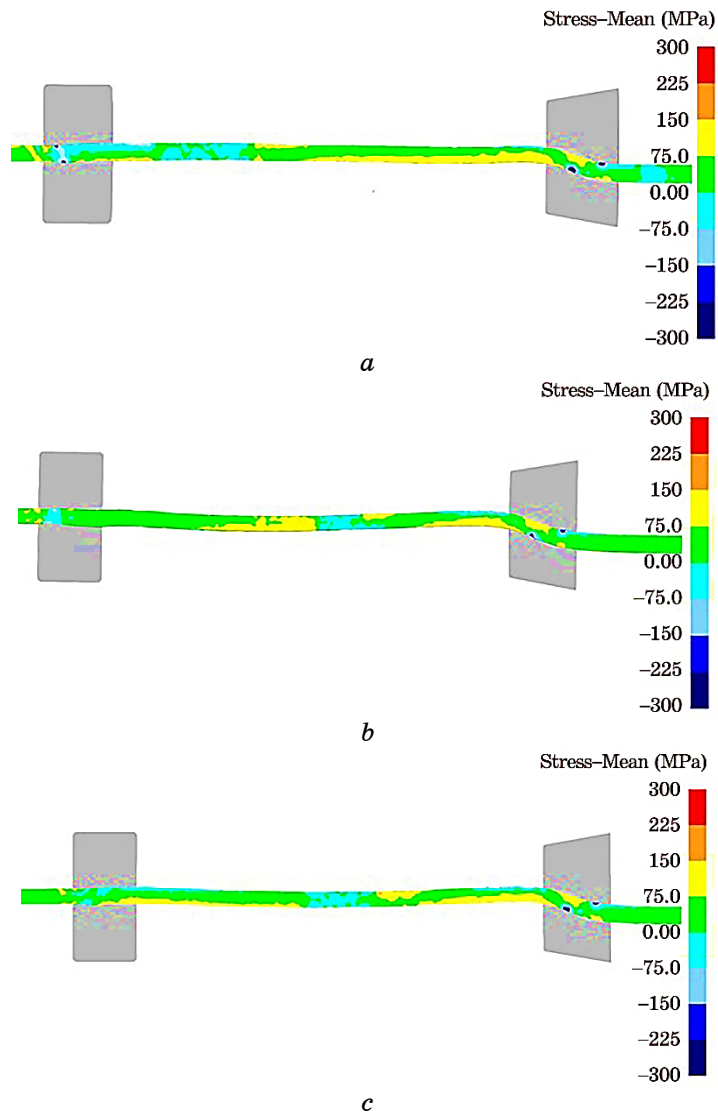


Fig. 1. Stress distribution in the workpiece section with a distance between the matrix and the drawing die of 100 mm at different matrix-rotation speeds: 6 rpm (*a*), 18 rpm (*b*), 30 rpm (*c*).

mation zone is practically absent due to the free rear end of the workpiece, which rotates with the matrix.

Due to the presence of tension in the matrix, only small areas of contact between the workpiece and the tool occur, compressive stresses in the range of -230 – -250 MPa occur in these zones. Zones of tensile

stresses in the range of 80–100 MPa are created in opposite sections.

In the interval between the tools, the stress values are also approximately the same, namely, in the stretching zones, the stress level is of 60–80 MPa, and in the compression zones, the stress level is of –20––50 MPa. The main difference here is the nature of the distribution of tensile and compressive stresses, which is the result of the influence of the matrix-rotation speed. Comparing all three pictures in Fig. 1, it can be noted that, with an increase in the matrix-rotation speed in the considered interval between the tools, a stress distribution along a helical line is observed, whereas at a speed of 6 rpm this distribution is almost linear in length.

The first serious differences in the models are observed in the drawing deformation zone, which is associated with a change in the matrix-rotation speed, which, in turn, has a direct effect on the workpiece twisting intensity in the interval between tools. With an insignificant rotation speed of the ECA matrix of 6 rpm, the drawing deformation focus differs little from the classical focus, when compressive stresses prevail in the contact zone of the workpiece and the drawing (under these conditions, their level is approximately of –140––150 MPa). With an increase in the rotation speed of the ECA matrix, the level of twisting of the workpiece increases, as a result of which the level of compressive stresses decreases. This phenomenon is a well-known fact, when the torsion factor reduces energy costs during drawing [4]. As a result, at a matrix-rotation speed of 18 rpm, the level of compressive stresses in the drawing deformation zone is approximately of –100––120 MPa, and at a matrix-rotation speed of 30 rpm, the level of compressive stresses is approximately of –60––70 MPa.

Figure 2 shows the patterns of stress distribution in the workpiece section with a distance between the matrix and the drawing die of 200 mm at different matrix-rotation speeds.

An increase in the gap between deforming tools has practically no effect on the parameters of the stress state in the ECAP deformation zone and in the gap between the tools. For all values of the matrix fusion rates, patterns similar to the previously considered models in Fig. 1 are observed in these zones. Significant differences are observed only in the drawing deformation zone. Here, the inverse dependence of the intensity of compressive stresses on the matrix-rotation speed is preserved. However, a comparison of two groups of models with different values of the gaps between the tools revealed a direct relationship of this parameter with the intensity of compressive stresses—in all three models, the level of compressive stresses in the drawing area had increased of 25–35%. Despite the fact that increasing the matrix-rotation speed reduces stresses, the overall increase is associated with an increase in the total working of the metal along the section, *i.e.*, with its hardening due to longer workpiece twisting.

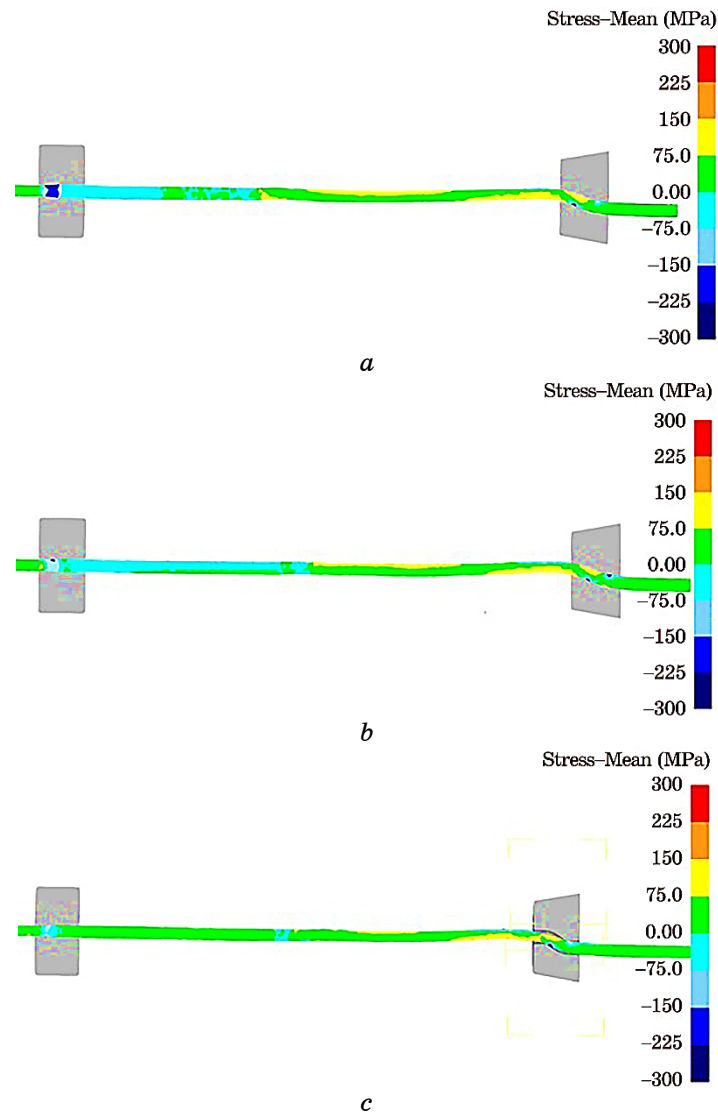


Fig. 2. Stress distribution in the workpiece section with a distance between the matrix and the drawing die of 200 mm at different matrix-rotation speeds: 6 rpm (*a*), 18 rpm (*b*), 30 rpm (*c*).

Figure 3 shows the patterns of stress distribution in the workpiece section with a distance between the matrix and the drawing die of 300 mm at different matrix-rotation speeds.

A further increase in the gap between the instruments from 200 to 300 mm preserves the previously identified dependences. There is still

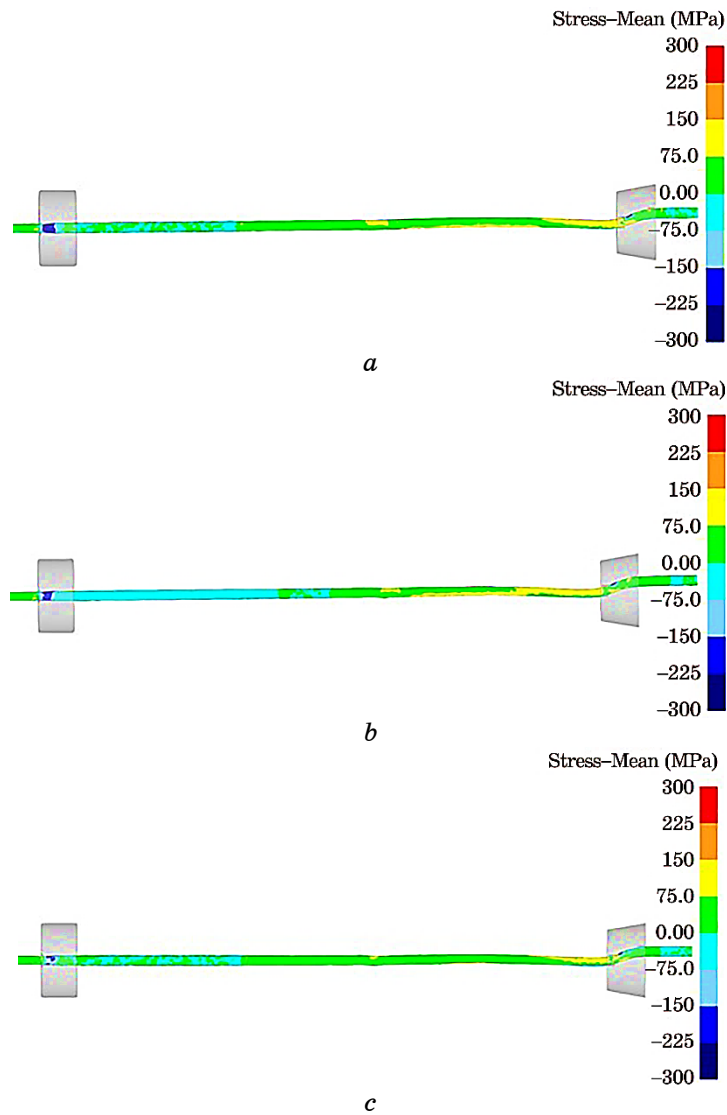


Fig. 3. Stress distribution in the workpiece section with a distance between the matrix and the drawing die of 300 mm at different matrix-rotation speeds: 6 rpm (a), 18 rpm (b), 30 rpm (c).

an inverse dependence of the intensity of compressive stresses on the matrix-rotation speed and a direct dependence of the intensity of compressive stresses on the magnitude of the gap values.

Since the differences in all the considered models were revealed only at the drawing stage, for this zone, all the stress values obtained were

TABLE 1. Stresses in the drawing area, MPa.

Parameter	6 rpm	18 rpm	30 rpm
100 mm	–140–150	–100–120	–60–70
200 mm	–160–170	–120–140	–90–110
300 mm	–220–240	–160–180	–140–160

summarized in Table 1.

4. CONCLUSION

In this article, the stress state is considered during the implementation of a new combined technology for copper wire processing. The key feature of the new technology is the wire deformation in a rotating equal-channel step matrix and subsequent drawing. The analysis results of the average hydrostatic pressure revealed an inverse dependence of the compressive stresses intensity on the matrix-rotation speed and a direct dependence on the gap magnitude between the deforming tools. Thus, with an increase in the matrix-rotation speed, the level of compressive stresses in all models decreased by 1.5–2 times, depending on the gap length between the tools. With an increase in the distance between the two deforming tools from 100 to 300 mm, the level of compressive stresses in all models increases by 1.5–2 times, depending on the matrix-rotation speed.

This research is funded by the Science Committee of the Ministry of Science and Higher Education of the Republic of Kazakhstan (Grant No. AP19676903).

REFERENCES

1. M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, and T. G. Langdon, *Mater. Sci. Eng.*, **324**: 82 (2002).
2. I. E. Volokitina, A. V. Volokitin, M. A. Latypova, V. V. Chigirinsky, and A. S. Kolesnikov, *Prog. Phys. Met.*, **24**, No. 1: 132 (2023).
3. I. Volokitina, A. Volokitin, and D. Kuis, *J. Chem. Technol. Metall.*, **56**: 643 (2021).
4. A. Bychkov and A. Kolesnikov, *Metallogr., Microstruct., Anal.*, **12**: 564 (2023).
5. T. G. Langdon, *Rev. Adv. Mater. Sci.*, **13**: 6 (2006).
6. A. Javaid and F. Czerwinski, *J. Magnesium Alloys*, **9**, Iss. 2: 362 (2021).
7. X. L. Wu, P. Jiang, and L. Chen, *Mater. Res. Lett.*, **2**, Iss. 4: 185 (2014).
8. G. I. Raab, D. V. Gunderov, L. N. Shafigullin, Yu. M. Podrezov, M. I. Danylenko, N. K. Tsenev, R. N. Bakhtizin, G. N. Aleshin, and A. G. Raab,

- Mater. Phys. Mech.*, **3**, No. 24: 242 (2015).
9. M. Kawasaki, B. Ahn, H. J. Lee, A. P. Zhilyaev, and T. G. Langdon, *J. Mater. Res.*, **31**: 88 (2015).
 10. A. Naizabekov and E. Panin, *J. Mater. Eng. Perform.*, **28**: 1762 (2019).
 11. I. E. Volokitina, A. V. Volokitin, and E. A. Panin, *Prog. Phys. Met.*, **23**, No. 4: 684 (2022).
 12. A. Denissova, Y. Kuatbay, and Y. Liseitsev, *Case Studies in Construction Materials*, **19**: e02346 (2023).
 13. K. Muszka, M. Wielgus, J. Majta, K. Doniec, and M. Stefanska-Kacziela, *Mater. Sci. Forum*, **654**: 314 (2010).
 14. S. P. Galkin, *Steel in Translation*, **44**, No. 1: 61 (2014).
 15. I. E. Volokitina, *Prog. Phys. Met.*, **24**: No. 3: 593 (2023).
 16. I. E. Volokitina, *Met. Sci. Heat Treat.*, **63**, No. 3: 163 (2021).
 17. A. Volokitin, I. Volokitina, and E. Panin, *Metallogr., Microstruct., Anal.*, **11**, No. 4: 673 (2022).
 18. N. Zhangabay, I. Baidilla, A. Tagybayev, Y. Anarbayev, and P. Kozlov, *Case Studies in Construction Materials*, **18**: e02161 (2023).
 19. M. Kwapisz, M. Knapiński, H. Dyja, and K. Laber, *Arch. Metall. Mater.*, **56**: 487 (2011).
 20. M. Hawryluk, J. Ziemba, and P. Sadowski, *Meas. Control*, **50**, Iss. 3: 74 (2017).
 21. M. V. Chukin and D. G. Emaleeva, Proektirovanie Instrumenta Dlya Ravnokanal'noj Uglovoj Prot'yazhki Provoloki [Designing a Tool for Equal Channel Angular Wire Drawing], *News of TulGU. Technical Sciences* (2014) (in Russian).
 22. M. Duchek, T. Kubina, J. Hodek, and J. Dlouhy, *Materials and Technology*, **4**: 515 (2013).
 23. I. E. Volokitina and A. V. Volokitin, *Metallurgist*, **67**: 232 (2023).
 24. E. Panin, T. Fedorova, D. Lawrinuk, A. Kolesnikov, A. Yerzhanov, Z. Gelmanova, and Y. Liseitsev, *Case Studies in Construction Materials*, **19**: e02609 (2023).
 25. B. Sapargaliyeva, A. Agabekova, G. Ulyeva, A. Yerzhanov, and P. Kozlov, *Case Studies in Construction Materials*, **18**: e02162 (2023).