

Национальная  
академия наук  
Украины  
Донецкий физико-  
технический  
институт  
им. А.А. Галкина



# Физика и Техника Высоких Давлений

НАУЧНЫЙ ЖУРНАЛ  
ОСНОВАН В ЯНВАРЕ 1991 г.  
ВЫХОДИТ РАЗ В ТРИ МЕСЯЦА

том 22  
**4** 2012

## Содержание

Решение XII Международной конференции «Высокие давления – 2012. Фундаментальные и прикладные аспекты» .....	7
<i>БЕЙГЕЛЬЗИМЕР Я.Е., ЛАВРИНЕНКО Н.М.</i> Идеальная пластичность металлов при простом сдвиге: геометрический подход .....	10
<i>ГРЕЧНЕВ Г.Е., ПАНФИЛОВ А.С., ДЕСНЕНКО В.А., ФЕДОРЧЕНКО А.В., ГНАТЧЕНКО И.Л., ЦУРКАН В., ЧАРЕЕВ Д.А., КОЗЛЯКОВА Е.С., ВОЛКОВА О.С., ВАСИЛЬЕВ А.Н.</i> Влияние давления на электронную структуру и магнитные свойства сверхпроводников FeSe(Te) .....	28
<i>ПЕТРОВИЧ Д., ЧАБАРКАПА О., БУРЖИЧ Ж., СТОПИЧ С.</i> Численный анализ деформированных и напряженных состояний в уплотнительных элементах .....	39
<i>ПОДРЕЗОВ Ю.Н., ДАНИЛЕНКО В.И.</i> Феноменология модуля пластичности сильнодеформированных материалов .....	47

<i>НИКОЛАЕНКО Ю.М., КУЗОВЛЕВ Ю.Е., МЕДВЕДЕВ Ю.В., МУХИН А.Б., ПРУДНИКОВ А.М.</i> Теплопроводность многослойной пленочной структуры на основе $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$ .....	61
<i>ТРУХАНОВ А.В., КОЗЛЕНКО Д.П., ЧАН Т.А., ТРУХАНОВ С.В., КИЧАНОВ С.Е., ВАСИЛЬЕВ А.Н.</i> Исследование кристаллической и магнитной структур манганита $\text{Pr}_{0.7}\text{Ba}_{0.3}\text{MnO}_3$ под высоким давлением .....	70
<i>СИТДИКОВ В.Д., АЛЕКСАНДРОВ И.В., ИСЛАМГАЛИЕВ Р.К.</i> Рентгеноструктурный анализ сплава Ti Grade 4, подвергнутого РКУП-К .....	77
<i>ДЕХТЯР А.И., МОИСЕЕВА И.В., НЕВДАЧА В.В., САВВАКИН Д.Г.</i> Структурно-фазовые превращения и механические свойства титановых сплавов, полученных методом порошковой металлургии, после горячего изостатического прессования .....	90
<i>КОРШУНОВ А.И., СМОЛЯКОВ А.А., КРАВЧЕНКО Т.Н., КОРОТЧЕНКОВА И.В., КАГАНОВА И.И.</i> Механические свойства титанового сплава Ti–6Al–4V ELI после РКУП и комплексной термомеханической обработки .....	103
<i>БЕРЕЗИНА А.Л., МОНАСТЫРСКАЯ Т.А., ДАВИДЕНКО А.А., СПУСКАНЮК В.З., ГАНГАЛО А.Н., КОТКО А.В.</i> Влияние термомеханической обработки на структуру и свойства сплава Al–Mg–Si .....	111
<i>АВТОРСКИЙ УКАЗАТЕЛЬ ЗА 2012 ГОД</i> .....	121

# Contents

Resolution of the XII International Conference «High Pressure – 2012. Fundamental and Applied Aspects» .....	7
<i>BEYGELZIMER Y., LAVRINENKO N.</i> Perfect plasticity of metals under simple shear: geometrical approach .....	10
<i>GRECHNEV G.E., PANFILOV A.S., DESNENKO V.A., FEDORCHEN- KO A.V., ZHURAVLEVA I.P., GNATCHENKO S.L., TSURKAN V., CHAREEV D.A., KOZLYAKOVA E.S., VOLKOVA O.S., VASILIEV A.N.</i> Pressure effects on electronic structure and magnetic properties of the FeSe(Te) superconductors .....	28
<i>PETROVIĆ D., ČABARKAPA O., BURZIĆ Z., STOPIC S.</i> Numerical analysis of the states of deformation and stress in the sealing elements .....	39
<i>PODREZOV YU.N., DANILENKO V.I.</i> Phenomenology of the modulus of plasticity in strongly deformed materials .....	47

<i>NIKOLAENKO Yu.M., KUZOVLEV Yu.E., MEDVEDEV Yu.V., MUKHIN A.B., PRUDNIKOV A.M.</i> Thermal conductance of multilayer film structure on the basis of $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$ .....	61
<i>TRUKHANOV A.V., KOZLENKO D.P., CHAN T.A., TRUKHANOV S.V., KICHANOV S.E., VASILIEV A.N.</i> The crystal and magnetic structure investigation of the $\text{Pr}_{0.7}\text{Ba}_{0.3}\text{MnO}_3$ manganite under high pressure .....	70
<i>SITDIKOV V.D., ALEXANDROV I.V., ISLAMGALIEV R.K.</i> X-ray structure analysis of the Ti Grade 4 alloy subjected to ECAP-C .....	77
<i>DEKHTYAR A.I., MOISEYEVA I.V., NEVDACHA V.V., SAVVAKIN D.G.</i> Structure and phase transitions and mechanical properties of titanium alloys obtained by powder metallurgy after hot isostatic pressing .....	90
<i>KORSHUNOV A.I., SMOLIAKOV A.A., KRAVCHENKO T.N., KOROTCHENKOVA I.V., KAGANOVA I.I.</i> Mechanical properties of the Ti–6Al–4V ELI titanium alloy after ECAP and complex thermomechanical treatment .....	103
<i>BEREZINA A.L., MONASTYRSKA T.O., DAVYDENKO O.A., SPUSKANYUK V.Z., GANGALO O.M., KOTKO A.V.</i> Effect of thermomechanical treatment on structure and properties of the Al–Mg–Si alloy .....	111
<i>AUTHOR'S INDEX 2012</i> .....	121



## Зміст

Рішення XII Міжнародної конференції «Високий тиск – 2012. Фундаментальні та прикладні аспекти» .....	7
<i>БЕЙГЕЛЬЗІМЕР Я.Ю., ЛАВРІНЕНКО Н.М.</i> Ідеальна пластичність металів при простому зсуві: геометричний підхід .....	10
<i>ГРЕЧНЄВ Г.Є., ПАНФІЛОВ А.С., ДЕСНЕНКО В.О., ФЕДОРЧЕНКО О.В., ЖУРАВЛЬОВА І.П., ГНАТЧЕНКО С.Л., ЦУРКАН В., ЧАРЄЄВ Д.О., ВОЛКОВА О.С., ВАСИЛЬЄВ О.М.</i> Вплив тиску на електронну структуру й магнітні властивості надпровідників FeSe(Te) .....	28
<i>ПЕТРОВИЧ Д., ЧАБАРКАПА О., БУРЖИЧ Ж., СТОПИЧ С.</i> Чисельний аналіз деформованих і напружених станів в ущільнювальних елементах .....	39
<i>ПОДРЕЗОВ Ю.М., ДАНИЛЕНКО В.І.</i> Феноменологія модуля пластичності сильнодеформованих матеріалів .....	47

<i>НИКОЛАЄНКО Ю.М., КУЗОВЛЬОВ Ю.Є., МЕДВЕДЄВ Ю.В., МУХІН О.Б., ПРУДНІКОВ А.М.</i> Теплопровідність багатошарової плівкової структури на основі $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$ .....	61
<i>ТРУХАНОВ А.В., КОЗЛЕНКО Д.П., ЧАН Т.А., ТРУХАНОВ С.В., КИЧАНОВ С.Є., ВАСИЛЬЄВ А.Н.</i> Дослідження кристалічної та магнітної структур манганіту $\text{Pr}_{0.7}\text{Ba}_{0.3}\text{MnO}_3$ під високим тиском .....	70
<i>СИТДИКОВ В.Д., АЛЕКСАНДРОВ І.В., ІСЛАМГАЛІЄВ Р.К.</i> Рентгеноструктурний аналіз сплаву Ti Grade 4, підданого РККП-К .....	77
<i>ДЕХТЯР О.І., МОІСЕСВА І.В., НЕВДАЧА В.В., САВВАКІН Д.Г.</i> Структурно-фазові перетворення та механічні властивості титанових сплавів, отриманих методом порошкової металургії, після гарячого ізостатичного пресування .....	90
<i>КОРШУНОВ О.І., СМОЛЯКОВ А.А., КРАВЧЕНКО Т.М., КОРОТЧЕНКОВА І.В., КАГАНОВА І.І.</i> Механічні властивості титанового сплаву Ti-6Al-4V ELI після РККП і комплексної термомеханічної обробки .....	103
<i>БЕРЕЗІНА А.Л., МОНАСТИРСЬКА Т.О., ДАВИДЕНКО О.А., СПУСКАНЮК В.З., ГАНГАЛО О.М., КОТКО А.В.</i> Вплив термомеханічної обробки на структуру та властивості сплаву Al-Mg-Si.....	111
<i>АВТОРСЬКИЙ ПОКАЖЧИК ЗА 2012 РІК</i> .....	121

**РЕШЕНИЕ  
XII МЕЖДУНАРОДНОЙ КОНФЕРЕНЦИИ  
«ВЫСОКИЕ ДАВЛЕНИЯ – 2012.  
ФУНДАМЕНТАЛЬНЫЕ И ПРИКЛАДНЫЕ АСПЕКТЫ»**

С 23 по 27 сентября 2012 г. в туристско-оздоровительном комплексе «Судак» г. Судак АР Крым проходила XII Международная конференция «Высокие давления – 2012. Фундаментальные и прикладные аспекты».

В конференции приняли участие 115 ученых из Украины (73), России (41), Польши (1). Сделано 11 пленарных докладов, 34 секционных звуковых и 77 стендовых. Работа проходила в рамках 3 секций звуковых и стендовых докладов:

- физические свойства твердых тел под давлением;
- интенсивные пластические деформации;
- технологии обработки давлением перспективных материалов.

На конференции были представлены новые результаты исследования влияния высоких давлений в сочетании с другими воздействиями (тепловыми, деформационными, электрическими, магнитными и ударно-волновыми) на структуру и физико-механические свойства металлов, сплавов, полимеров, керамики.

Предложены новые подходы к рассмотрению больших пластических деформаций, основанные на симметрии геометрических преобразований, энергетических принципах, мезоскопических явлениях, ведущих к образованию новых дефектов. Особый интерес вызывают исследования структуры границ зерен в объемных наноструктурных материалах (ОНМ), полученных методами интенсивной пластической деформации (ИПД). Эти исследования являются основой зернограницной инженерии ОНМ для повышения их свойств.

Возрастает интерес к разработке способов направленного формирования ориентационного порядка в полимерных материалах при реализации ИПД, созданию с использованием ИПД полимерных материалов с повышенными деформационно-прочностными характеристиками, низкой анизотропией свойств и особыми функциональными свойствами. Рассмотрено влияние напряженно-деформированного состояния, задаваемого маршрутом деформи-

рования при равноканальной многоугловой экструзии на структуру и свойства кристаллизующихся полимеров. Показана возможность формирования в обработанных ИПД кристаллизующихся полимерах инварного эффекта.

Ведутся широкие исследования влияния высоких давлений на электронный и ионный перенос в многокомпонентных кристаллических и стеклообразных халькогенидных системах. Значительное влияние уделяется изучению свойств углеродных материалов (графита, нанотрубок, фуллерена, графена).

Существенно расширился спектр работ по исследованию физических свойств твердого тела под давлением. Впервые на конференции прозвучали доклады, посвященные изучению влияния сверхвысоких давлений на электронное состояние и магнитные свойства материалов. Такого рода исследования имеют общезначимое значение.

Большое число докладов посвящено практическому применению результатов исследований, выполненных по ИПД титана, титановых и алюминиевых сплавов. В частности, приводились примеры промышленного получения наноструктурного титана для медицины.

Сохранена и приумножена география представительства докладов. Со времени прошлой конференции возросло число работ молодых ученых. Расширен спектр физических методов исследований, использования их при получении наноматериалов. Обсуждены доклады о развитии аналитических методов электронной микроскопии, в том числе прямого разрешения, методов получения наноматериалов, например, криогенной деформацией, нанокристаллизацией аморфных сплавов и др.

Участники конференции отметили хорошую организацию как в части проведения самой конференции, так и в отношении проживания, питания, обеспечения общения ученых. Также ими было отмечено участие различных физических школ, увеличение количества молодых ученых, возросшее число докладов, выполненных в рамках кооперации ученых разных институтов и организаций как в Украине, так и в России.

#### **Участники конференции пришли к следующему**

– В рамках обсуждения результатов необходимо сосредоточиться на фундаментальных аспектах ИПД, механизмах пластической деформации наноматериалов, влиянии полученных структур на физические свойства материалов, а также на таких направлениях, как: методы получения нано- и субмикроструктурных материалов конструкционного и функционального назначения, механика материалов, обеспечение баланса механических характеристик для более эффективного применения наноматериалов, расширение областей их использования.

– В части фундаментальных теоретических и экспериментальных работ направить усилия на распространение представлений об ИПД на разных масштабных уровнях и тем самым на создание общей картины эволюции структуры в условиях ИПД.

– Наиболее актуальными остаются такие области исследований: вопросы механики материалов при ИПД; массоперенос и аномальная диффузия при ИПД; комбинирование ИПД и традиционных методов обработки материалов давлением; многофункциональные и эксплуатационные свойства наноматериалов, полученных методами ИПД.

– На конференции представлены работы по технике эксперимента, в которых отражена тенденция к использованию различных физических методов исследования под давлением: магнитных, резистивных, оптических, резонансных, мессбауэровских и др. Однако этот аспект отражен пока недостаточно. Необходимы обзорные доклады по технике эксперимента.

– Для практической реализации целесообразно продолжить и активизировать исследования с целью создания новых методов обработки и технологий, а также развития традиционных методов для повышения их эффективности, уменьшения себестоимости продукции. Привлекать к участию в работе конференции конструкторов и разработчиков новой техники высокого давления, промышленников и потенциальных инвесторов.

– На следующих конференциях предлагается увеличить количество приглашенных докладов по перспективным направлениям физики и техники высоких давлений, применению современных материалов и методов их обработки в различных отраслях техники. Ввести короткие доклады (2–3 слайда) для молодых участников звуковой сессии.

– Конференция считает необходимым предпринять шаги по включению журнала «Физика и техника высоких давлений» в перечень ВАК России и информационные системы, связанные с индексом цитирования.

Участники конференции выразили также желание и заинтересованность в подготовке Международной конференции по наноструктурным материалам (Nano 2014) в МГУ, Москва.

PACS: 62.20.Fe

Y. Beygelzimer<sup>1</sup>, N. Lavrinenko<sup>2</sup>

## PERFECT PLASTICITY OF METALS UNDER SIMPLE SHEAR: GEOMETRICAL APPROACH

<sup>1</sup>Donetsk Institute for Physics and Engineering named after O.O. Galkin of the National Academy of Sciences of Ukraine  
72, R. Luxemburg St., Donetsk, 83114, Ukraine

<sup>2</sup>Scientific and Technologic Center «Reactivelectron» of the National Academy of Sciences of Ukraine  
17a, Bakinskih komisariv St., Donetsk, 83049, Ukraine

Received September 21, 2012

*A mechanism of perfect plasticity is suggested that implies the phenomenon under study to be of critical nature. We consider that it is related to percolation transition in the net of grain boundaries and with nonlocal interaction of fragments uniquely under simple shear. Our point of view is substantiated by general reasoning, mainly of geometrical character, and also by employing computational modeling and well-known experimental results.*

*The main hypothesis is: a collective deformation mode presents in metals under pressure, starting from a definite value of simple shear  $\gamma_c$ . The consequences are saturation at strengthening and anomalous fast mass transfer. The mentioned mode is determined by slipping along high-angle boundaries, being composed by rotations of microscopic blocks of the material subjected to small cyclic elastic and plastic deformations. This deformation mechanism is a characteristic of simple shear under pressure, being not realized at elongation scheme of deformation. When  $\gamma < \gamma_c$ , deformation of metallic materials by simple shear follows the same mechanisms as in the case of elongation. Here both deformation modes have almost equivalent effect on metals with respect to deformation strengthening and grain refinement.*

*Thus, the following viewpoint is substantiated in the paper: simple shear under pressure is a two-stage process. The first stage ( $\gamma < \gamma_c$ ) is equivalent to elongation and the second stage ( $\gamma > \gamma_c$ ) is not.*

**Keywords:** perfect plasticity, simple shear mode, percolation, couple stress, piecewise isometric transformation

### 1. Introduction

At the present time it is reliably established that under sufficiently large deformation of metals under simple shear mode and low homological temperatures, the stage of perfect plasticity comes. That is, the shear stress reaches some fixed level of saturation and does not increase any more during simple shear loading.

P. Bridgeman was one of the first to reveal abnormally low hardening under large strain in his classical high pressure torsion experiments [1]. Later, multiple investigations (see, for example, [2,3]) confirmed that torsion test diagram exhibits saturation. Finally, most convincingly perfect plasticity was detected in recent investigations of high pressure torsion [4–7]. These studies did not only show that torque was constant under given intensive shear strain, but also detected that the microstructure of a specimen remained the same.

Perfect plasticity under large deformations indicates that qualitatively new state of metals is observed. Hence, similarly to superplasticity, superfluidity, and superconductivity, this phenomenon is of fundamental interest. It was the flow of solid bodies «like liquids» that impressed A. Treska the most in his historically pioneering investigations of plastic deformations [8]. However, situation developed in such a way that «perfect plasticity» for a long time remained just a mathematical model for the scientists, while attention was attracted to elastoplastic transition.

In connection with perfect plasticity phenomenon, two questions arise: what causes it and whether it can be observed not only during deformation according to simple shear scheme, but also under other schemes of loading?

There are no definitive answers on the posed questions hitherto. So, basing on the results of experiments performed, P. Bridgeman supposed that abnormally low hardening occurs only under simple shear deformation scheme. In order to justify this idea, he suggested an idealized nuclear model for metal deformation. The model illustrated fundamental difference between the simple shear scheme and the stretching one [1]. The author [9] also considered that loading scheme affects structure and characteristics of metals under large deformations.

On the other hand, according to [4], experimental results persuasively show that, no matter what the deformation mode is, evolution of metal structure mainly follows universal regularities. These regularities were established in [10] and [11]. That is the reason why the authors suggest that perfect plasticity phenomenon should be common for different loading modes though it was experimentally proved only during high pressure torsion. The problem was to achieve large deformations under other loading schemes. This point of view is shared by authors of [5–7].

In this article, we suggest a mechanism of perfect plasticity under low homological temperatures. According to this mechanism, the phenomenon under study is of critical nature. We suppose that it is connected with percolation transition in the net of grain boundaries and with nonlocal interaction of fragments uniquely under simple shear. Our point of view is substantiated by general reasoning, mainly of geometrical character, and also by employing computational modeling and well-known experimental results.

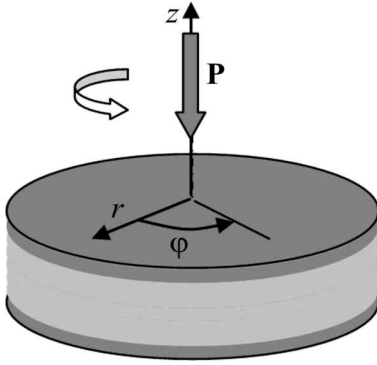
The article develops concepts [12–15], which are based on the hypothesis of the first author that during large deformations according to simple shear scheme turbulent flows in metals occur.

## 2. Symmetry of simple shear and its relation with perfect plasticity

Simple shear is given by:

$$\begin{aligned} x^1 &= X^1 + \gamma X^2, \\ x^2 &= X^2, \\ x^3 &= X^3, \end{aligned} \quad (1)$$

where  $X^i$  and  $x^i$  are correspondingly initial and final coordinates of material point ( $i = 1, 2, 3$ );  $\gamma$  is shear strain;  $X^2 = 0$  gives a plane of shear deformation and the direction of shear coincides with the  $X^1$  axis.



**Fig. 1.** Deformation scheme for a specimen material layer clamped between two rigid anvils

We will show if the pressure remains constant under simple shear of the material, this material is necessarily perfectly plastic.

Let us perform a thought experiment. Imagine a round disk of deformed specimen that is clamped between two rigid anvils, the upper of which is being twisted and the lower one is fixed (Fig. 1). There is no slipping between the anvils and the specimen. In cylindrical coordinates system  $(r, \varphi, z)$ , the velocity field with the following components is realized:  $V_r = V_z = 0$ ,  $V_\varphi = rz\omega$ , where  $\omega = \dot{\varphi} = \text{const}$ , and the dot over  $\varphi$  means time derivative.

Under such conditions, simple shear deformation occurs at any moment of time in a small neighborhood of any point of the disk. The stressed state is described with tangent stress  $\tau$  and pressure  $p$ .

From dimensional considerations, it appears that  $p(r, \gamma) = \sigma(\gamma)f(r, \gamma)$ , where  $\sigma(\gamma)$  is the flow stress of the deformed material,  $f(r, \gamma)$  is a dimensionless function of the shear strain  $\gamma$  and the distance between the point and the  $z$  axis. Relation between the anvils pressing force  $P$  and  $p(r, \gamma)$  is given by:

$$P(\geq) = \int_S p(r, \gamma) dS = 2\pi\sigma(\gamma) \int_0^R f(r, \gamma) r dr, \quad (2)$$

where  $R$  is the disc radius.

Let us consider the system for two shear strain values  $\gamma_1$  and  $\gamma_2$ . As the system is symmetric with respect to the rotation about axis  $z$  (see Fig. 1), it holds that  $f(r, \gamma_1) = f(r, \gamma_2)$ . Then it follows from relation (2) that under constant anvils pressing force  $P(\gamma_1) = P(\gamma_2)$ , the yield stress of the material and pressure at any point of the disc are also constant, that is  $\sigma(\gamma_1) = \sigma(\gamma_2)$  and  $p(r, \gamma_1) = p(r, \gamma_2)$ .

Thereby, we can conclude that simple shear under constant pressure should pass without hardening of the material. It is a necessary condition. It follows from the assumption that if simple shear is possible under constant pressure then such



material has to be perfectly plastic. And when the material is hardening under deformation, it becomes necessary to increase the pressure continuously in order to realize simple shear scheme. Simple shear mode under constant pressure is impossible for a hardening material. This result was obtained for the first time in [13,14], where the agreement of the result with experiments was also shown.

The principal property of the simple shear is that under transition (1), different material points move in a parallel way relative to each other. It is this property that results in invariance of the geometry of the considered system with respect to the rotation.

If we consider a thin layer of material along the motion direction in a neighborhood of any point of the specimen, cross-section size of the layer does not change under deformation. Owing to this fact, a stationary structure may be formed in the material and such a structure results in perfect plasticity. Let us show that if the deformation scheme does not possess this specified property then stationary structure cannot emerge.

Now we consider a pure shear, i.e. flat lengthening deformation without change in volume. This transformation is given by:

$$\begin{aligned}x^1 &= kX^1, \\x^2 &= k^{-1}X^2, \\x^3 &= X^3,\end{aligned}\tag{3}$$

where  $k$  is the elongation coefficient along the  $X^1$  axis.

We suppose that for some value  $k^*$ , the cross-section size of the specimen along the  $X^2$  axis is equal to  $a$  and the average cross-section size of microstructure fragments is  $d$ . We assume that starting from this moment, further deformation does not result in microstructure changes (steady-state process).

Extending deformation, the elongation coefficient can be increased to some value  $k^{**} > k^* \frac{a}{d}$ . Then it follows from (3) that the cross-section size of the specimen after deformation should become less than the average size of the microstructure fragments. But it is a contradiction. Therefore, stationary microstructure under flat lengthening deformation mode is impossible.

Certainly, because of a number of reasons (such as dynamical recrystallization, migration of grains boundaries, boundaries sliding, etc.), at some stages of deformation process, the cross-section size of fragments may decrease more slowly than the cross-section size of the specimen. However, our considerations imply that under lengthening deformation scheme, the process of fragmentation has to recrudescence until the specimen breaks or stretches to one-dimensional chain of indivisible fragments, atoms in the limit. Consequently, lengthening deformation of the specimen and deformation of the microstructure are similar, being reflected by the Polanyi–Taylor principle [16].

So we showed that under simple shear mode, there are all necessary prerequisites for perfect plasticity and stationary microstructure emergence. How do they emerge and sustain during the deformation? Do there just universal regularities take place [10,11,17] or can there appear some new mechanism? In the next sec-

tion we suggest a geometrical model for plastic deformation of metals that may help to answer these questions.

### 3. Equivalent strain for simple shear and its symmetry

Considerable recent attention (see [18,19]) has been focused on equivalent strain for simple shear. According to [18] it must be calculated from von Mises relation, in contrast to this relation Hencky is substantiated in [19]. It is shown below that only von Mises strain is governed by simple shear symmetry. That is why von Mises strain must be used as the equivalent strain in this process.

The equivalent strain refers to scalar control parameter of deformation which is specified from the outside and dictates the processes which proceed in material.

Let's obtain the structure of an equation for the control parameter characterising simple shear  $q(\gamma)$  based on two obvious natural requirements it has to satisfy: (i) invariance of simple shear with respect to the shift of coordinates origin along the axis  $X^1$  (the symmetry of simple shear), and (ii) additivity of this characteristic. For this purpose, let consider two consecutive conditions 1 and 2 of a system that correspond to the shear strain  $\gamma_1$  and  $\gamma_2$  with the control parameters  $q_1 = q(\gamma_1)$  and  $q_2 = q(\gamma_2)$ , respectively. Based on the requirement (i), the change of  $q$  between the conditions 1 and 2 is  $q_{12} = q(\gamma_2 - \gamma_1)$ . According to the condition (ii),  $q_2 = q_1 + q_{12}$ . Hence, the function  $q(\gamma)$  has to satisfy the condition  $q(\gamma_2) = q(\gamma_1) + q(\gamma_2 - \gamma_1)$ . Designating  $\Delta\gamma = \gamma_2 - \gamma_1$ , we obtain  $q(\gamma_1 + \Delta\gamma) = q(\gamma_1) + q(\Delta\gamma)$ , viz.  $q(\gamma)$  is a linear function. From compliance with the single stress-strain curve at low strain levels,  $q(\gamma) = e_{\text{tor}} = \frac{\gamma}{\sqrt{3}}$ , which is equivalent to the eq. (2). Thus, the von Mises strain is

the geometrical parameter characterizing simple shear.

The derivation of linear equation for  $q(\gamma)$  was just based on (i) the symmetry of simple shear and (ii) the additivity of this characteristic. It is easy to show that the same logic results in the derivation of logarithmic dependence of the same parameter on a sample length in the case of pure shear or elongation. Indeed, the symmetry of elongation is its scale invariance, which means parameter  $f$  characterising this process should depend on the elongation ratio  $\lambda = l/l_0$  where  $l$  and  $l_0$  are current and initial lengths of a sample. Let us consider two consecutive conditions of a system undergoing elongation,  $\lambda_1$  and  $\lambda_2$ . According to the additivity requirement (ii),  $f_2 = f_1 + f_{12}$ . From the scale invariance (i),  $f_{12} = f\left(\frac{\lambda_2}{\lambda_1}\right)$ . Therefore,  $f(\lambda_2) = f(\lambda_1) + f\left(\frac{\lambda_2}{\lambda_1}\right)$ .

From this equation we derive  $f(\lambda_1 + \Delta\lambda) - f(\lambda_1) = f\left(1 + \frac{\Delta\lambda}{\lambda_1}\right)$  where  $\Delta\lambda = \lambda_2 - \lambda_1$ .

When  $\frac{\Delta\lambda}{\lambda_1} \ll 1$ , from the latter equation we obtain  $\Delta f(\lambda) = f(1) + f'(1)\frac{\Delta\lambda}{\lambda}$ .

Taking into account that  $f(1) = 0$  and passing on to a limit when  $\Delta\lambda \rightarrow 0$ , we derive  $\frac{df}{d\lambda} = \frac{f'(1)}{\lambda}$ . Hence,  $f = f'(1)\ln\lambda$ . Thus, with the accuracy of an arbitrary

constant  $f'(1)$ , the geometrical parameter characterising pure shear is the von Mises strain.

In the resume to this Section, we underline that the von Mises strain is the only legitimate geometrical measure of strain valid in both the cases of simple shear and elongation. It is based on the symmetry of these processes.

#### 4. Plastic deformation of metals as isometric transition with singularities

Real metallic specimens are large constructions with a huge number of atoms. Deformation of a specimen is related to change of atoms positions in space and can be described by transformation of their coordinates:

$$\mathbf{m} = \mathbf{G}(\mathbf{M}), \quad (4)$$

where  $\mathbf{M}$  and  $\mathbf{m}$  are the vectors of initial and end coordinates of atoms, correspondingly.

Because of high dimensionality of the problem, it is practically impossible to determine the transformation in (4) and relate it to the loading that was applied to the specimen. That is why deformation process is usually considered at several multi-scaled levels.

At the macro level, metals are modeled as solid continuous media, deformation of which results in changes in lengths of material fibres and in angles between them. This can be given by affine transformation:

$$d\mathbf{x} = \mathbf{F}(\mathbf{X})d\mathbf{X}, \quad (5)$$

where  $\mathbf{X}$  and  $\mathbf{x}$  are coordinates of a material point before and after deformation;  $\mathbf{F}(\mathbf{X}) = \frac{d\mathbf{x}}{d\mathbf{X}}$  is the deformation gradient tensor.

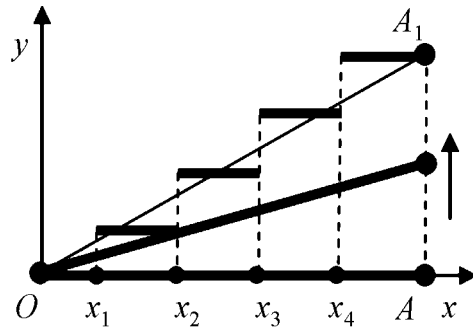
Transformation (5) in fact represents transformation (4) at the macro level without taking in regard micro-scale effects.

At the micro level, metals possess crystalline lattice that can bear only reversible elastic deformation with the order of magnitude not more than  $10^{-3}$ . Therefore, at the micro level, transformation (4) can be considered to be isometric, i.e. without changes in lengths of segments. Such transformations include translation, rotation, and symmetric reflection.

According to the theorem stated in [20], being near-isometric in the small neighborhood of any point, continuous transformation is isometric in the whole region. That is why transformation (4) can change lengths of segments at the large-scale level only if it is isometric transformation with singularities (piecewise isometric transformation) [21]. The latter represent surface of isometric discontinuity, owing to which large values of derivatives in transformation (5) are achieved.

It can be seen that large plastic deformations in metals are realized only when discontinuities in isometric transformations happen. Dislocations, grain boundary dislocations, disclinations, and twins become bearers of such discontinuities. Surfaces that sweep the discontinuities under their motion form a set of singularities of an isometric transformation (4).

The fact, that transformation (4) belongs to the class of isometric transformations with singularities, gives a key to answer the questions we posed in the previous section. Let us demonstrate it.



**Fig. 2.** «Lengthening» of the segment  $OA$  by isometric transformation with singularities

from isometry superseded by local restoration of isometry due to emergence of new discontinuities in the isometric transformation.

From our reasoning it appears that transformation (4) can be given in the following way:

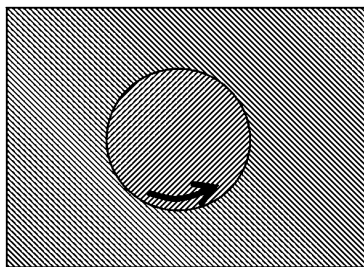
$$\mathbf{G} = \prod_i \Delta \mathbf{G}_i, \quad (6)$$

where  $i$  is the deformation step,

$$\Delta \mathbf{G}_i = \Delta \mathbf{P}_i \Delta \mathbf{E}_i, \quad (7)$$

$\Delta \mathbf{E}_i$  are affine transformations for a small elastic deformation of the crystalline lattice;  $\Delta \mathbf{P}_i$  are piecewise isometric transformations that bring parameters of the lattice back to initial values and allow the representative volume of material to accomplish large deformation.

Transformations  $\Delta \mathbf{P}_i$  result in periodical relaxation of elastic stress at the micro level because a set of discontinuities of isometry emerges, we will designate this set  $D_i$ . These are transformations that describe the structural evolution based on a number of governing principles [10,11,17].



**Fig. 3.** Stationary isometric transformation with singularity on the circumference

We will employ a simple model (Fig. 2) to see how singularities of isometric transformations emerge.

If the point  $A$  shifts upright,  $OA$  segment becomes longer and deviation from isometry occurs. When this deviation reaches its critical value (point  $A$  reaches position  $A_1$ ), ruptures at points  $x_i$  ( $i = 1, \dots, 4$ ) emerge and restore isometry at the small-scale level, however allowing the whole segment to «lengthen». Further motion of point  $A$  upright will lead to subsequent reiteration of the process, that is deviation

from isometry superseded by local restoration of isometry due to emergence of new discontinuities in the isometric transformation.

So the issue of stationary microstructure raised in the previous section now can be connected with the search for a stationary piecewise isometric transformation  $\Delta \mathbf{P}$  that is a self-mapping of  $D$ . Its repeated application will not enhance the surface of discontinuity of isometry. Rotation of a circle on a plane is such transformation (Fig. 3).

In the following section, we will show that simple shear in metals can be realized in a similar way to certain conditions.

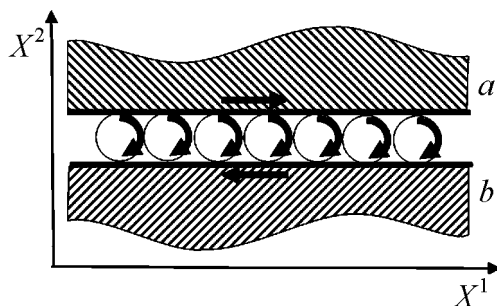
## 5. Percolation model of a stationary microstructure under simple shear scheme

Let us consider schematically a grained refinement process. According to [10,11,17], at the initial stage of deformation, weakly misoriented cells of the size of about dozens of nanometers emerge, forming a fine-meshed net consisted of small-angle grain boundaries. Starting from some moment, areas with high-angle misorientations appear in the net and their number increases as deformation continues.

It is widely known that sliding along high-angle boundaries caused by deformation is possible (even at cryogenic temperatures) [22,23]. In this case such boundaries constitute the set of isometry discontinuities  $D$ . Sliding occurs by movement of grain-boundary dislocations.

For the purpose of further discussion, it would be convenient to represent boundaries from the set  $D$  as a series of separatory rolls, rotation of which results in relative shift of adjacent areas. We will consider only plane problems, so the boundaries can be given as depicted in Fig. 4.

Rolls can rotate clockwise as well as counterclockwise. Easy to see that in the first case, they correspond to positive values of  $\frac{\partial x^1}{\partial X^2}$  components of the deformation gradient and negative values for  $\frac{\partial x^2}{\partial X^1}$  components, contrary to the other case.



**Fig. 4.** Model for the discontinuity boundary in a form of chain of rolls, with rotation resulting in relative shift of areas  $a$  and  $b$

The above introduced scheme of the fragmentation process makes possible to describe it in percolation theory terms (bonds problem) [24] as a consecutive transformation of some lattice, resulting in that more and more of its parts become elements of the set  $D$ .

Let us introduce relative part of the lattice elements  $\Theta$ , belonging to the set  $D$ . According to the percolation theory, while  $\Theta \ll 1$ , such elements are individual random inclusions in the lattice. With the growth of  $\Theta$ , they start to form interconnected groups (clusters). When  $\Theta$  reaches some critical value  $\Theta_c$ , qualitative change occurs, and so called percolation cluster (PC) emerges, penetrating through the whole lattice.  $\Theta_c$  is named a percolation threshold and depends on the type of the lattice. For example, for a hexagonal lattice  $\Theta_c = 0.65$ .

As percolation cluster penetrates through the entire lattice, it determines isometry discontinuities emerging in the whole representative volume. From this time on, transformation  $\Delta \mathbf{P}_i$  in representation (7) can proceed mainly through shear along the boundaries of PC. The latter has a fractal structure with loops of

different scales [24]. Average crosscut size of the loops  $L$  equals the correlation radius that is much larger than the cell size  $l$ . Therefore, at the scale of  $L$ , the loops seem to be smooth. Value  $L$  near the percolation threshold can be written as [24]:

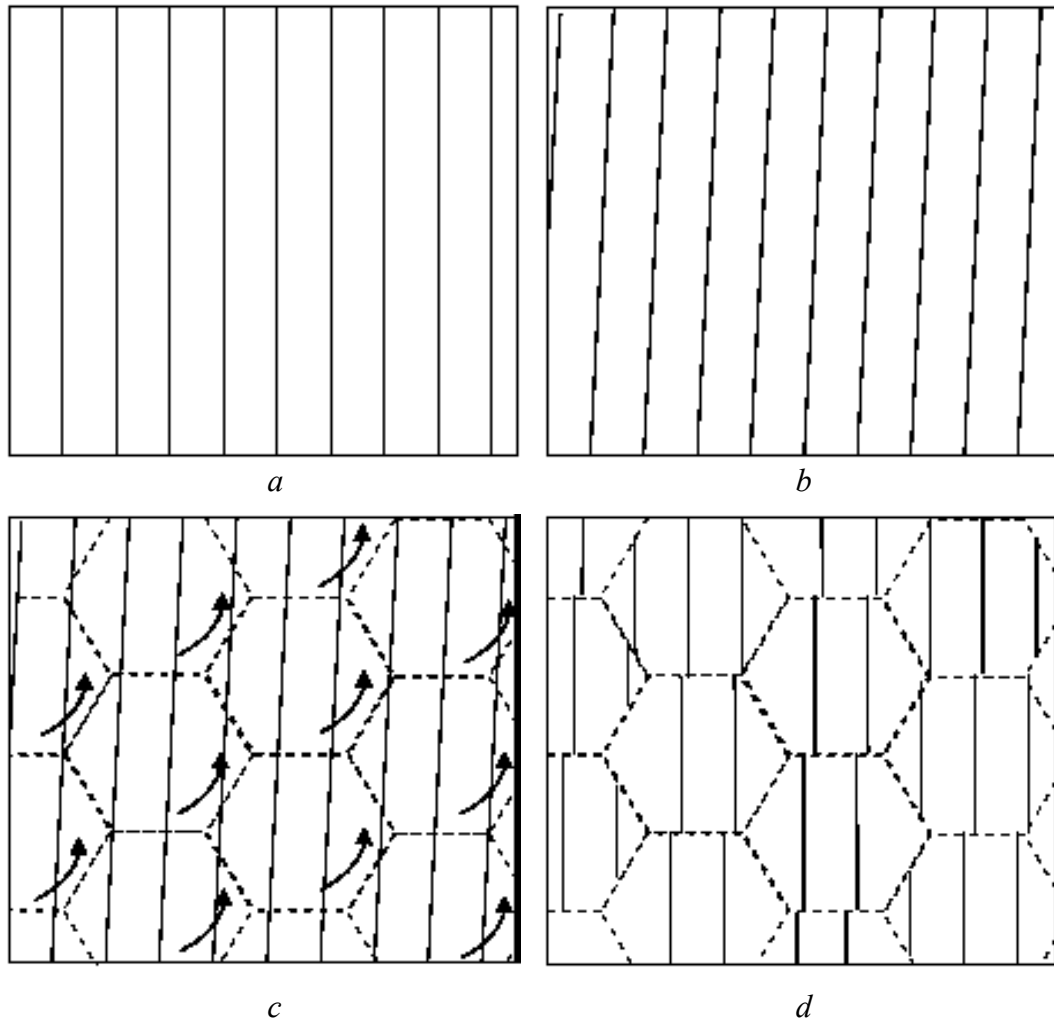
$$L = l |\Theta - \Theta_c|^{-\nu}, \quad (8)$$

where  $\nu$  is the index for correlation radius. For two-dimensional problem,  $\nu = 1.33$ .

In Fig. 5 one step of simple shear under transformation (7) with percolation cluster is described. The latter is schematically shown as hexagonal lattice with cells sized  $L$ .

According to (1), under simple shear, it is necessary to keep  $\frac{\partial x^1}{\partial X^2}$  positive. It means

that in the model from Fig. 4, the rolls rotate clockwise. Therefore, the areas bounded by cells of the percolation cluster will rotate counterclockwise, as shown in Fig. 5.



**Fig. 5.** Scheme of the simple shear under transformation (7) with the presence of a percolation cluster: *a* – the initial state; *b* –  $\Delta \mathbf{E}$  transformation result (elastic deformation); *c* – percolation cluster is outlined by dashed line; *d* –  $\Delta \mathbf{P}$  transformation result based on shift along the boundaries of the percolation cluster

It can be seen from Fig. 5 that in those areas, isometry sustains to the first approximation and deformation gradient of simple shear is achieved mainly by shifts along the percolation cluster.

We considered only one step of simple shear. All further steps are similar, so steady state of the proposed transformation is sustained (in statistical sense).

It should be noted that each step is related to the effect of its own percolation cluster. The matter is that the motion of grain boundary dislocations along the border results in the change of the grain boundary structure that may temporary impede the next shift (stick-slip effect [25]). So, as a result of one step of transformation (6), the percolation cluster may break in several points, so that at the next step, another percolation cluster would be needed. It means that in order to realize the suggested mechanism, there should be some reserve of lattice elements belonging to the set  $D$ . In other words, shear percolation that started at  $\Theta = \Theta_c$  would become stationary at  $\Theta = \Theta_{c1} > \Theta_c$ .

Let us specify the main properties of the suggested mechanism of simple shear.

(a) The suggested mechanism is not of local, but of cooperative character with correlation radius  $L$ . At the scales of sizes less than  $L$ , percolation cluster is of fractal nature; for the scales higher than  $L$ , it is homogeneous (crossover effect, [24]). According to relation (8), the correlation radius sharply increases near the percolation threshold. For  $L \geq H$  (where  $H$  is the thickness of the shear layer, e.g. distance between anvils in high pressure torsion), percolation cluster may break in the direction of the shear. It means that for a regular percolation, that is for perfect plasticity, the value of  $L$  has to decrease. According to (8), it requires an increase in  $\Theta$ . It appears that the percolation threshold  $\Theta_c(H)$  in the layer of thickness  $H$  exceeds the threshold  $\Theta_c$  in the system of infinite scale. From (8) a simple relation between percolation thresholds for layers of thicknesses  $H_1$  and  $H_2$  can be derived:

$$\frac{\Theta(H_1) - \Theta_c}{\Theta(H_2) - \Theta_c} = \left( \frac{H_2}{H_1} \right)^v. \quad (9)$$

(b) It can be seen in Fig. 5 that sequential application of transformation (7) for different percolation clusters results in stirring of the material. In [14], the upper estimate for  $R$  mean-square shift of fragments under the mechanism is assessed:

$$R = \sqrt{\frac{Ll}{2}} \gamma. \quad (10)$$

By substitution of (8), the following can be written:

$$R = l \sqrt{\frac{\gamma}{2}} |\Theta - \Theta_c|^{-v/2}. \quad (11)$$

So, fast mass transfer is a consequence of the suggested mechanism of simple shear.

(c) Under transformation (7), orientation of the fragments remains persistent (Fig. 5). That is why, in the process of stirring, strongly disoriented and weakly

disoriented fragments contact themselves. In the second case, they «stick» and coarsen. The coarsened fragments then break again. All the above supports the idea that under the suggested mechanism, orientation of fragments is dynamically persistent, as well as their average size and distribution of sizes. Values of these parameters correspond to the ones at the beginning of percolation.

(d) The piecewise isometric transformation that was discussed in this section is based on rotations of volume areas, bounded by percolation cluster cells. As the latter have fractal structure at the scales less than  $L$ , so it is multi-scale rotations that are in some way similar to the ones that emerge under turbulent liquid flows [12,13]. However the reason for such rotations in solids differs from the reason for turbulence in liquids.

In the next section we will state and substantiate a hypothesis that the driving force for rotations is couple stresses emerging in the representative volume of material under simple shear.

## 6. Couple stress as the driver for rotation

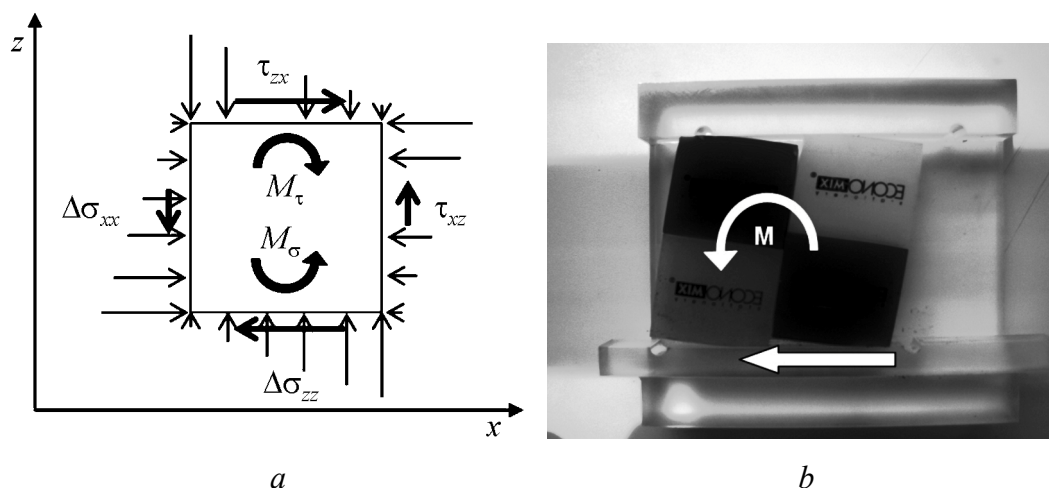
Classical theory of continuous media is based on a hypothesis of symmetrical stress tensor. In the vast majority of practically important cases, this hypothesis is consistent with experimental data. Significant deviations from experimental results arise when stress gradient is large. In particular, it is the case of polycrystals [26] or grain media. Because of essential inhomogeneity, there arise sharp stress drops which result in effects that symmetry theory cannot describe. To study such materials nonlocal mechanics is employed [27].

From our point of view, such effects take place in metals during simple shear mode near the described above percolation transition. They are associated with the violation of the shear stress reciprocity law at the  $L$  scale. Vacancies emerging in the border areas may become the reason for this law violation during simple shear. Indeed, increasing number of vacancies causes an increase in volume of material in the boundary area. Additional work needed to shift against the pressure results in an increase in tangential stress [28].

Schematically, let the percolation cluster cell be a square of size  $L$  (Fig. 6,*a*). We consider the forces that act on the square. Let the pressure along the  $z$  axis exceed the pressure along the  $x$  axis. Pursuant to the above reasoning, such a situation will lead to an inequality  $\tau_{zx} > \tau_{xz}$ , that is, to the violence of shear stress reciprocity law at the  $L$  scale.

From Fig. 6,*a*, it comes that the force moment affecting the square cell, which is caused by tangential stress, is the following:  $M_\tau = L^2(\tau_{zx} - \tau_{xz})$  (assume that the thickness of the cell in the direction perpendicular to the  $xz$  plane is unit). Its small rotation, caused by the moment, results in respondent elastic reaction of the surrounding material. This reaction can be described by an inhomogeneous field of normal stresses  $\Delta\sigma_{xx}$  and  $\Delta\sigma_{zz}$  that creates a compensating moment  $M_\sigma$  affecting the cell. The case is presented in Fig. 6,*a*. A simple physical model in Fig. 6,*b* illustrates the effect.



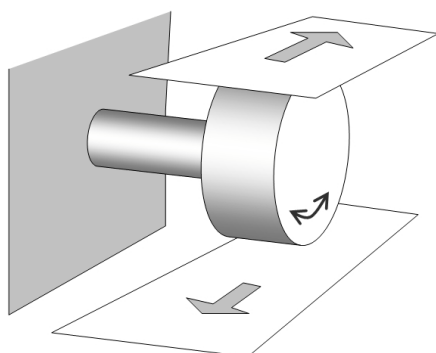


**Fig. 6.** Model describes torque emergence under simple shear scheme: *a* – the scheme of forces and torques applied to the PC cell; *b* – model with four rubbers between perspex plates demonstrates how elastic torques emerge when the lower plate moves and generates frictional stress differential on the horizontal and vertical sides of rubbers

While the moments are equal, the cell is equilibrium. Under a certain threshold value  $\tau_{zx}$ , conditions favoring stick-slip effect emerge (mentioned above). This results in an imbalance between  $M_\tau$  and  $M_\sigma$ , causing a stepwise rotation of the cell under the force moment difference  $M_\sigma - M_\tau$ . Then comes relaxation  $M_\sigma$  and equilibrium restores.

The aforesaid is explained by a mechanical model represented in Fig. 7.

A disc clamped between two parallel plates is fixed to the wall by means of a elastic cylinder. Small shift of the plates in opposite directions generates a moment of frictional force applied to the disc. It causes a elastic response of the twisted disc. It is known that due to sticking and slipping in the contact area between the disc and the plate, shifting the plates causes the so-called frictional self-oscillation of the disc with periodical relaxation of the elastic moment of the disc in the model [25].



**Fig. 7.** Mechanical model that explains the mechanism of deformation under simple shear

Let us show that the above described mechanism of stress relaxation is typical for simple shear scheme only. Thereto, we consider loading of a mechanical construction from the idealized model in Fig. 3.

The construction consists of a flat plate of height  $H$  and width  $B$ , containing a cylindrical inclusion of diameter  $D$ . Under deformation of the construction, slipping between the inclusion and the plate is possible, but no gaps are allowed. At the border between the elements holds the following:

$$\tau \leq \tau_0 + \mu p, \quad (12)$$

where  $\tau$  and  $p$  are correspondingly tangential stress and pressure along the border;  $\tau_0$  and  $\mu$  are the cohesion sliding resistance and friction coefficient between the plate and the inclusion. Along the borders, where equality in (9) holds, slipping between the inclusion and the plate occurs.

Condition (12) accounts for the above relation between the shear stress along the high-angle border and the pressure affecting it.

The plate and the inclusion are made of the same material that is an isotropic elastic body with elastic modulus  $E$  and Poisson's ratio  $\nu$ .

We numerically analyzed planar deformation of the system under simple shear (loading 1) and under lengthening along the side  $B$  (loading 2). The following parameters were used:  $D = 1$ ,  $H = 10$ ,  $B = 100$ ,  $\nu = 0.3$ ,  $\tau_0 = 5 \cdot 10^{-4} E$ ,  $\mu = 10^{-3}$ . Linear sizes satisfy conditions  $H/B \ll 1$  and  $D/H \ll 1$  that exclude edge effects. Values that were chosen for  $\nu$  and  $\tau_0/E$  are typical for metals,  $\mu$  was estimated based on the relationship between the shear stress and pressure for metals [2,28].

In order to establish specifics of each mode of deformation, during the loading, the same maximum shear  $\gamma$  was achieved. Under the simple shear scheme, the required shift  $\Delta$  of the upper plate relative to the lower one was determined by:

$$\Delta = \gamma H. \quad (13)$$

Under the second loading scheme, the necessary lengthening of the plate  $\Delta B$  was given by the relation between maximum lengthening and maximum shear [29]. As a result the following expression was derived:

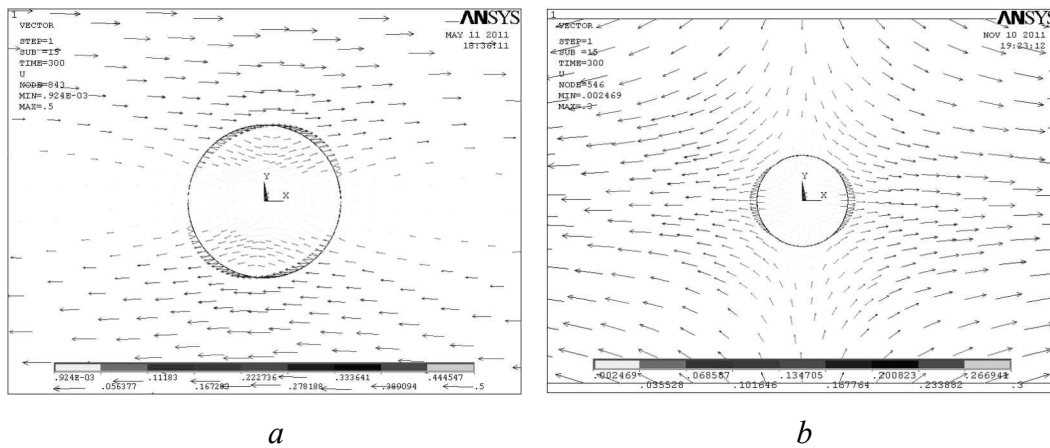
$$\Delta B = \gamma B(1 - \nu). \quad (14)$$

Simulations were made for the shear range  $0 \leq \gamma \leq 0.005$  employing ANSYS package. The finite element PLANE183 is used. This element is defined by 8-nodes having two degrees of freedom at each node: translations in the nodal  $x$  and  $y$  directions.

In order to simulate the problem correctly, a contact analysis is used. For this purpose, contact elements CONTA172 are placed along the matrix surface and target elements TARGE169 are used along the surface of inclusion. For surface-to-surface contact elements, the Lagrange multiplier method on contact normal and the penalty method on tangential contact stiffness are used. This method enforces zero penetration and allows a small amount of slip for the sticking contact. The amount of slip in sticking contact depends on the tangential stiffness.

Fig. 8 illustrates typical vector plot of displacements for deformation under two schemes.

Numerical modeling showed that loading of the system under two schemes have similarities as well as differences in the behavior of inclusion. Similarity is that slipping occurs starting with deformation value  $\gamma^* \sim 10^{-3}$ , along certain areas of the border. When deformation increases the number of such areas, the magnitude

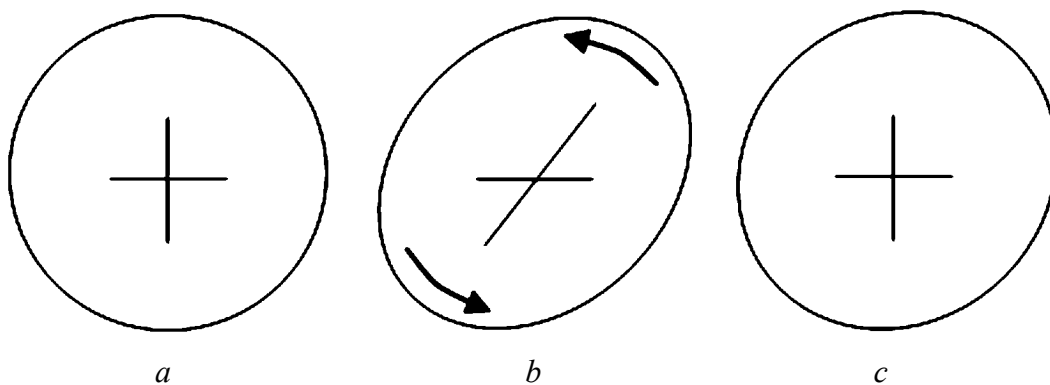


**Fig. 8.** Typical vector plots of displacement for deformations under simple shear (a) and flat lengthening schemes (b)

of the slip also increase. The difference between the loading schemes is that under the lengthening scheme, slipping is rare and is of accidental nature, while under simple shear, it is coordinated and lowers the shear deformation of the inclusion (Fig. 9).

Inclusion is rotated and deformed in such a way that elastic energy of the entire system decreases.

This result is easy to understand qualitatively. Shear deformation of inclusion is related with elastic energy given by  $W \sim VE\gamma^2$ , where  $V = \frac{\pi D^2}{4}$  is the volume of the inclusion (thickness is assumed to be unit). Correspondingly, an increase in elastic energy is equal to  $\Delta W \sim L^2 E \gamma \Delta \gamma$ . Rotation occurs when the accompanying decrease in elastic energy exceeds the work of the friction force  $\Delta A$  along the border of the inclusion, which can be assessed as  $\Delta A \sim L^2 \tau_0 \Delta \gamma$ . So the condition of the rotation is  $\gamma^* \sim \tau_0/E$ , which complies by the order of value with  $\gamma^*$  assessed empirically.



**Fig. 9.** The scheme describes directional nature of slipping along the border between inclusion and the plate under simple shear: inclusion prior to deformation (a), after simple shear without slipping (b), after slipping along the border (c). Deformations are significantly exaggerated for the sake of clearness

## 7. Discussion

In previous sections we tried to justify a hypothesis that perfect plasticity at low homological temperatures is a critical phenomenon, which is incident to metals only under simple shear. Starting from a certain stage of deformation, in the grain boundaries, lattice percolation clusters emerges – they provide the simple shear through the representative volume. Percolation is a collective effect, so it is the cooperative mechanism that is responsible for perfect plasticity. As it was shown in sections 5 and 6, it is a multi-scale rotation of the material blocks in percolation clusters cells.

Another, local, variant of perfect plasticity mechanism is suggested and analyzed in [5–7], where this phenomenon is connected with grain boundary migration. In this approach, deformation mode does not influence the evolution of metal microstructure and perfect plasticity should emerge under any loading scheme. As a direct argument in favor of their hypothesis, the authors of [5–7] give the results of following experiment carried out by means of High Pressure Torsion (HPT) method.

In a thin nickel disc, by high pressure torsion a stationary structure was created that induced perfect plasticity. Afterwards, on the parallel to the axle crosscut of the specimen, a squared grid was dashed by a high-energy ionic beam. Then the disc was twisted once more so that the shear deformation in the crosscut was  $\sim 1$ . According to authors, nearly homogeneous grid deformation testified against the grain boundaries slipping and fragmentation at the stationary stage of deformation stopped due to migration of grain boundaries.

From our point of view, the described experiment does not allow even to make a conclusive implication whether the mechanisms of perfect plasticity at low homological temperatures are local. There are at least two factors that could in this case result in that the grid did not spread out under deformation as it should be according to property (b) in section 5.

The first one is that high-energy ionic beam could change the local structure of the boundaries on the grid lines, so that slipping on them became impossible. Hard influence of such beams on the material is documented in numerous works (e.g. in [30]).

The second factor is that in the thin butt end of the disc with the crosscut, containing the grid, deformation mode changed. Absence of pressure on the crosscut surface resulted in flow of the material in radial direction. This fact, in turn, reduced the thickness of the disc in the crosscut area and, consequently, the pressure of anvils on it. Eventually, the thin layer of the disc containing the grid turned into a kind of sticker on the disc. Its deformation replicated the disc deformation, but the mechanism of deformation did not correspond to the one for the stationary stage of simple shear.

It should be noted that there is a number of convincing experimental evidences about abnormally fast mass transfer in metals under simple shear [12–15] as it should be according to suggested cooperative mechanism (property (b) in section 5).

An additional point to emphasize is that activation energy for grain boundary migration is considerably above the activation energy for grain boundary sliding (e.g. in [22,23]). Grain boundary migration at low homological temperatures may be a consequence of grain boundary sliding due to boundary steps.

Arguments in favor of suggested perfect plasticity mechanism are adduced by some well known experimental results.

At the stationary HPT stage, the average fragments size, the size distribution of the fragments and a part of high-angle grain boundaries do not change as deformation increases. Values of these parameters correspond to the ones at the terminating of fragmentation [4,31]. This clearly demonstrates the property (c) of suggested perfect plasticity mechanism.

HPT experiments with Fe specimens under von Mises strain  $e = 300$  demonstrated that material fragments on the perpendicular to the radius crosscut were slightly extended and tilted at an angle to an anvil axis smaller than evident from geometry one (70–80 degrees instead of 89.89). The real tilt of the fragments was appropriate to deformation  $e = 1.6–3.3$  [5]. Property (c) in section 5 offers a satisfactory explanation of the observed fact.

It was apparent in recent reports on severe plastic deformation (SPD) under simple shear scheme, that scaling effect exists. It lies in the fact that the average grain size of submicrocrystalline structure undergoes a rise as the size of specimen increases (at the same or other conditions). Scaling effect has come to light in the examination of Equal Channel Angular Pressing (ECAP) [32]. It is also found in Twist Extrusion (TE) experiments [33]. Within the context of suggested theory, the property (a) in section 5 is associated with SPD scaling effect. From relation (9), it is obvious that to enhance the part of high-angle grain boundaries at steady-state phase of simple shear, the size of specimen should be decreased. It is not a proof that perfect plasticity has percolation nature, so SPD scaling effect requires further examination. But if the only distinctive structure scale is the average grain size of order 100 nm then it is difficult to explain that the thickness of the shear layer of four orders of magnitude higher has an impact on it.

Finally, we note that the proposed mechanism of perfect plasticity is implemented by a relatively small elastic-plastic deformation of the volume of material bounded by the cells of a percolation cluster. Moreover, these strains are cyclical in nature. At this stage fragments get free of dislocations (they get beyond the boundaries), microvoids formed at the early stages of deformation are healed. As a result the ductility of the metal enhances [15,34].

## 8. Conclusion

This article attempts to explain the nature of perfect metal plasticity at low homological temperatures. There are reasons to assume that it is realized only under simple shear and performed by cooperative mechanism due to percolation shift along grain boundaries. Prior to some percolation threshold, metal deformation under simple shear is realized by the same mechanism as under strengthening. In

this case, both of these deformation modes make an equivalent impact on metal hardening rule and grain refinement.

1. *P.W. Bridgman*, Studies in Large Plastic Flow and Fracture with Special Emphasis on the Effects of Hydrostatic Pressure, McGraw-Hill, New York–Toronto–London (1952).
2. *M. Brandes*, in: Mechanical Behaviour of Materials under Pressure, H. Li, D. Pugh (eds.), Elsevier Publ. Comp. Limited, Amsterdam– London– New-York (1970), p. 236.
3. *J.J. Jonas, G.R. Canova, S.C. Shrivastava, and N. Christodoulou*, in: Proc. Research Workshop on «Plasticity of Metals at Finite Strain: Theory, Experiment and Computation», Los Angeles (1981), p. 206.
4. *H.W. Zhang, X. Huang, N. Hansen*, Acta Mater. **56**, 5451 (2008).
5. *R. Pippan, F. Wetscher, M. Hafok, A. Vorhauer, I. Sabirov*, Adv. Eng. Mater. **8**, 1046 (2006).
6. *R. Pippan, S. Scheriau, A. Taylor, M. Hafok, A. Hohenwarter, and A. Bachmaier*, Annual Review of Materials Research **40**, 319 (2010).
7. *A. Bachmaier, M. Hafok, R. Schuster, and R. Pippan*, Rev. Adv. Mater. Sci. **25**, 16 (2010).
8. *J.F. Bell*, The physics of large deformation of crystalline solids, Springer-Verlag, Berlin (1973).
9. *V.M. Segal*, Mater. Sci. Eng. **A338**, 331 (2002).
10. *D. Kulhman-Wilsdorf, N. Hansen*, Scripta Metall. Mater. **25**, 1557 (1991).
11. *D.A. Hughes, N. Hansen*, Acta Mater. **45**, 3871 (1997).
12. *Y. Beygelzimer*, Mater. Sci. Forum **683**, 213 (2011).
13. *Y. Beygelzimer*, Fiz. Tekh. Vys. Dav. **18**, № 4, 77 (2008) [in Russian] <http://www.fti.dn.ua/site/ftvd-journal/journal-content/>.
14. *Y. Beygelzimer*, Fiz. Tekh. Vys. Dav. **20**, № 4, 26 (2010) <http://www.fti.dn.ua/site/ftvd-journal/journal-content/>.
15. *Y. Beygelzimer, R.Z. Valiev, V. Varyukhin*, Mater. Sci. Forum **667–669**, 97 (2011).
16. *G.I. Taylor*, J. Inst. Metals **62**, 307 (1938).
17. *V.V. Rybin*, High plastic deformation and fracture of metals, Metallurgia, Moscow (1986) [in Russian].
18. *S. Shrivastava, C. Ghosh, J.J. Jonas*, Phil. Mag. **92**, 779 (2012).
19. *S. Onaka*, Phil. Mag. Lett. **90**, 633 (2010).
20. *L.A. Lyusternik and V.I. Sobolev*, Elements of Functional Analysis, Nauka, Moscow (1965).
21. *J.H.B. Deane*, Mechanics **41**, 241 (2006) <http://personal.maths.surrey.ac.uk/st/J.Deane/pdf/meccanica.pdf>.
22. *A.N. Orlov, V.N. Pereverzentsev, and V.V. Rybin*, Grain Boundaries in Metals, Metallurgiya, Moscow (1980) [in Russian].
23. *O.A. Kaibyshev and R.Z. Valiev*, Grain Boundaries and the Properties of Metals, Metallurgiya, Moscow (1987) [in Russian].
24. *G.R. Grimmett*, Percolation, Springer, New-York (1999).
25. *B.N.J. Persson*, Sliding friction: physical principles and applications, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg (2000).

26. *Y. Beygelzimer, A. Spuskanyuk*, Phil. Mag. **A79**, 2437 (1999).
27. *R.D. Mindlin, H.F. Tiersten*, Arch. Rat. Mech. Anal. **11** (1962).
28. *Ya.E. Beygelzimer, B.M. Efros, V.N. Varyukhin, and A.V. Khokhlov*, Engineering Fracture Mechanics **48**, 629 (1994).
29. *G.T. Mase, G.E. Mase*, Continuum mechanics for engineers, CRC Press, Boca Raton–London–New York–Washington, D.C. (1999).
30. *C.A. Volkert and A.M. Minor*, MRS Bulletin **32**, 389 (2007) [www/mrs.org/bulletin](http://www/mrs.org/bulletin).
31. *M. Hafok, R. Pippan*, Phil. Mag. **88**, 1857 (2008).
32. *F.Z. Utyashev, G.I. Raab*, The Physics of Metals and Metallography **6**, 104 (2007).
33. *Y. Beygelzimer, V. Varyukhin, S. Synkov, D. Orlov*, Mater. Sci. Eng. **A503**, 14 (2009).
34. *Y. Beygelzimer*, Mech. Mater. **37**, 753 (2005).

*Я.Ю. Бейгельзімер, Н.М. Лавріненко*

### ИДЕАЛЬНА ПЛАСТИЧНІСТЬ МЕТАЛІВ ПРИ ПРОСТОМУ ЗСУВІ: ГЕОМЕТРИЧНИЙ ПІДХІД

Запропоновано механізм ідеальної пластичності при простому зсуві при низьких гомологічних температурах, згідно з яким це явище має критичну природу, обумовлену перколяційним переходом у сітці границь зерен і нелокальною взаємодією фрагментів тільки при простому зсуві. Точку зору авторів обґрунтовано загальними міркуваннями з урахуванням результатів чисельного моделювання й відомих експериментальних даних.

**Ключові слова:** ідеальна пластичність, простий зсув, перколяція, ізометричні перетворення з розривами

*Я.Е. Бейгельзімер, Н.М. Лавриненко*

### ИДЕАЛЬНАЯ ПЛАСТИЧНОСТЬ МЕТАЛЛОВ ПРИ ПРОСТОМ СДВИГЕ: ГЕОМЕТРИЧЕСКИЙ ПОДХОД

Предложен механизм идеальной пластичности при простом сдвиге при низких гомологических температурах, согласно которому это явление имеет критическую природу, связанную с перколяционным переходом в сети границ зерен и нелокальным взаимодействием фрагментов именно при простом сдвиге. Точка зрения авторов обоснована довольно общими рассуждениями (в основном геометрического характера) с привлечением с этой целью результатов численного моделирования и известных экспериментальных данных.

**Ключевые слова:** идеальная пластичность, простой сдвиг, перколяция, изометрические преобразования с особенностями

PACS: 74.70.Xa, 74.62.Fj, 75.10.Lp, 75.30.Cr, 74.20.Pq

G.E. Grechnev<sup>1</sup>, A.S. Panfilov<sup>1</sup>, V.A. Desnenko<sup>1</sup>, A.V. Fedorchenko<sup>1</sup>,  
I.P. Zhuravleva<sup>1</sup>, S.L. Gnatchenko<sup>1</sup>, V. Tsurkan<sup>2</sup>, D.A. Chareev<sup>3</sup>,  
E.S. Kozlyakova<sup>4,5</sup>, O.S. Volkova<sup>5</sup>, A.N. Vasiliev<sup>5</sup>

## PRESSURE EFFECTS ON ELECTRONIC STRUCTURE AND MAGNETIC PROPERTIES OF THE FeSe(Te) SUPERCONDUCTORS

<sup>1</sup>B. Verkin Institute for Low Temperature Physics and Engineering, National Academy of Sciences of Ukraine

47 Lenin Ave., 61103 Kharkov, Ukraine

<sup>2</sup>Institute of Applied Physics, Academy of Sciences of Moldova

MD-2028 Chisinau, Republic of Moldova

<sup>3</sup>Institute of Experimental Mineralogy, Russian Academy of Sciences

Chernogolovka, Moscow District 142432, Russia

<sup>4</sup>Moscow State University, Department of Material Science

Moscow 119991, Russia

<sup>5</sup>Moscow State University, Physics Department

Moscow 119991, Russia

Received September 19, 2012

*The magnetic susceptibility  $\chi$  of the FeSe and FeTe compounds, which form the simplest FeSe(Te) system of the novel iron-based superconductors, is studied in the normal state under hydrostatic pressure. A substantial positive pressure effect on  $\chi$  is detected at low temperatures for both compounds. At room temperature, this effect is found to be also strong, but it is negative for FeSe and positive for FeTe. Ab initio calculations of the pressure dependent electronic structure and magnetic susceptibility indicate that FeSe and FeTe are close to magnetic instability with dominating enhanced spin paramagnetism. The calculated paramagnetic susceptibility exhibits a strong dependence on the unit cell volume and the height  $Z$  of chalcogen species from the Fe plane. The observed large positive pressure effects on  $\chi$  in FeTe and FeSe at low temperatures are related to considerable sensitivity of the paramagnetism to the internal parameter  $Z$ . It is shown that available experimental data on the strong and nonmonotonic pressure dependence of the superconducting transition temperature in FeSe correlate qualitatively with the calculated behavior of the density of electronic states at the Fermi level.*

**Keywords:** iron-based superconductors, FeSe, FeTe, magnetic susceptibility, pressure effect, electronic structure

### 1. Introduction

The novel superconducting FeSe<sub>1-x</sub>Te<sub>x</sub> compounds have attracted extensive attention due to the simplest crystal structure among the new families of iron-



based layered compounds exhibiting high temperature superconductivity (see Refs. [1,2] and references therein). This structural simplicity favors experimental and theoretical studies of chemical substitution and high pressure effects, which are aimed at better understanding of a mechanism of the superconductivity, and also at modifying properties of the novel superconducting materials.

For the  $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$  compounds, a nonmonotonic behavior of the superconducting transition temperature with  $x$  was found, rising from  $T_C \sim 8$  K at  $x = 0$  to a maximum value of  $\sim 15$  K at  $x \approx 0.5$ . Additionally, a large enhancement of  $T_C$  up to 35–37 K was observed in FeSe under high pressures  $P \approx 90$  kbar, indicating that FeSe is indeed a high temperature superconductor [3,4]. Similar pressure effects on  $T_C$  have been also reported for  $\text{FeSe}_{0.5}\text{Te}_{0.5}$  [1].

The parent compound FeTe is not a superconducting one, but it exhibits peculiar magnetic properties. A drastic drop in the temperature dependence of its magnetic susceptibility  $\chi(T)$  with decreasing temperature was observed at  $T \approx 70$  K, which is related to the first-order structural phase transition accompanied by the onset of antiferromagnetic (AFM) order [1,2]. Though the attempts to obtain a superconducting phase in FeTe under high pressure appeared to be unsuccessful, the superconductivity at 13 K was detected by applying tensile stress conditions in thin films of FeTe, which involved in-plane extension and out-of-plane contraction of the lattice [5].

The tetragonal phase  $P4/nmm$  of FeSe undergoes a weak distortion upon cooling to the lower symmetry orthorhombic  $Cmma$  phase [3,6]. This transition occurs within a broad temperature range, about 70–100 K, depending on stoichiometry of the  $\text{FeSe}_{1-x}$  samples. Also, the tetragonal FeSe undergoes structural transitions under high pressures ( $P \gtrsim 100$  kbar) to the hexagonal non-superconducting  $P6_3mmc$  NiAs-type phase, and then to its orthorhombic modification ( $Pbnm$ , MnP-type) [3,7,8].

Though a substantial increase of  $T_C$  was observed in FeSe under pressure [3,9–11], these studies did not detect any trace of magnetic ordering. However, recent NMR studies provided some indication of magnetic phase transition under pressure [12]. Recently, a static magnetic ordering has been observed above  $P \sim 100$  kbar by means of zero-field muon spin rotation (ZF  $\mu\text{SR}$ ) and neutron diffraction [13]. These studies indicated that as soon as magnetic ordering emerges, the magnetic and the superconducting states coexist, and both the transition temperatures grow simultaneously with increasing pressure.

Also, it was found that upon applying a pressure, the increase of  $T_C$  in  $\text{FeSe}_{1-x}$  appeared to be nonmonotonic and exhibits a local maximum at  $P \approx 8$  kbar, which is followed by a local minimum at  $P \approx 12$  kbar [9,10,13]. Thus, there is still a controversy regarding an interplay between electronic structure, magnetism and superconductivity in FeSe(Te) compounds. In order to elucidate the role of ex-

pected spin fluctuations in superconductivity, it is very important to investigate the nature of magnetism in FeSe and FeTe and its evolution with temperature and pressure.

Here we report results of detailed experimental studies of the effect of hydrostatic pressure on magnetic susceptibility of FeSe and FeTe compounds in the normal state. The experimental investigations are supplemented by *ab initio* calculations of the electronic structure and magnetic susceptibility of FeSe and FeTe within the density functional theory (DFT).

## 2. Experimental details and results

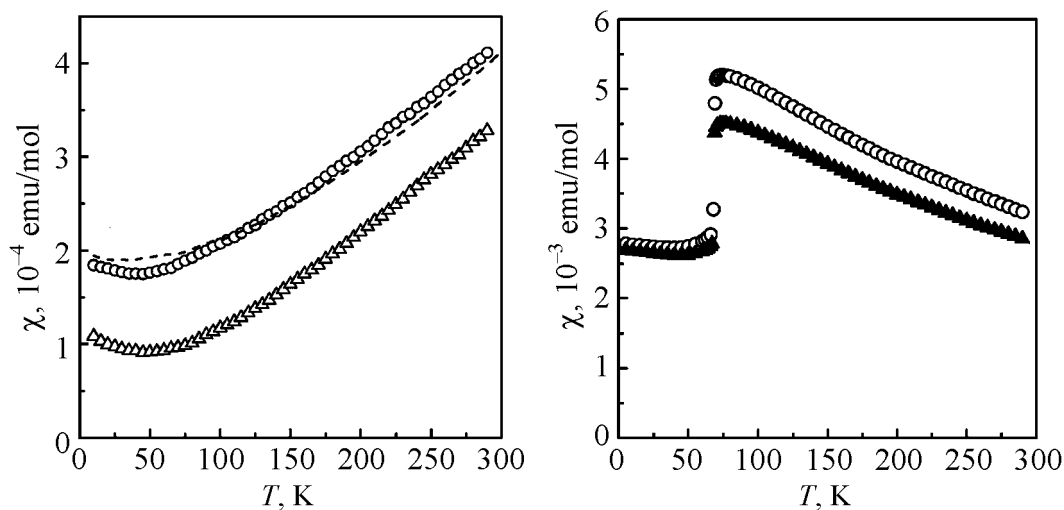
The single crystals of FeSe<sub>1-x</sub> superconductor were grown in evacuated quartz ampoules using the KCl/AlCl<sub>3</sub> flux technique at stationary gradient of temperature. The energy dispersive X-ray spectroscopy revealed the FeSe<sub>0.95</sub> composition, labelled in the following as FeSe for simplicity. The FeTe single crystal was grown by a slow-cooling self-flux method [14] and polycrystalline FeTe<sub>0.95</sub> was prepared by a conventional solid-state synthesis. The tetragonal *P4/nmm* structure was checked by X-ray diffraction technique.

Magnetic properties of the samples were tested at  $T = 4.2\text{--}300$  K by using SQUID magnetometer. For FeSe, the superconducting transition is detected in the range of 6–8 K. The magnetization dependencies of the samples in magnetic field up to 5 T appeared to be close to linear, indicating that concentrations of ferromagnetic impurities are negligibly small.

The temperature dependence of magnetic susceptibility  $\chi(T)$  of the FeSe single crystal, measured in magnetic field around  $H \simeq 1$  T, is shown in Fig. 1. As is seen, a substantial growth of susceptibility with temperature was revealed in the normal state of FeSe, as well as large magnetic anisotropy. The figure also shows the  $\chi(T)$  dependence for the FeSe sample, which includes about 50 small arbitrarily oriented single crystals. This sample, further called as «polycrystalline» FeSe, was used for study of the pressure effect on the magnetic susceptibility. In Fig. 2 the measured temperature dependencies  $\chi(T)$  are shown for the FeTe single crystal ( $H||c$ ) and for the polycrystalline FeTe<sub>0.95</sub>. The data exhibit a distinct peculiarity at  $T \simeq 70$  K, which is presumably related to simultaneous structural and magnetic transition [2].

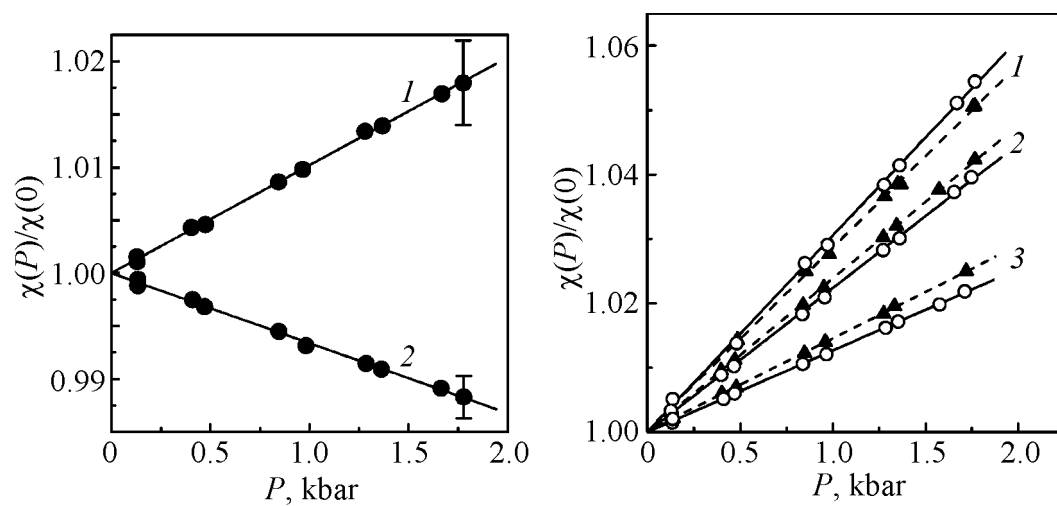
The study of magnetic susceptibility under helium gas pressure  $P$  up to 2 kbar was performed at fixed temperatures of 78 and 300 K by using a pendulum-type magnetometer placed directly in the nonmagnetic pressure cell [16]. High level of hydrostaticity of pressure is essential to obtain sufficiently precise pressure dependencies of  $\chi$ , because FeSe and FeTe have inhomogeneous compressibilities associated with the layered structure. The measurements were carried out in the field  $H = 1.7$  T and their relative errors did not exceed 0.5% for FeSe sample and 0.2% for FeTe one. The experimental pressure dependencies  $\chi(P)$  at different temperatures are shown in

Figs. 3 and 4, which demonstrate a linear character. The obtained pressure effects on magnetic susceptibility  $d\ln\chi/dP$  for the FeSe and FeTe compounds are compiled in Table 1.



**Fig. 1.** Temperature dependencies of magnetic susceptibility in the normal state for the single-crystalline sample FeSe and the «polycrystalline» sample FeSe (dashed line). Data for the single crystal corresponding to magnetic field directions  $H \perp c$  axis and  $H \parallel c$  are denoted by  $\circ$  and  $\Delta$  symbols, respectively

**Fig. 2.** Temperature dependence of the magnetic susceptibility for the FeTe single crystal ( $\circ$ ) and the FeTe<sub>0.95</sub> polycrystalline sample ( $\blacktriangle$ )



**Fig. 3.** Pressure dependencies of the magnetic susceptibility, normalized to its value at  $P = 0$ , for the «polycrystalline» FeSe compound at temperatures 78 (1) and 300 K (2). The solid lines are guides for the eye

**Fig. 4.** Pressure dependencies of the magnetic susceptibility, normalized to its value at  $P = 0$ , for the single-crystalline FeTe (solid line) and the polycrystalline FeTe<sub>0.95</sub> (dashed line) compounds at temperatures, K: 1 – 55, 2 – 78, 3 – 300

Table 1

Pressure effect on magnetic susceptibility  $d\ln\chi/dP$  for the FeSe and FeTe compounds

Method	T, K	$d\ln\chi/dP$ , Mbar <sup>-1</sup>	
		FeSe	FeTe
Experiment	78	$10 \pm 3$	$23 \pm 1.5$
	300	$-6.5 \pm 1$	$13 \pm 1$
Theory	$\approx 10$	$\approx 12$	$\sim 20$
Theory*	$\approx 10$	$\approx 8$	–

\*Present calculations with structural parameters from Ref. [15].

### 3. Computational details and results

*Ab initio* calculations of the electronic structure and paramagnetic susceptibility were aimed at the pressure effect on magnetic properties of FeSe and FeTe compounds in the normal state. At ambient conditions these compounds possess the tetragonal PbO-type crystal structure (space group  $P4/nmm$ ), which is composed by alternating triple-layer slabs. Each iron layer is sandwiched between two nearest-neighbor layers of chalcogen atoms, which form edge-shared tetrahedron around the iron sites. The positions of layers are fixed by the structural parameter  $Z$ , which represents the relative height of chalcogen atoms above the iron plane. The structural parameters of FeSe and FeTe were determined by means of X-ray and neutron diffraction and given in Refs. [1–3,6,8,17,18].

The purpose of the present calculations was evaluation of the paramagnetic response in an external magnetic field and elucidation of the nature and features of magnetism in the FeSe and FeTe compounds. The electronic structure calculations were performed by employing a full-potential linear muffin-tin orbital method (FP-LMTO, code RSPt [19]). The exchange-correlation potential was treated within the local spin density approximation. The calculated basic features of electronic structures of FeSe and FeTe are in a qualitative agreement with the results of previous calculations (see Refs. [15,20]).

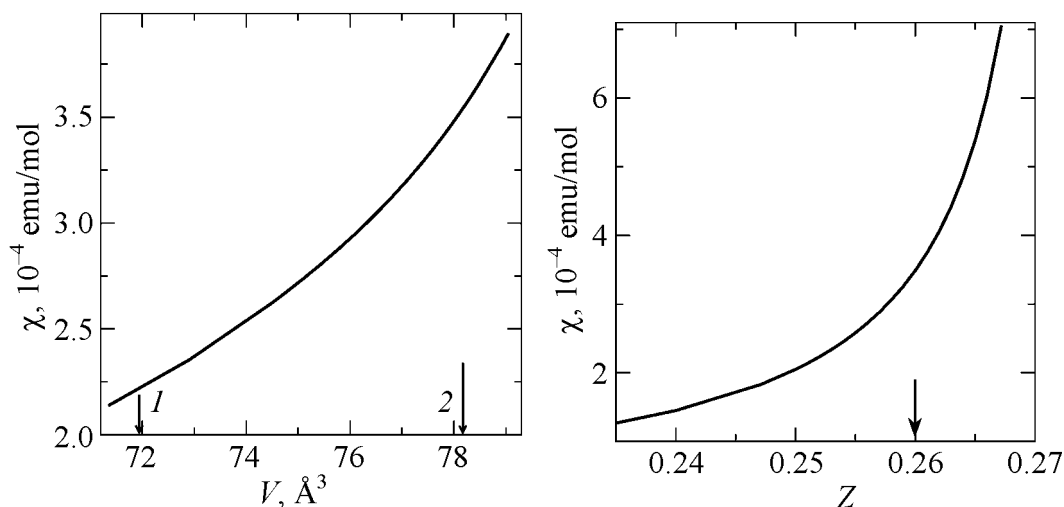
To evaluate the paramagnetic susceptibilities of FeSe and FeTe, FP-LMTO calculations of the field-induced spin and orbital (Van Vleck) magnetic moments were carried out within the approach described in Refs.[21,22]. The spin-orbit coupling was incorporated, and the effect of an external magnetic field  $\mathbf{H}$  was taken into account self-consistently by means of the Zeeman term:

$$H_Z = \mu_B \mathbf{H} (2\hat{\mathbf{s}} + \hat{\mathbf{l}}). \quad (1)$$

Here  $\mu_B$  is the Bohr magneton,  $\hat{\mathbf{s}}$  and  $\hat{\mathbf{l}}$  are the spin and orbital angular momentum operators, respectively. The induced in the external field of 10 T spin and orbital magnetic moments provide the related contributions to the magnetic susceptibility,  $\chi_{\text{spin}}$  and  $\chi_{\text{orb}}$ .

It is found that magnetic response to the external field is very sensitive to the unit cell volume, as well as to the internal parameter  $Z$ . The calculated dependen-

cies of susceptibility of FeSe as functions of the volume and parameter  $Z$  are given in Figs. 5 and 6, respectively. The similar but more pronounced dependencies of susceptibility as those in Figs. 5 and 6 were also obtained for FeTe.



**Fig. 5.** Calculated paramagnetic susceptibility of FeSe as a function of unit cell volume.  $Z$  is taken to be 0.26. The arrows indicate the theoretical (1) and experimental (2) equilibrium volume values

**Fig. 6.** Calculated paramagnetic susceptibility of FeSe as a function of  $Z$  for the experimental unit cell volume

#### 4. Discussion

Above  $T_C$ , a substantial growth of susceptibility with temperature was revealed in the normal state of FeSe up to 300 K (Fig. 1). This fact apparently indicates the itinerant nature of electronic states of Fe near  $E_F$ , however the scale of the effect is larger than might be expected. It is presumably related to a fine structure of DOS  $N(E)$  at  $E_F$ , but one should expect that FeSe system is driven far from the ground state at room temperatures. As is seen in Fig. 2, in FeTe  $\chi(T)$  exhibits an anomaly at  $T \approx 70$ , which is in agreement with the literature data [1,2] and apparently associated with the magnetic and structural transitions.

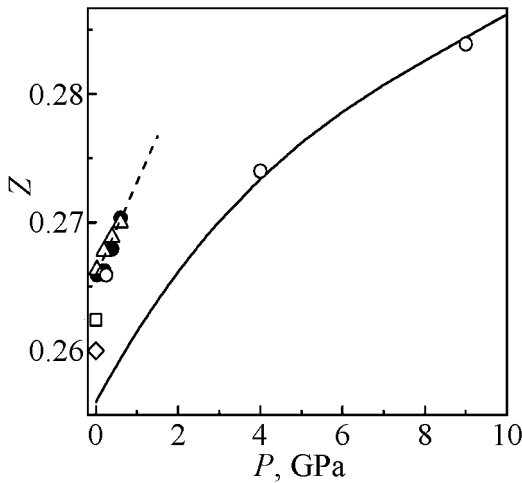
In order to analyse the experimental data on  $\chi(P)$  in FeSe and FeTe, we used the calculated paramagnetic contributions to susceptibility,  $\chi_{\text{spin}}$  and  $\chi_{\text{orb}}$ . The orbital  $\chi_{\text{orb}}$  term amounts to about 15% of the total paramagnetic susceptibility for FeSe and FeTe. The *ab initio* calculations of the paramagnetic susceptibility of the tetragonal FeSe and FeTe compounds revealed that these systems are in close proximity to the quantum critical point and magnetic instability (see Figs. 5 and 6), and this nearness can result in strong spin fluctuations.

In fact, for FeSe the calculated paramagnetic contribution  $\chi_{\text{spin}} + \chi_{\text{orb}}$  has to be substantially compensated by a diamagnetic one in order to conform with the experimental data in Fig. 1. From comparison of the calculated paramagnetic susceptibilities in Figs. 5 and 6 with the experimental dependence of  $\chi_{\text{exp}}(T)$  in Fig. 1, one

can estimate a diamagnetic contribution to magnetic susceptibility of FeSe to be about  $-1.5 \cdot 10^{-4}$  emu/mol. This diamagnetism is comparable in absolute value with the paramagnetic contribution, and presumably comes from conduction electrons.

The observed large pressure effects on magnetic susceptibility of FeSe and FeTe are intriguing and require examination. Firstly, as can be seen in Fig. 3 and in Table 1, there is a striking sign difference for the pressure effects on  $\chi$  in FeSe at low and room temperatures. Also, the absolute value of this effect is substantially larger than that observed in strongly enhanced itinerant paramagnets [22]. In FeTe the observed pressure effect on  $\chi$  appeared to be even larger and *positive* at low and room temperatures (see Fig. 4 and Table 1).

In order to clarify mechanisms of the behavior of  $\chi(P)$ , we carried out field-induced *ab initio* calculations of paramagnetic susceptibility for FeSe in the range of 0–10 kbar, based upon the pressure dependent structural parameters obtained and listed in Ref. [15]. The corresponding calculated  $Z(P)$  are in agreement with the experimental data [3,6,8,18], as is seen in Fig. 7. As a result, the calculated values of  $d \ln \chi / dP$  for FeSe appeared to be in a qualitative agreement with the experimental low temperature data, see Table 1.



**Fig. 7.** Calculated pressure behavior of the internal chalcogen structural parameter  $Z$  for FeSe (taken from Ref. [15], solid line). Experimental data on parameter  $Z$  in FeSe for the tetragonal phase at  $T = 190$  ( $\Delta$ , [6]), 295 ( $\square$ , [17]) and 300 K ( $\diamond$ , [18]), and for the orthorhombic phase at  $T = 16$  ( $\circ$ , [3]) and 50 K ( $\bullet$ , [6]). The dashed line is a guide for the eye

In order to elucidate the main mechanism of the experimentally observed strong increase in the magnetic susceptibility of FeSe and FeTe under pressure, we have also analyzed the pressure effect in terms of the corresponding change of the volume and  $Z$  parameters by using the relation:

$$\frac{d \ln \chi}{dP} = \frac{\partial \ln \chi}{\partial \ln V} \frac{d \ln V}{dP} + \frac{\partial \ln \chi}{\partial Z_X} \frac{dZ_X}{dP}. \quad (2)$$

The required values of the partial volume and  $Z$  derivatives of  $\chi$  were estimated from the results of *ab initio* calculations (as those presented in Figs. 5 and 6 for FeSe), and were found to be  $\partial \ln \chi / \partial \ln V \approx 8$  and  $\partial \ln \chi / \partial Z \approx 65$  for FeSe, and  $\partial \ln \chi / \partial \ln V \approx 40$  and  $\partial \ln \chi / \partial Z \approx 350$  for FeTe. The value  $d \ln V / dP = -3 \text{ Mbar}^{-1}$  is taken for the compressibility of FeSe and FeTe, which agrees closely with the experimental values reported in Refs. [4,6,7]. Also, the optimized value  $dZ/dP = 0.55 \text{ Mbar}^{-1}$  [15] was

adopted for evaluation of Eq. (2). As is seen in Fig. 7, this value of  $dZ/dP$  at lower pressures is in agreement with the experimental data of Ref. [6]. The experiments of Ref. [3] were basically focused on the higher pressures (up to 120 kbar), and have not provided detailed data for the lower pressure region.

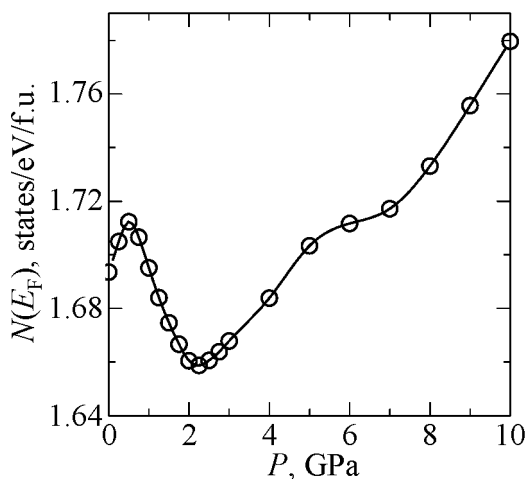
As far as all parameters entering Eq. (2) are estimated, the first term in (2) results in a large negative value of about  $-24 \text{ Mbar}^{-1}$ , whereas the second term appears to be large and positive:  $\partial \ln \chi / \partial Z \times dZ/dP \simeq 36 \text{ Mbar}^{-1}$ . The both terms in Eq. (2) taken together yield the theoretical estimation  $d \ln \chi / dP \simeq 12 \text{ Mbar}^{-1}$  for FeSe, which is qualitatively consistent with the low temperature experimental data and results of our direct *ab initio* calculations of  $\chi(P)$  (see Table 1).

In the absence of reliable data on  $dZ/dP$  for FeTe, we can fit the experimental pressure effect  $d \ln \chi / dP \sim 20 \text{ Mbar}^{-1}$  for FeTe in PM state within Eq. (2) by setting  $dZ/dP = 0.40 \text{ Mbar}^{-1}$ , which provides a large positive value of the second term in Eq. (2),  $\partial \ln \chi / \partial Z \times dZ/dP \simeq 140 \text{ Mbar}^{-1}$ . Actually, the above choice of the  $dZ/dP$  derivative is consistent with the available data on the pressure dependence of  $Z$  parameter for the related FeSe compound, as is seen in Fig. 7.

The above estimations allowed to shed light on the nature of the observed hydrostatic pressure effect on  $\chi$  in FeTe and FeSe (at low temperatures) by separating effects of change in structural parameters  $V$  and  $Z$ . Based on results of the *ab initio* calculations, shown in Figs. 5 and 6, it is found that the pressure effect on  $\chi$  for FeSe (and also for FeTe) can be represented as a sum of two large in size and competing contributions, related to the pressure dependence of the structural parameters  $V$  and  $Z$ . Therefore, the large *positive* values of the pressure effect  $d \ln \chi / dP$  are determined by a change of  $Z$  under pressure, which plays a substantial role in Eq. (2), taking into account the calculated strong dependences of susceptibility on  $Z$ .

The nature of this large positive pressure effect on  $\chi$  in FeSe is similar to that for FeTe compound. However, in the case of FeTe, such effect is twice more pronounced, and also takes place at room temperatures, whereas for FeSe  $d \ln \chi / dP$  is found to be negative at 300 K (see Table 1). The grounds of this difference are unclear. At the present stage one can presume, that the negative sign of  $d \ln \chi / dP$  derivative is probably related to the nature of the observed anomalous growth of  $\chi(T)$  up to room temperatures (Fig. 1), which is not the case for FeTe.

Basically, the observed positive pressure effect on  $\chi$  in FeSe at low temperatures correlates with the calculated behavior of the density of states at the Fermi level  $N(E_F)$  at low pressures (Fig. 8). At higher pressures, one can see non-monotonic variation of  $N(E_F)$  in Fig. 8 which clearly exhibits the consecutive maximum at 5 kbar and the minimum at 22 kbar. It should be noted, that the presently calculated behavior of  $N(E_F)$  under pressure is qualitatively consistent with the reported experimental dependencies of  $T_C(P)$  in FeSe (the corresponding maximum and minimum of  $T_C(P)$  were observed at  $\simeq 8$  kbar and  $\simeq 13$  kbar, respectively [9,10,13]). This correlation of pressure dependencies of  $N(E_F)$  and  $T_C$  might be considered as an indication of BCS-like pairing mechanism in FeSe.



**Fig. 8.** Calculated pressure dependencies of the density of states at the Fermi level for FeSe (in states/eV/f.u.). The pressure dependent structural parameters, including lattice constants and atomic positions, were taken from the optimization of Ref. [15] ( $\circ$ ) with the small upward shift  $\Delta Z = +0.004$  to start from the experimental value of  $Z$  (see  $Z(P)$  behavior in Fig. 7). The solid line is a guide for the eye

## 5. Conclusions

The intrinsic magnetic susceptibility of FeSe compound is found to rise substantially with temperature, which points to the itinerant nature of the electronic states of Fe. The origin of the observed about twofold increase of  $\chi$  in FeSe up to 300 K is puzzling. The precision measurements of magnetic susceptibility were carried out under hydrostatic gaseous pressure and the strong positive pressure effect on  $\chi$  is revealed for FeTe and for FeSe at low temperatures, whereas at room temperature for FeSe the pressure effect is found to be also strong, but *negative*.

*Ab initio* calculations of the paramagnetic susceptibility of FeSe and FeTe revealed that these systems are in close proximity to the quantum critical point, and this nearness can result in strong spin fluctuations. Paramagnetic susceptibility of FeSe and FeTe indicates a strong sensitivity to the unit cell volume  $V$  and the height  $Z$  of chalcogen species above the Fe plane. It is found that the observed large positive pressure effect on  $\chi$  in FeSe at low temperatures and in FeTe is related to considerable sensitivity of the paramagnetic susceptibility to the internal parameter  $Z$ , determining the dominant positive term in Eq. (2). At higher temperatures, the anomalous growth of  $\chi(T)$  in FeSe is apparently reduced by applied pressure, however the grounds of the negative sign of  $d\ln\chi/dP$  derivative at 300 K are unclear.

The present calculations demonstrate that for the FeSe compound, the behavior of superconducting transition temperature with pressure correlates with the density of electronic states at the Fermi level. This fact indicates a possibility of realization of the BCS-like pairing mechanism in this system. In general, our results suggest that the itinerant magnetism approach within the DFT-LSDA methods is relevant to describe the paramagnetic normal state of FeSe and FeTe.

This work was supported by the Russian-Ukrainian RFBR-NASU project 01-02-12 and 12-02-90405, by NASU Young Scientists Grant 3-2012, and by a grant of the President of the Russian Federation for State Support of Young Russian Scientists (MK-1557.2011.5).



1. Y. Mizuguchi, Y. Takano, J. Phys. Soc. Jpn. **79**, 102001 (2010).
2. Y. Mizuguchi, Y. Takano, Z. Kristallogr. **226**, 417 (2011).
3. S. Margadonna, Y. Takabayashi, Y. Ohishi, Y. Mizuguchi, Y. Takano, T. Kagayama, T. Nakagawa, M. Takata, K. Prassides, Phys. Rev. **B80**, 064506 (2009).
4. D. Braithwaite, B. Salce, G. Lapertot, F. Bourdarot, C. Marin, D. Aoki, M. Hanfland, J. Phys.: Condens. Matter **21**, 232202 (2009).
5. Y. Han, W.Y. Li, L.X. Cao, L.X. Wang, B. Xu, B.R. Zhao, Y.Q. Guo, J.L. Yang, Phys. Rev. Lett. **104**, 017003 (2010).
6. J.N. Millican, D. Phelan, E.L. Thomas, J.B. Leao, E. Carpenter, Solid State Commun. **149**, 707 (2009).
7. G. Garbarino, A. Sow, P. Lejay, A. Sulpice, P. Toulemonde, M. Mezouar, M. Nunez-Regueiro, Europhys. Lett. **86**, 27001 (2009).
8. R.S. Kumar, Y. Zhang, S. Sinogeikin, Y. Xiao, S. Kumar, P. Chow, A.L. Cornelius, C. Chen, J. Phys. Chem. **B114**, 12597 (2010).
9. S. Masaki, H. Kotegawa, Y. Hara, K. Murata, Y. Mizuguchi, and Y. Takano, J. Phys. Soc. Jpn. **78**, 063704 (2009).
10. K. Miyoshi, Y. Takaichi, E. Mutou, K. Fujiwara, and J. Takeuchi, J. Phys. Soc. Jpn. **78**, 093703 (2009).
11. H. Okabe, N. Takeshita, K. Horigane, T. Muranaka, J. Akimitsu, Phys. Rev. **B81**, 205119 (2010).
12. T. Imai, K. Ahilan, F.L. Ning, T.M. McQueen, R.J. Cava, Phys. Rev. Lett. **102**, 177005 (2009).
13. M. Bendele, A. Ichsanow, Yu. Pashkevich, L. Keller, Th. Strassle, A. Gusev, E. Pomjakushina, K. Conder, R. Khasanov, H. Keller, Phys. Rev. **B85**, 064517 (2012).
14. V. Tsurkan, J. Deisenhofer, A. Günther, Ch. Kant, H.-A. Krug von Nidda, F. Schrettle, A. Loidl, Eur. Phys. J. **B79**, 289 (2011).
15. A. Ciechan, M.J. Winiarski, M. Samsel-Czekala, Acta Phys. Polonica **A121**, 820 (2012).
16. A.S. Panfilov, Physics and Technics of High Pressures (in Russian) **2**, № 2, 61 (1992).
17. R.W. Gómez, V. Marquina, J.L. Pérez-Mazariago, R. Escamilla, R. Escudero, M. Quintana, J.J. Hernández-Gómez, R. Ridaura, M.L. Marquina, J. Supercond. Nov. Magn. **23**, 551 (2010).
18. R. Hu, H. Lei, M. Abeykoon, E.S. Bozin, S.J.L. Billinge, J.B. Warren, T. Siegrist, C. Petrovic, Phys. Rev. **B83**, 224502 (2011).
19. J.M. Wills, M. Alouani, P. Andersson, A. Delin, O. Eriksson, A. Grechnev, Full-Potential Electronic Structure Method, Springer Verlag, Berlin (2010).
20. A. Subedi, L. Zhang, D.J. Singh, M.-H. Du, Phys. Rev. **B78**, 134514 (2008).
21. G.E. Grechnev, R. Ahuja, O. Eriksson, Phys. Rev. **B68**, 64414 (2003).
22. G.E. Grechnev, Low Temp. Phys. **35**, 638 (2009).

*Г.С. Гречнев, А.С. Панфилов, В.О. Десненко, О.В. Федорченко, И.П. Журавльова,  
С.Л. Гнатченко, В. Цуркан, Д.О. Чареев, О.С. Волкова, О.М. Васильев*

## ВПЛИВ ТИСКУ НА ЕЛЕКТРОННУ СТРУКТУРУ Й МАГНІТНІ ВЛАСТИВОСТІ НАДПРОВІДНИКІВ FeSe(Te)

Магнітну сприйнятливість  $\chi$  сполук FeSe і FeTe, які утворюють найпростішу систему FeSe(Te) нових надпровідників на основі заліза, вивчено в нормальному стані під дією гідростатичного тиску. Значний позитивний ефект тиску на  $\chi$  визначено при низьких температурах для обох сполук. При кімнатній температурі цей ефект виявляється також сильним, але негативним – для FeSe і позитивним – для FeTe. Розрахунки з перших принципів залежності електронної структури й магнітної сприйнятливості від тиску показали, що FeSe і FeTe близькі до магнітної нестійкості з переважанням обмінно-посиленого спінового парамагнетизму. Обчислена парамагнітна сприйнятливість проявляє сильну залежність від об'єму елементарної комірки й висоти  $Z$  шару халькогену над площиною заліза. Великі позитивні ефекти тиску на  $\chi$  в FeTe і FeSe, які спостерігалися при низьких температурах, пов'язані зі значною чутливістю парамагнетизму до внутрішнього параметру  $Z$ . Показано, що наявні експериментальні дані про сильну й немонотонну залежність температурного надпровідного переходу від тиску в FeSe якісно корелюють із розрахованою поведінкою густини електронних станів на рівні Фермі.

**Ключові слова:** надпровідники на основі заліза, FeSe, FeTe, магнітна сприйнятливість, ефект тиску, електронна структура

*Г.Е. Гречнев, А.С. Панфилов, В.А. Десненко, А.В. Федорченко, И.Л. Гнатченко,  
В. Цуркан, Д.А. Чареев, Е.С. Козлякова, О.С. Волкова, А.Н. Васильев*

## ВЛИЯНИЕ ДАВЛЕНИЯ НА ЭЛЕКТРОННУЮ СТРУКТУРУ И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА СВЕРХПРОВОДНИКОВ FeSe(Te)

Магнитная восприимчивость  $\chi$  соединений FeSe и FeTe, которые образуют простейшую систему FeSe(Te) новых сверхпроводников на основе железа, изучена в нормальном состоянии под действием гидростатического давления. Значительный положительный эффект влияния давления на  $\chi$  обнаружен при низкой температуре для обоих соединений. При комнатной температуре этот эффект оказывается также сильным, но отрицательным – для FeSe и положительным – для FeTe. Расчеты из первых принципов зависимости электронной структуры и магнитной восприимчивости от давления показали, что FeSe и FeTe близки к магнитной неустойчивости с преобладанием обменно-усиленного спинowego парамагнетизма. Вычисленная парамагнитная восприимчивость проявляет сильную зависимость от объема элементарной ячейки и высоты  $Z$  слоя халькогена над плоскостью железа. Наблюдаемые большие положительные эффекты давления на  $\chi$  в FeTe и FeSe при низких температурах связаны со значительной чувствительностью парамагнетизма к внутреннему параметру  $Z$ . Показано, что имеющиеся экспериментальные данные о сильной и немонотонной зависимости температурного сверхпроводящего перехода от давления в FeSe качественно коррелируют с рассчитанным поведением плотности электронных состояний на уровне Ферми.

**Ключевые слова:** сверхпроводники на основе железа, FeSe, FeTe, магнитная восприимчивость, эффект давления, электронная структура

PACS: 62.20.Qp, 62.20.D

D. Petrović<sup>1</sup>, O. Čabarkapa<sup>1</sup>, Z. Burzić<sup>2</sup>, S. Stopić<sup>3</sup>

## NUMERICAL ANALYSIS OF THE STATES OF DEFORMATION AND STRESS IN THE SEALING ELEMENTS

<sup>1</sup>Ministry of Defence, Belgrade, Serbia

<sup>2</sup>Military Technical Institute, Belgrade, Serbia

<sup>3</sup>IME Process Metallurgy and Metal Recycling, RWTH Aachen University, Germany

Received June 25, 2012

*The state of deformation and stress in the sealing elements is of high importance for the projecting of the sealing rings on the electronic covers in a plane. Modeling is required in order to predict the pressurization in cabins during a flight. In this study the influence of parameters on the characteristics of materials was investigated. Because of the non-linearity caused by different geometry and high deformation, the analysis of mutual effects between a sealing ring and a gutter is a very complex three dimensional problem. Experimental testing of the sealing ring was performed as an investigation of compression, which was mostly used for the analysis of an elastomer. Numerical analysis of the behavior of a sealing element was performed using the finite element method with a variant of basic tension and states through the material. Because of the present friction between the sealing element and the gutter, a friction coefficient was involved in the numerical analysis of the present deformation. The obtained experimental and numerical values were compared. The best agreement between the experimental results and numerical analysis was reached for an application of the input set for the basic states of the elongation tension and volume compression.*

**Keywords:** straining, volume compression, hyperelasticity, contact bond, tire, finite element method, load, deformation

### 1. Introduction

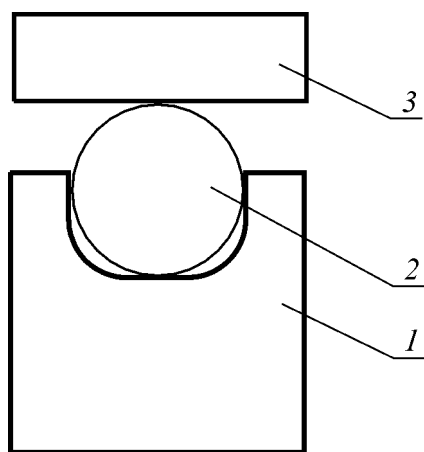
It is known that the most of technical structures contain different types of the mechanical bonds of two different bodies. Therefore a determination of the tension-deformation state of particular parts for different load is of the most importance during construction of some architecture. In the contact zones, the friction was formed between contact surfaces of bodies resulting in an increase of tension. According to the previous mentioned in this study, an analysis of tension state of sealing ring as one contact problem will be performed. Because the tire belongs to the hyperelastic materials with high nonlinear characteristics and very small compressibility, the numerical analysis is very complex. Therefore a definition of chosen material is of the most importance for an application in aircraft industry.

After the analysis of the closed part during exploitation the most important target represents the influence of the compression nature of the chosen elastome on

the stress distribution in the tire. The numerical analysis of the sealing element was performed using the initial values of tightening and volume compression for the modeling of the materials characteristics.

## 2. Theoretical background

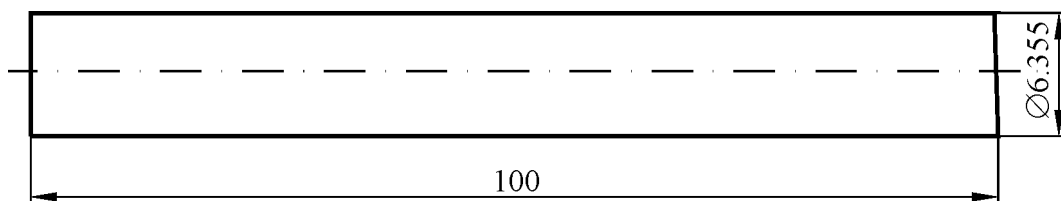
The analysis of mutual effects between a sealing ring and a gutter is a very complex three dimensional contact problem, which includes nonlinearity from different geometry and high deformation. Complete sum of loads contains an effect of a plate 3 on the sealing ring 2 and has mutual effect on a gutter 1, what is shown in Fig. 1.



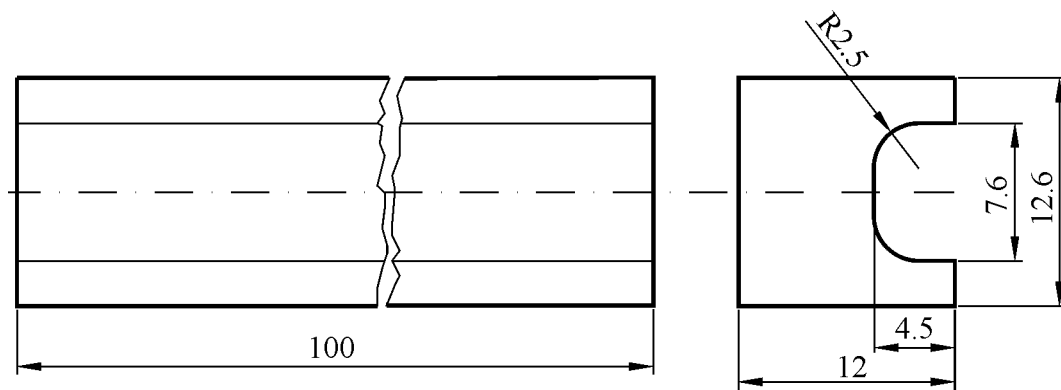
**Fig. 1.** Sealing element situated in a gutter down by a plate: 1 – the gutter, 2 – the sealing ring, 3 – the plate

The basis conditions along the surface contacts prevent an overlapping of materials forming the contact forces, which act along the contact zones. These forces are equal and opposite. The normal forces are responsible for the formed pressure. The tangential forces act according to the forces on the friction.

The structure analysis requires decomposition on the basic parts and its separated investigation. Therefore in this analysis, a sealing ring, gutter and cover are involved (as shown in Figs. 2 and 3). According to dimension on the Fig. 2, the analysis of a sealing element in a gutter under pressure of the cover was performed experimentally with using of the numerical method on the clip (segment) of a sealing ring.



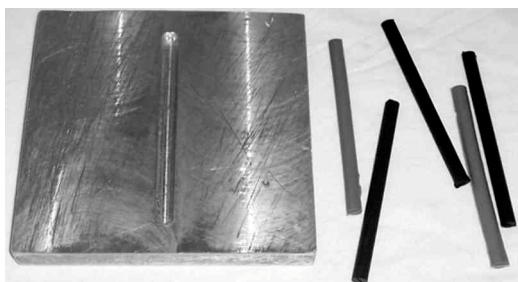
**Fig. 2.** Segment of a sealing ring



**Fig. 3.** Segment of a gutter

### 3. Experimental analysis

The experimental analysis of the sealing ring was performed as an investigation of compression, which was mostly used for the analysis of an elastomer. The experimental results were compared with ones by numerical analysis. Because of present friction between the sealing element and the gutter, friction coefficient will be involved in the numerical analysis of the present deformation in order to decrease the difference between numerical and experimental analysis. According to the previous mentioned, a friction coefficient can contribute to the increase of the shearing deformation.

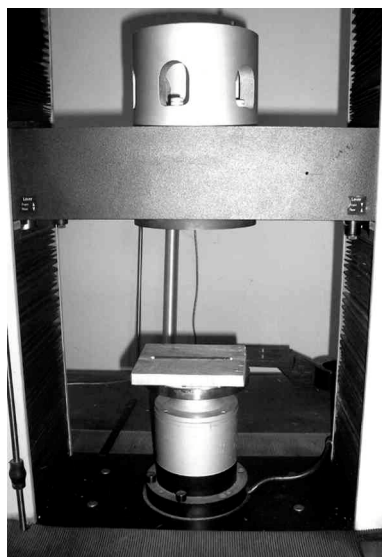


**Fig. 4.** The plate and the investigated samples

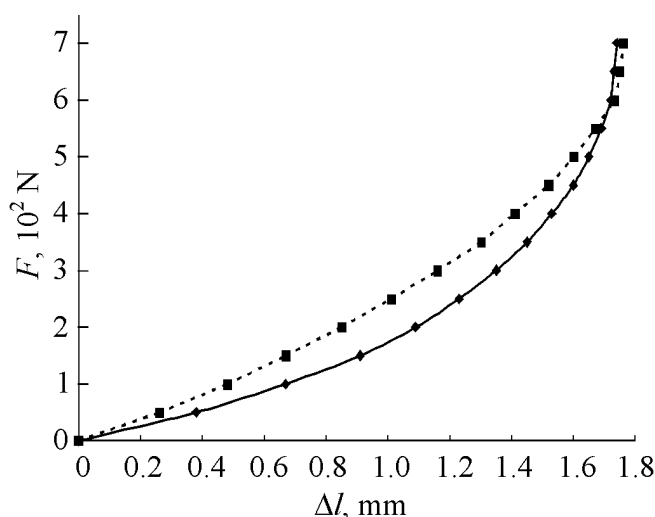
Experimental analysis was performed on the samples of the sealing element according to dimensions shown in Fig. 2. Look of samples and plate with an cutting gutter was shown in Fig. 4. The gutter on this plate has a form and dimensions shown in Fig. 3.

In order to investigate the compression of a sealing ring, which is closed during an application, the device «Instron» was used, as shown in Fig. 5. During the compression test, the plate with a cutting gutter was situated on the working part of the instrument, while the upper surface of device presses on a sealing element.

Investigated samples were done by two different types of tire with the hardness values of 55 and 59 Shore, respectively. The results of the analysis are given in Fig. 6.



**Fig. 5.** The plate with the sealing element situated on the working table of the device for the investigation



**Fig. 6.** Compression curve of a sealing element: —◆— — 55 Shore (experimental), —■— — 59 Shore (experimental)

#### 4. Model by Mooney–Rivlin

In order to define the material of the sealing element, three parameter model by Mooney-Rivlin was applied. Potential deformation energy was presented in the following form according to two parameter model by Mooney–Rivlin, as shown with

$$W = {}^{\text{iso}}W + {}^{\text{vol}}W. \quad (1)$$

If the volume is constant, the function for deformation energy for the three dimensional system is given by

$${}^{\text{iso}}W = c_{10}(\bar{I}_1 - 3) + c_{01}(\bar{I}_2 - 3) + c_{11}(\bar{I}_1 - 3)(\bar{I}_2 - 3), \quad (2)$$

whereby:  $c_{10}$ ,  $c_{01}$ ,  $c_{11}$  are the constants for materials;  $\bar{I}_1$ ,  $\bar{I}_2$  are the main invariants of deformation tensor (volume is constant).

While the volume part is given

$${}^{\text{vol}}W = \frac{1}{d}(\lambda_1\lambda_2\lambda_3 - 1)^2, \quad (3)$$

whereby:  $\lambda_1$ ,  $\lambda_2$ ,  $\lambda_3$  are the main elongations;  $d$  is the parameter of material non-compressibility.

#### 5. Numerical analysis

The main aim of numerical analysis was to predict the behaviour of a sealing ring via mathematical model. In order to form a precise mathematical model a physical prototype of a gutter and sealing ring was proposed and shown in Fig. 7.

Physical and mechanical parameters of modl materials have the following values for the gutter/cover: Young' modulus of elasticity  $E = 7390/21000 \text{ daN/mm}^2$ ; Poisson' coefficient  $\nu = 0.3/0.3$ .

During numerical analysis of behaviour of a sealing element pressured in gutter via cover and pressure between the gutter and the plate, the finite element method was used. In this consideration, the contact problem was involved. In order to analyse the compressive nature of sealing element, friction coefficient of  $\mu = 0.3$  was assumed. The coefficient of friction of 0.3 was chosen based on previous studies of compression of these materials in the range of 0.02 to 0.3, where the best consent of experimental and numerical results was obtained with the coefficient of friction of 0.3 [13].

Because the model and load are symmetrical, the half model was used in the analysis (Fig. 8). This is also possible, because the load and support are symmetrical.

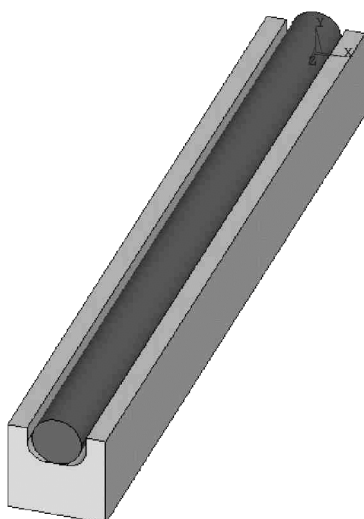


Fig. 7. Proposed 3D-model of a sealing ring and gutter

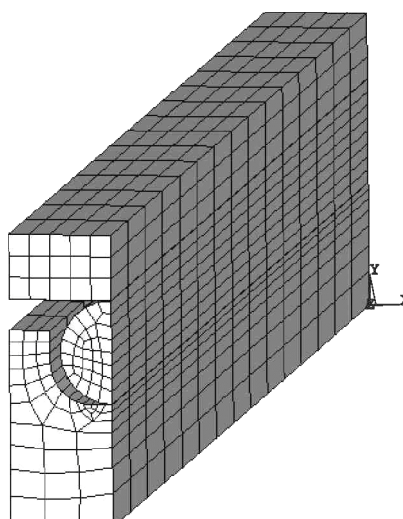


Fig. 8. Half 3D-model

Table 1

Constants of materials for a tire with hardness of 55 Shore

Basic states of stress	Constant of Mooney–Rivlin			
	$c_{10}$	$c_{01}$	$c_{11}$	$d$
Elongation	-0.059284	0.13674	0.011473	0
Elongation and volume compression				27.589

Table 2

Constants of materials for a tire with hardness of 59 Shore

Basic states of stress	Constant of Mooney–Rivlin			
	$c_{10}$	$c_{01}$	$c_{11}$	$d$
Elongation	-0.047221	0.10954	0.0093815	0
Elongation and volume compression				27.702

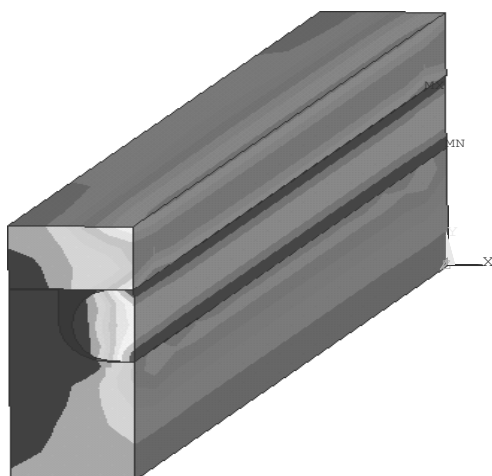


Fig. 9. The Misses' tension

During the analysis of deformation and tension behaviour for a sealing ring, the model by Mooney–Rivlin was applied with different inputs related to the basic states of stress: an elongation and volume compression. Experimental values are presented in Fig. 9.

The Mooney–Rivlin constants are shown for two input sets: elongation, elongation and volume compression.

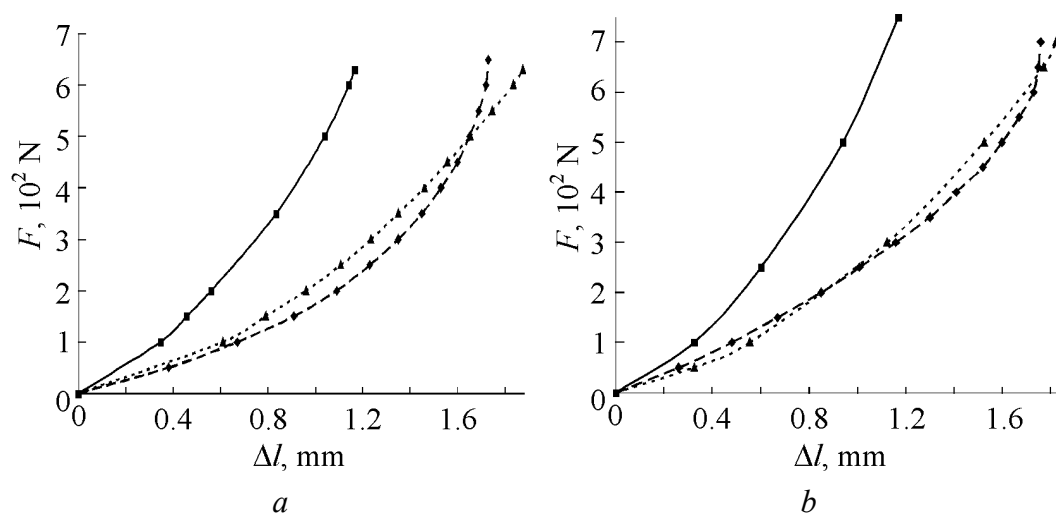
The support was defined according to the experimental part without any movement of the plate with the gutter in all

directions. The load was considered as a movement of the cover, so that the cover makes a pressure on the sealing element and fills the gutter.

Two contact bonds are identified in this analysis: 1) between the surfaces of contacts of sealing ring and the plate; 2) between the sealing element and the gutter with a friction coefficient of  $\mu = 0.3$ .

## 6. Analysis of the obtained results

The **Misses' tension** values in the sealing ring, gutter, an plate are shown in Fig. 10. As expected, the highest values of stress in the sealing element were found on the contact places with the plate and the gutter.



**Fig. 10.** Diagram of load vs deformation for the tire with hardness of 55 Shore (a) and 59 Shore (b): --◆-- – experimental, —■— – simple tension (numerical analysis), ---▲--- – simple tension and volume compression (numerical analysis)

As previous mentioned, the most important aim of this analysis was to test an agreement for the experimental and numerical analysis. In Fig. 9 the stress-deformation diagrams are shown concerning to the experimental and numerical analysis. The friction coefficient between the sample and the gutter amounts 0.3. The comparative analysis between the experimental results and numerical analysis offers the following details of the process.

The best agreement between the experimental results and numerical analysis was done for an application of the input set for the basic states of the elongation tension and volume compression;

Using the input for an elongation in numerical analysis the calculated force for the compacting of a sealing ring of 1.3 mm was three times higher than the real value.

An application of the input set for elongation and volume compression shows deviation about 20% between the experimental results and numerical analysis.



## 7. Conclusion

Such as confirmed in this study the modeling of hyperelastic materials using the finite element method is of big importance for the consideration of the real closed construction. Therefore the values of obtained elongation for a compression analysis shall be not particularly used, but also combined with other set values obtained from volume compression. Although the real value of friction was established, the friction coefficient has to be used in order to perform precise analysis. The obtained results help the constructor to choose the input set (elongation and elongation and volume compression) in order to better define hyperelastic materials, which are under pressure in the closed part of a device during an application. Especially, this analysis can serve for the projecting of the sealing rings on the electronic covers in an aeroplane in order to prevent penetration of humidity. Concerning to the cabin of the battle plane, this study might be served for the providing of required pressurization in cabins during a flight on the high heights.

We would like to thank the Ministry for Science and Technological Development of Republic of Serbia for the financial support on the project: Research and development system of unmanned aircraft in function surveillance of transport infrastructure (registration number of contracts: 36050 MNT RS).

1. *M. Sekulović*, Finite element method, Građevinska knjiga, Belgrade (1984).
2. *K.J. Bathe*, Finite Element Procedures, Prentice Hall (1996).
3. *M. Bercovier, E. Jankovich, F. Leblanc, and M.A. Durand*, Computers and Structures **14**, 384 (1981).
4. *S. Cescotto and G. Fonder*, Int. J. Solids & Structures **15**, 589 (1979).
5. *R.W. Ogden*, Proc. Royal Soc. **A326**, 565 (1972).
6. *R.W. Ogden*, in: Mechanics of Solids, H.G. Hopkins and M.J. Sewell (eds.) (1982), p. 499–537.
7. *S.T.J. Peng, E.B. Becker, and T.M. Miller*, NASA Tech Briefs **14**, № 9 (1990).
8. *N.W. Tschoegl*, J. Polymer Science **A1**, 1959 (1971).
9. *O.C. Zienkiewicz, R.L. Taylor*, The Finite Element Method, McGraw Hill, London (1991), v. 2.
10. *O.H. Yeoh*, Comprehensive Polymer Science, S.L. Aggarwal (ed), Pergamon Press (1995).
11. *D. Petrović*, Military Technical Courier 3–4 (2005).
12. *I. Krivošić, D. Petrović, D. Škatarić*, Jupiter Conference 2006, Proceeding of works, Zlatibor (2006), 2.45–2.48.
13. *D. Petrović, and O. Čabarkapa*, SYM-OP-IS 2008, Proceeding of abstracts, Soko Bahja (2008), p. 333–336.
14. *D. Petrović and O. Čabarkapa*, SymOrg 2008, Proceeding of abstracts, Belgrade (2008), p. 277.
15. *D. Petrović*, Doctoral thesis, Faculty for mechanical engineering, Belgrade (2008).
16. *P. Wriggers and O. Scherf*, Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering **151**, 593 (1998).

*Д. Петрович, О. Чабаркапа, Ж. Буржич, С. Стопич*

### ЧИСЕЛЬНИЙ АНАЛІЗ ДЕФОРМОВАНИХ І НАПРУЖЕНИХ СТАНІВ В УЩІЛЬНЮВАЛЬНИХ ЕЛЕМЕНТАХ

Аналіз деталей, виготовлених з надпружних матеріалів з додатковим покриттям, є складною процедурою, ціллю якої є прогнозування деяких деформованих і напружених станів в ущільнювальному елементі системи безпілотного літака, використаного для спостереження за транспортною інфраструктурою. З метою встановлення точних значень напруження і деформації в ущільнювальному елементі вивчено вплив найбільш значущих параметрів на характеристики матеріалів. Проведено чисельний аналіз поведінки ущільнювального елемента, який описує матеріал за допомогою методу кінцевих елементів при різних основних напружених і деформованих станах (розтягування й корозія з об'ємним стисненням). Представлено порівняння отриманих експериментальних даних і результатів розрахунку.

**Ключові слова:** розтягування, об'ємне стиснення, надпружність, контактний зв'язок, шина, метод кінцевих елементів, навантаження, деформація

*Д. Петрович, О. Чабаркапа, Ж. Буржич, С. Стопич*

### ЧИСЛЕННЫЙ АНАЛИЗ ДЕФОРМИРОВАННЫХ И НАПРЯЖЕННЫХ СОСТОЯНИЙ В УПЛОТНИТЕЛЬНЫХ ЭЛЕМЕНТАХ

Анализ деталей, изготовленных из сверхупругих материалов с дополнительным покрытием, представляет собой сложную процедуру, имеющую целью прогнозирование некоторых деформированных и напряженных состояний в уплотнительном элементе системы беспилотного самолета, используемого для наблюдения за транспортной инфраструктурой. С целью установления точных значений напряжения и деформации в уплотнительном элементе изучено влияние наиболее значимых параметров на характеристики материалов. Проведен численный анализ поведения уплотнительного элемента, описывающий материал с помощью метода конечных элементов при различных основных напряженных и деформированных состояниях (растяжение и коррозия с объемным сжатием). Представлено сравнение полученных экспериментальных данных и результатов расчета.

**Ключевые слова:** растяжение, объемное сжатие, сверхупругость, контактная связь, шина, метод конечных элементов, нагрузка, деформация

PACS: 62.20.Fe

Ю.Н. Подрезов, В.И. Даниленко

## ФЕНОМЕНОЛОГИЯ МОДУЛЯ ПЛАСТИЧНОСТИ СИЛЬНОДЕФОРМИРОВАННЫХ МАТЕРИАЛОВ

Институт проблем материаловедения им. И.Н. Францевича НАН Украины  
ул. Кржижановского, 3, г. Киев, 03680, Украина

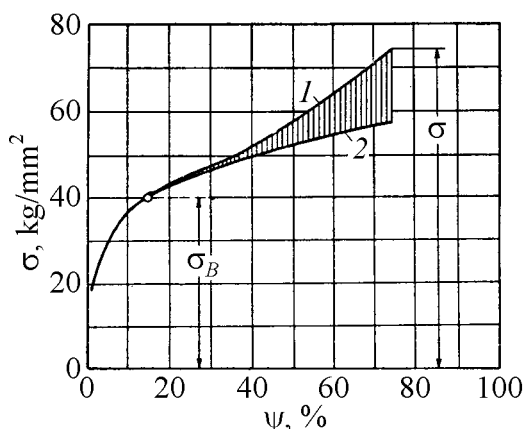
Статья поступила в редакцию 5 ноября 2012 года

*В основу анализа законов упрочнения при больших деформациях положен постулат о линейной связи между истинным напряжением и деформацией материала. По аналогии с упругой деформацией коэффициент пропорциональности  $\theta$  часто называется модулем пластичности. В данной работе обращено внимание на ряд особенностей, которые необходимо учитывать при исследовании этого важного физического параметра. Рассмотрено влияние схемы деформирования и условий повторного нагружения на параметры упрочнения.*

**Ключевые слова:** упрочнение, большие деформации, модуль пластичности

В основу анализа законов упрочнения при больших деформациях положен постулат о линейной связи между истинным напряжением и деформацией материала. Такая связь экспериментально наблюдалась многими авторами [1–6]. Формальное определение параметров упрочнения на стадии больших деформаций значительно проще, чем в начале кривой упрочнения. Если для ранних стадий, где работает параболическое упрочнение, расчет коэффициентов и показателей упрочнения требует преобразования координат [7,8], то при больших деформациях связь между напряжением и деформацией предлагается описывать простым линейным законом [1–4]:  $\sigma_{tr} = \sigma_{par} + \theta e$ , где  $\sigma_{tr}$  – истинное напряжение,  $\sigma_{par}$  – напряжение в конце параболической стадии,  $\theta$  – коэффициент линейного упрочнения,  $e$  – деформация. По аналогии с упругой деформацией, где также наблюдается линейная связь между напряжением и деформацией, коэффициент  $\theta$  часто называется модулем пластичности. Причина линейного закона упрочнения, несомненно, кроется в механизмах пластической деформации при больших ее степенях, а величина  $\theta$  зависит от условий формирования деформационной субструктуры.

К сожалению, физический смысл коэффициента линейного упрочнения пока до конца не выяснен, к тому же существуют определенные противоречия в методиках его расчета и интерпретации результатов экспериментов. В одних работах постоянство скорости упрочнения наблюдается для относи-



**Рис. 1.** График зависимости истинного напряжения от сужения: 1 – расчетная кривая, 2 – с учетом поправки на распределение напряжений в шейке [5]

Угол наклона на линейном участке зависимости истинное напряжение–относительное сужение авторы [5] впервые назвали модулем пластичности. Хотя иллюстрация линейного упрочнения приводится для деформации, определяемой относительным сужением, величину модуля пластичности они предлагали определять в терминах истинной деформации  $D_\sigma = d\sigma/de$ . С учетом связи между истинной деформацией  $e$  и относительным сужением  $\psi$ , которая описывается выражением  $e = \ln(1/(1 - \psi))$ , было получено соотношение между коэффициентом линейного упрочнения  $d\sigma/d\psi$  и модулем пластичности

$$\frac{d\sigma}{d\psi} = \frac{d\sigma}{(1 - \psi)de} = D_\sigma \frac{1}{1 - \psi} \quad (1)$$

или

$$D_\sigma = \frac{d\sigma}{d\psi} (1 - \psi). \quad (2)$$

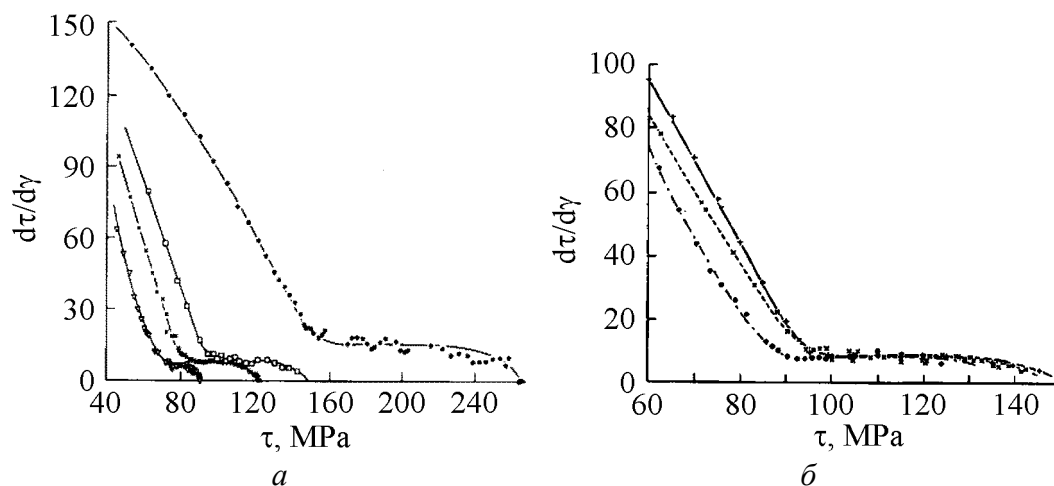
В соответствии с [5] модуль пластичности  $D_\sigma$  зависит от степени деформации.

Линейная связь между напряжением сдвига  $\tau$  и деформацией сдвига  $\gamma$  на IV стадии упрочнения (стадии формирования нанозерен) постулируется и в кинетической теории упрочнения [3]. Сторонники этой концепции чаще всего ссылаются на результаты работы Зехетбауэра с соавт. [6], полученные в экспериментах на кручение. Широко обсуждается стадийность кривых упрочнения, рассчитанных в координатах  $d\tau/d\gamma$ – $\tau$  (рис. 2).

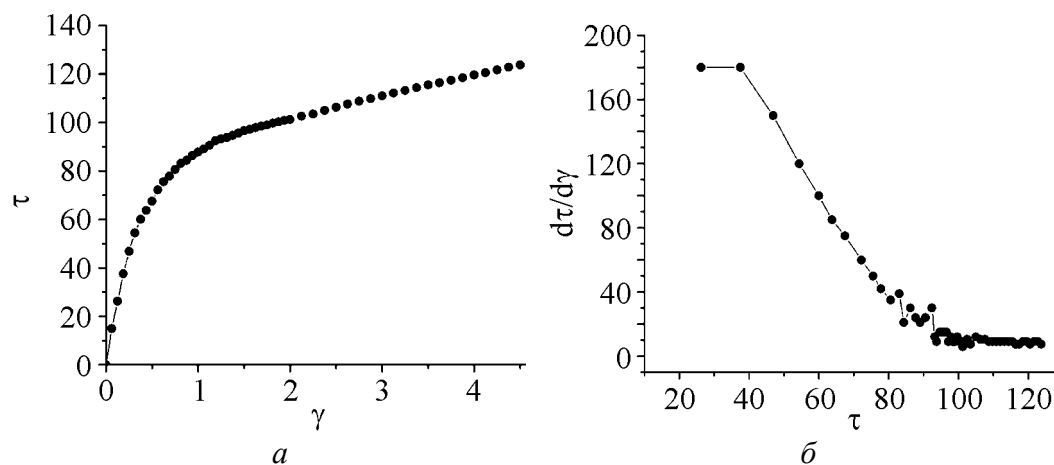
Такие зависимости получаются пересчетом диаграммы напряжение сдвига–деформация сдвига (рис. 3,а), где деформация сдвига берется в условных координатах. В кинетической теории упрочнения обычно акцентируется внимание на постоянстве скорости упрочнения при увеличении напряжения

тельного сужения  $\psi$  [3], в других – для относительного удлинения  $\epsilon$  [4] и, наконец, в третьих – для истинной деформации  $e$  [5,6]. В данной работе обращено внимание на ряд особенностей, которые необходимо учитывать при исследовании коэффициента линейного упрочнения.

Н.Н. Давиденков и Н.И. Спиридонова [5] одними из первых обратили внимание на линейную связь между напряжением и деформацией при одноосном растяжении. В качестве меры деформации они выбрали относительное сужение образца (в том числе в области шейки) (рис. 1).



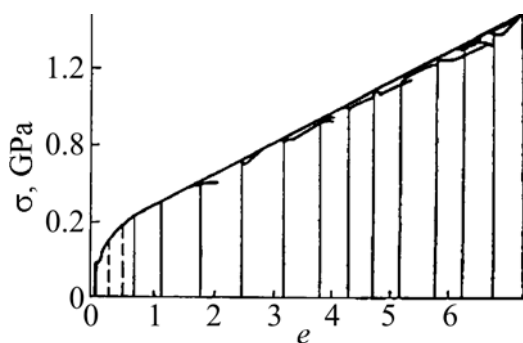
**Рис. 2.** Кривые упрочнения в координатах  $d\tau/d\gamma$ – $\tau$  алюминия, испытанного при разных температурах (а) и при разных скоростях (б) [6]



**Рис. 3.** Кривые упрочнения алюминия по результатам испытания на кручение: а – в координатах  $\tau$ – $\gamma$ , б – в координатах  $d\tau/d\gamma$ – $\tau$  [6]

в области больших деформаций (рис. 3,б). Очевидно, что это возможно лишь при условии линейной зависимости напряжения от деформации. Особо отметим, что по своей физической и механической сути понятие относительной сдвиговой деформации при кручении близко к понятию относительного удлинения. Согласно [9] связь между этими величинами описывается приближенным соотношением  $\varepsilon \sim 0.7\gamma$ .

О линейной связи напряжения и деформации говорят данные еще одной классической работы – статьи Лэнгфорда и Коэна [7], в которой представлены результаты исследования структуры и механического поведения железа при больших деформациях. Кривые упрочнения (рис. 4), построенные в истинных координатах, демонстрируют линейную зависимость между напряжением и деформацией. Отметим, что именно истинные значения напряжения деформации наиболее точно характеризуют механическое поведение деформируемого материала в каждый момент времени.



**Рис. 4.** Кривая деформационного упрочнения железа при больших деформациях [7]

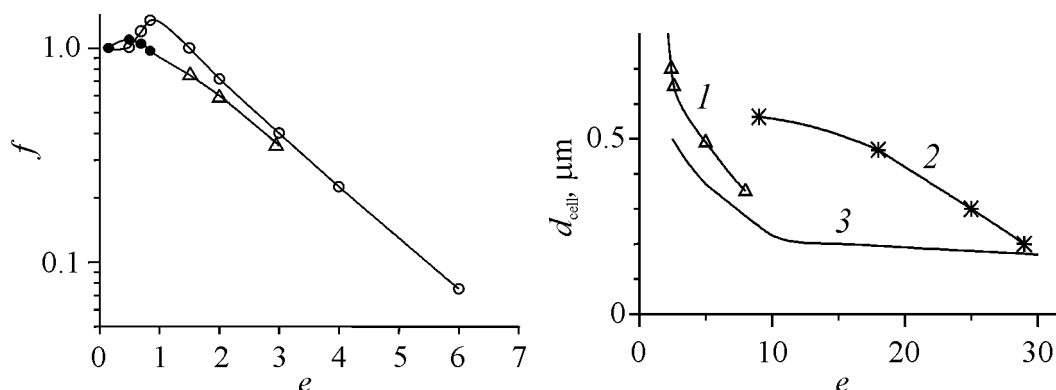
Обнаруженное авторами [7] постоянство скорости упрочнения при больших деформациях свидетельствует о неизменности механизма структурных перестроек. В этом случае единственным фактором, ответственным за упрочнение при росте деформации, является диспергирование структуры. Согласно [7] можно записать следующее соотношение для величины относительного

количества ячеек  $f$  в поперечном сечении при любой заданной степени деформации:

$$f = \frac{N}{N_i} \exp[-(e - e_i)], \quad (3)$$

где  $N_i$  – начальное число ячеек в единице площади сечения, сформировавшихся при некоторой начальной деформации  $e_i$ ,  $N$  – число ячеек в единице площади сечения при некоторой текущей деформации  $e$ . Зависимость параметра  $f$  от степени деформации представлена на рис. 5.

В области малых деформаций проявляется подобие между размером образца и размером ячейки, а в области больших деформаций – резкое замедление изменения размера ячеек. Линейная связь между напряжением и деформацией, с одной стороны, и обратно пропорциональная связь между напряжением и размером зерна – с другой, предопределяет гиперболическую зависимость размера ячейки от степени деформации для сильнодеформированных материалов. Эта зависимость хорошо подтверждается экспериментально как данными [7], так и нашими результатами, полученными на образцах железа, подвергнутых равноканальному угловому прессованию (РКУП) (рис. 6). При такой интерпретации результатов исчезает понятие



**Рис. 5.** Зависимость параметра  $f$  от степени деформации [7]

**Рис. 6.** Зависимость размера ячеек от степени деформации: 1 – прокатка, 2 – РКУП, 3 – данные [7]

минимально достижимого размера ячейки, которое будет ограничиваться степенью деформации. Приведенный пример показывает, что расчет модуля пластичности дает важную информацию о механизмах деформации и структурообразования.

Как видно из приведенных примеров, имеется значительное разночтение в методологии определения величины коэффициента линейного упрочнения. Более того, описанные выше результаты в значительной мере противоречат друг другу. Если согласно [5] истинное напряжение линейно связано с относительным сужением, то ввиду того, что  $e = \ln(1 + \epsilon)$ , а  $\epsilon - \psi - \epsilon\psi = 0$ , ни удлинение, ни истинная деформация линейную связь с истинным напряжением иметь не могут. То же касается данных Зехетбауэра [6]: если линейное упрочнение наблюдается на диаграмме нагружения в условных координатах  $\tau$ – $\gamma$ , то в истинных координатах такая связь наблюдаться не будет. Отметим, что рассчитанная в [6] величина коэффициента линейного упрочнения значительно ниже, чем полученная в [5,7]. Согласно [6] отношение коэффициента упрочнения к напряжению течения в начале линейной стадии составляет 0.05–0.1, тогда как по данным [7,8] эта величина составляет 0.3–0.5. Обнаруженная разница в значениях удельного модуля пластичности – следствие того, что скорость упрочнения, рассчитанная нормировкой на относительное удлинение при больших деформациях, значительно меньше, чем рассчитанная на единицу истинной деформации. Таким образом, отмеченные различия в методологии расчета коэффициента линейного упрочнения влияют на интерпретацию результатов, в особенности при сопоставлении численных значений коэффициентов упрочнения, полученных в разных экспериментах.

Обратим внимание, что истинная кривая деформационного упрочнения, представленная на рис. 4, построена методом повторного нагружения деформированных образцов. В работах [7,8] суммарную кривую напряжение–деформация получали как суперпозицию результатов испытаний на одноосное растяжение нескольких образцов железной или стальной проволоки, продеформированных до разных степеней деформации.

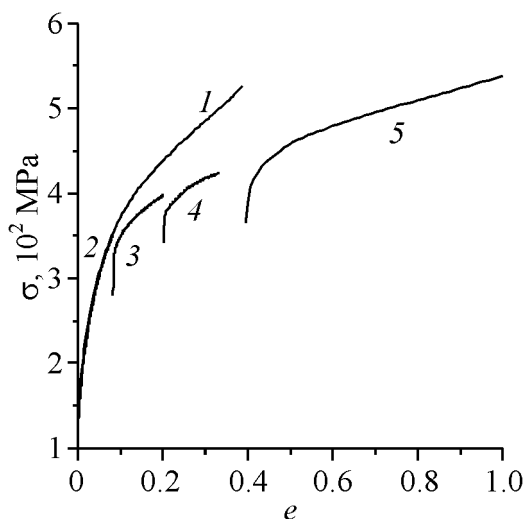
Применение схем повторного нагружения также может быть источником неточностей при расчете модуля пластичности. Использование этой методики для исследования упрочнения в сильнодеформированных материалах практически неизбежно, поскольку достигаемые суммарные деформации ( $e \sim 10$ ) значительно превосходят деформации, достигаемые в ходе непрерывного нагружения. При одноосном растяжении предельные деформации ограничены моментом разрушения и, как правило, не превышают величину  $e = 1.5$ . При сжатии ограничение связано с наличием торцевого трения. Корректный расчет кривых упрочнения при одноосном сжатии возможен до деформаций  $e = 1.2$  [4]. Наибольшие значения деформации были достигнуты при испытаниях на кручение чистых металлов (Al, Cu, Ag) [6]. Здесь в лучшем случае были получены относительные деформации сдвига  $\gamma \sim 6$ –12, что в пересчете

на величину истинной деформации составляет 1.5–2.5. К сожалению, эти цифры, как правило, достигаются лишь в самых пластичных материалах, обладающих низкими параметрами упрочнения.

Для доказательства корректности применения схем повторного нагружения используется известный постулат механики, согласно которому при повторном нагружении образца полностью воспроизводится первичная кривая нагружения. Тогда истинная кривая упрочнения может быть рассчитана прямым суммированием истинных кривых, полученных в нескольких последовательных экспериментах. Однако, как было показано нами в предыдущих работах [10], это положение хорошо выполняется для малых и средних степеней деформации и значительно хуже – при больших степенях. Наиболее наглядный пример – испытание одного и того же образца с промежуточной разгрузкой.

На рис. 7 приведены результаты наших исследований истинных кривых деформационного упрочнения алюминия, полученные при испытаниях на одноосное сжатие. Как видим, при повторном нагружении материал демонстрирует и более низкий предел текучести, и более низкий коэффициент упрочнения.

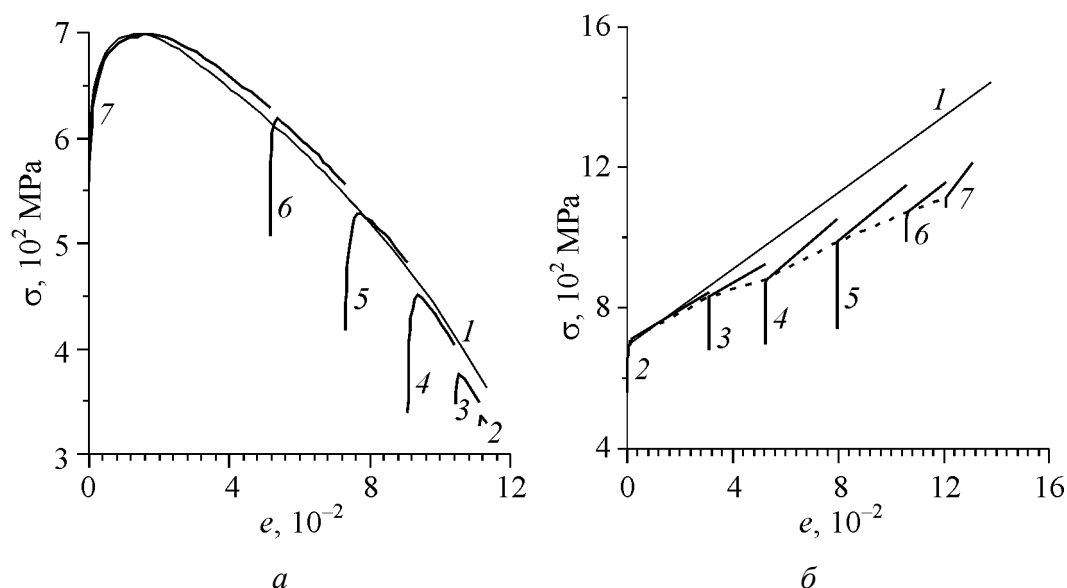
Аналогичные эффекты были обнаружены нами также при испытаниях на одноосное растяжение малолегированного титана. Чтобы приблизиться к сильнодеформированному состоянию, растягивали образцы, которые предварительно были прокатаны до деформации  $e_{\text{roll}} = 1.2$ , где  $e_{\text{roll}}$  – истинная деформация при прокатке. Один образец деформировали непрерывно до момента разрушения, второй – несколько раз разгружали, измеряли поперечное сечение, затем осуществляли повторную деформацию. Номинальные



**Рис. 7.** Кривые деформационного упрочнения алюминия при непрерывной (1, 2) и повторной (3–5) деформации

и истинные кривые упрочнения, рассчитанные с учетом изменения поперечного сечения, представлены на рис. 8, а, б соответственно (отметим, что для истинного напряжения не делали поправки на переконцентрацию напряжения в шейке, поскольку эта поправка не превышает 10%). Сравнение истинных кривых упрочнения показывает, что кривые, полученные многократным нагружением, располагаются несколько ниже (рис. 8, б). Отношение коэффициента упрочнения к напряжению течения в начале линейной стадии при непрерывном нагружении составляет 0.55, а при повторном – 0.35.





**Рис. 8.** Номинальные (*а*) и истинные (*б*) кривые упрочнения прокатанного титана ( $e_{\text{roll}} = 1.2$ )

Приведенные результаты говорят о том, что релаксационные процессы, происходящие при разгрузке, не позволяют полностью восстановить процесс упрочнения при повторном нагружении. Это заметно сказывается на фиксируемом значении параметра деформационного упрочнения и затрудняет анализ результатов экспериментов. Тем не менее, благодаря чрезвычайной важности информации об упрочнении материалов, продеформированных до больших деформаций, метод повторных деформаций получил достаточно широкое распространение.

Отметим, однако, что даже в эксперименте Лэнгфорда схема приложения нагрузки при повторном нагружении (одноосное растяжение) отличается от схемы, используемой для получения сверхвысоких деформаций (волочение), хотя, справедливости ради, отметим, что в этом случае совпадают условия формоизменения образца при деформировании [7]. В общем случае можно констатировать, что все схемы создания сильнодеформированных материалов (начиная от простой прокатки и заканчивая сложными схемами ИПД) коренным образом отличаются от простых одноосных схем, применяемых для расчета модуля пластичности при повторном деформировании. Поэтому при использовании идеологии повторного нагружения логично говорить не о суммировании кривых деформирования, а о сопоставлении данных, полученных для образцов, продеформированных до разных степеней деформации.

Примером такого сопоставления могут служить результаты испытания на сжатие титана, который был предварительно прокатан при комнатной температуре до различных степеней деформации  $e_{\text{roll}}$  (от 0 до 1.6). Параметры упрочнения в этом случае определялись нами по методике, описанной в ра-

ботах [11,12]. Образцы испытывали в трех взаимно перпендикулярных направлениях:  $X$ ,  $Y$  – соответственно вдоль и поперек направления прокатки,  $Z$  – в направлении редукции при прокатке (табл. 1). По результатам испытаний рассчитывали истинные кривые деформационного упрочнения, вид которых для направления  $Z$  приведен на рис. 9.

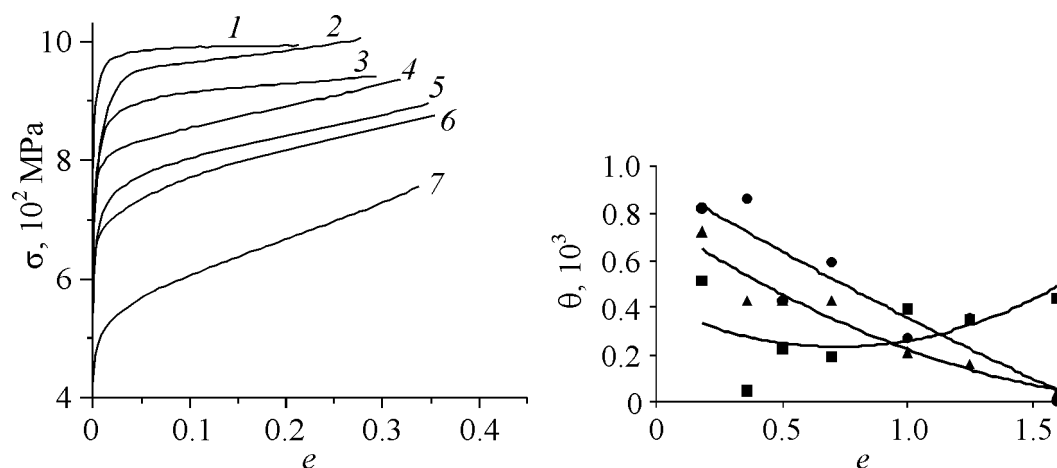
Зависимость коэффициента линейного упрочнения  $\theta$  от степени предварительной деформации для образцов, сжатых в трех взаимно перпендикулярных направлениях ( $X$ ,  $Y$ ,  $Z$ ), представлена на рис. 10.

Таблица 1

Параметры упрочнения деформированных образцов титана

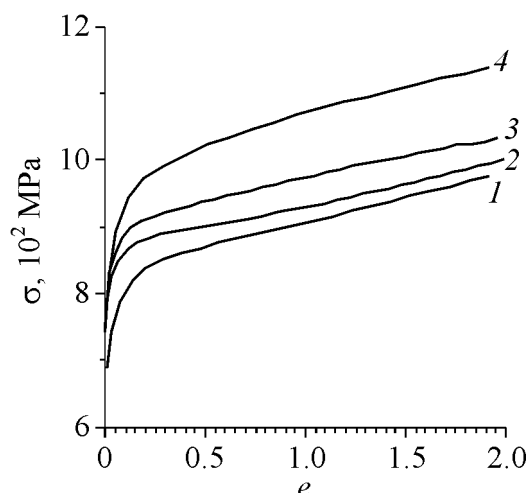
Направление	Параметры упрочнения, МПа	$e_{\text{roll}}$						
		0.18	0.36	0.5	0.7	1.0	1.25	1.6
$X$	$\sigma_{02}$	418	565	570	640	615	607	705
	$\sigma_{10}$	575	750	690	745	745	635	705
	$\theta$	827	867	430	595	274	354	0
$Y$	$\sigma_{02}$	395	647	630	620	655	705	700
	$\sigma_{10}$	540	660	675	705	798	815	800
	$\theta$	514	340	224	194	398	351	440
$Z$	$\sigma_{02}$	470	595	610	573	730	760	860
	$\sigma_{10}$	605	735	810	677	970	930	980
	$\theta$	722	428	428	427	208	156	36

Примечание.  $\sigma_{02}$  – предел текучести,  $\sigma_{10}$  – напряжение при 10% деформации.



**Рис. 9.** Истинные кривые деформационного упрочнения образцов титана, испытанного на сжатие в направлении  $Z$  до степени деформации  $e_{\text{roll}}$ : 1 – 1.6, 2 – 1.25, 3 – 1.0, 4 – 0.7, 5 – 0.5, 6 – 0.35, 7 – 0.2

**Рис. 10.** Зависимость коэффициента линейного упрочнения  $\theta$  от степени предварительной деформации прокатки титана, сжатого в направлениях  $X$  ( $\blacktriangle$ ),  $Y$  ( $\blacksquare$ ),  $Z$  ( $\bullet$ )



**Рис. 11.** Кривые упрочнения РКУП-титана, испытанного на сжатие в трех взаимно перпендикулярных плоскостях  $X$  (1),  $Z$  (2),  $Y$  (3) и в плоскости, параллельной плоскости легкого сдвига (4)

костях  $X$ ,  $Y$ ,  $Z$ , привязанных к плоскостям прямоугольного образца после РКУП (рис. 11, кривые 1–3), а также в плоскости, параллельной плоскости легкого сдвига (кривая 4, при последнем прессовании она расположена под углом  $45^\circ$  к плоскости основания образца).

Кривые упрочнения 1–3 практически не отличаются, а для кривой 4 значение упрочнения примерно на 100 МПа выше. По параметрам упрочнения РКУП-образец превосходит прокатанные образцы. Обращает на себя внимание тот факт, что все образцы демонстрируют очень высокий коэффициент линейного упрочнения  $\theta = 700\text{--}800$  МПа, который по абсолютному значению близок к пределу текучести материала.

Заметим, что аномально-высокие значения модуля пластичности проявляются не только при комнатной температуре испытаний, но и в широком диапазоне температур ниже температуры полигонизации деформированного титана. Об этом свидетельствуют результаты исследования параметров упрочнения титана, подвергнутого ИПД методом винтовой экструзии по схеме: 4 прохода при  $400^\circ\text{C}$  + 1 проход при  $20^\circ\text{C}$  (табл. 2).

Практическое совпадение значений предела текучести и коэффициента линейного упрочнения  $\theta$  при всех температурах свидетельствует о термоактивационном характере коллективных процессов взаимодействия между дислокациями, которые отвечают за процесс структурообразования в сильнодеформированных материалах. Сопоставление абсолютных значений предела текучести с модулем пластичности в этом случае несет еще одну важную смысловую нагрузку: отношение этих величин характеризует склонность материала к локализации деформации. Согласно Консидеру процесс шейкообразования при растяжении наступает, когда скорость упрочнения (модуль пластичности) уменьшается до напряжения течения  $\sigma = d\sigma/de$ .

Из представленных результатов видно, что при испытаниях в направлениях  $X$  и  $Z$  скорость упрочнения  $\theta$  уменьшается с ростом степени предварительной деформации, достигая практически нулевых значений при деформации  $e_{\text{roll}} = 1.6$ . При испытаниях в направлении  $Y$  коэффициент упрочнения сначала падает от 800 до 200 МПа, однако при деформациях больше  $e_{\text{roll}} = 0.8$  несколько повышается до 350–400 МПа.

Аналогичным испытаниям на сжатие были подвергнуты образцы титана, предварительно продеформированные методом РКУП – 4 прохода при температуре  $350^\circ\text{C}$ . Образцы испытывали в трех плос-

Таблица 2

**Влияние температуры на параметры упрочнения титана, деформированного винтовой экструзией**

Температура испытаний, °С	Параметры упрочнения			
	растяжение		сжатие	
	$\sigma_{02}$	$\theta$	$\sigma_{02}$	$\theta$
	МПа			
20	660	640	655	800
100	630	769	564	1051
200	540	618	445	1021
300	482	417	370	638
400	350	310	343	440
500	192	164	302	281

Из представленных данных видно, что у всех сильнодеформированных материалов модуль пластичности значительно ниже, чем предел текучести. Исключение составляют лишь образцы, предварительно продеформированные методами ИПД. Затруднение шейкообразования в ИПД-титане и меди действительно отмечалось в работах [13,14].

Поскольку РКУП-образцы демонстрируют резерв деформационного упрочнения, представляло интерес дополнительно продеформировать их путем низкотемпературной прокатки. Брусек РКУП-титана высотой 14 mm разрезали на две пластины высотой 4.6 и 8.4 mm, которые затем прокатывали с шагом 0.2 mm за проход до толщины 3 mm при комнатной температуре. В дополнение к РКУП-деформации степень деформации после прокатки для первого образца составляла  $e_{\text{roll}} = 0.5$ , для второго  $e_{\text{roll}} = 1$ . По аналогии с первыми экспериментами прокатанные образцы были испытаны на сжатие в трех взаимно перпендикулярных направлениях.

Истинные кривые деформационного упрочнения представлены на рис. 12. Прежде всего обращают на себя внимание очень высокие значения предела текучести и деформирующего напряжения образцов, сжатых в направлении Z. У первого образца предел текучести достигал 1000 МПа, у второго – 1200 МПа, а максимальное деформирующее напряжение второго образца – 1300 МПа. Эти значения близки к рекордным для деформированного титана технической чистоты. В направлениях X и Y эти значения заметно ниже, однако тоже находятся на уровне 1000 МПа.

Анализ кривых упрочнения для образцов, испытанных в направлении Z, затруднен, поскольку в них достаточно быстро начинается локализованная деформация, и в конце концов они разрушаются путем локализованного сдвига по плоскости, совпадающей с плоскостью легкого сдвига при последнем проходе РКУП.

В двух других плоскостях анализ параметров упрочнения был проведен в соответствии с методикой, описанной в [11,12]. Данные об этих параметрах представлены в табл. 3.

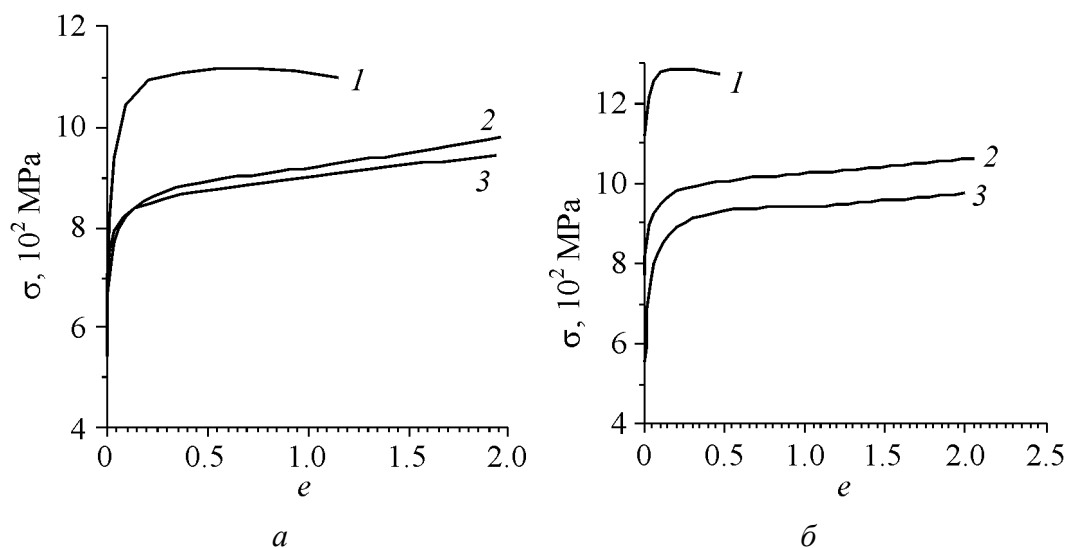


Рис. 12. Кривые упрочнения титана, продеформированного по схемам: *а* – РКУП + 33% прокатки, *б* – РКУП + 50% прокатки; 1 – направление Z, 2 – X, 3 – Y

Таблица 3

Результаты расчетов параметров упрочнения деформированных образцов РКУП-титана, подвергнутых дополнительной прокатке в направлениях X, Y, Z

Параметры упрочнения, МПа	$e_{\text{roll}} = 0.5$			$e_{\text{roll}} = 1$		
	X	Y	Z	X	Y	Z
$\sigma_{02}$	742	769	998	665	865	1200
$\sigma_{10}$	910	890	1065	930	1015	1298
$\theta$	530	500	–	195	400	–

Из представленных данных видно, что абсолютные значения скорости упрочнения образцов, продеформированных по схеме РКУП + прокатка, хорошо совпадают со значениями, полученными на образцах, продеформированных прокаткой до тех же степеней деформации (см. табл. 1). В частности, после больших степеней деформации прокаткой образцы, сжатые в направлении X, демонстрируют практически нулевую скорость упрочнения, а образцы, продеформированные в направлении Y, упрочняются со скоростью 400 МПа. Таким образом, способность ИПД-титана повышать предел текучести после повторной прокатки проявляется за счет снижения модуля пластичности.

### Выводы

1. Коэффициент линейного упрочнения (модуль пластичности) является важным физическим параметром, который характеризует законы упрочнения и структурообразования при больших деформациях. Корректное сравнение численных значений коэффициентов упрочнения возможно лишь при сопоставимых условиях эксперимента.

2. При повторному навантаженні матеріала в області великих пластичних деформацій його коефіцієнт лінійного зміцнення зменшується порівняно з неперервно деформовуваним зразком.

3. Оскільки всі схеми створення сильнодеформованих матеріалів суттєво відрізняються від простих одноосових схем, при використанні ідеології повторного навантаження логічно говорити не про суммування кривих деформування, а про порівняння даних, отриманих від зразків, деформованих до різних ступенів деформації.

1. В.І. Трефілов, В.Ф. Мусєєв, Э.П. Печковський і др., Деформаційне зміцнення і руйнування полікристалічних матеріалів, В.І. Трефілов (ред.), Наукова думка, Київ (1987).
2. В.Ф. Мусєєв, Металлофіз. новітні технології. **23**, 387 (2001).
3. U.F. Kocks, H. Mesking, Prog. Mater. Sci. **48**, 171 (2003).
4. В.А. Кроха, Криві зміцнення металів при холодній деформації, Машинобудування, Москва (1968).
5. Н.Н. Давиденков, Н.І. Спиридонова, Заводська лабораторія **11**, 583 (1945).
6. M. Zehetbauer, V. Seumer, Acta metall. mater. **41**, 577 (1993).
7. G. Langford, M. Cohen, Trans. ASM **62**, 623 (1966).
8. R.C. Glenn, G. Langford, Trans. Quart **62**, 285 (1969).
9. Д.Г. Вербіло, Проблеми міцності № 3, 110 (2011).
10. С.А. Фіртков, Ю.Н. Подрезов, Н.І. Даниленко, Е.Н. Борисовська, Н.В. Минаков, ФТВД **13**, № 3, 37 (2003).
11. Ю.Н. Подрезов, ФТВД **14**, № 4, 32 (2004).
12. Ю.Н. Подрезов, В.І. Даниленко, в зб.: Електронна мікроскопія і міцність матеріалів, ИПМ, Київ (2009), с. 67–78.
13. Р.З. Валієв, ФТВД **18**, № 4, 9 (2008).
14. R.Z. Valiev, I.V. Alexandrov, T.C. Lowe, Y.T. Zhu, J. Mater. Res. **17**, 5 (2002).

Ю.М. Подрезов, В.І. Даниленко

## ФЕНОМЕНОЛОГІЯ МОДУЛЯ ПЛАСТИЧНОСТІ СИЛЬНОДЕФОРМОВАНИХ МАТЕРІАЛІВ

В основу аналізу законів зміцнення при великих деформаціях покладено постулат про лінійний зв'язок між істинною напругою й деформацією матеріалу. За аналогією з пружною деформацією коефіцієнт пропорційності  $\theta$  часто називається модулем пластичності. У даній роботі звернуто увагу на ряд особливостей, які необхідно враховувати під час дослідження цього важливого фізичного параметра. Розглянуто вплив схеми деформації та умов повторного навантаження на параметри зміцнення.

**Ключові слова:** зміцнення, великі деформації, модуль пластичності

*Yu.N. Podrezov, V.I. Danilenko*

## PHENOMENOLOGY OF THE MODULUS OF PLASTICITY IN STRONGLY DEFORMED MATERIALS

The work is focused on the analysis of hardening laws under high plastic deformations. The postulate of linear subsection between true stress and true deformation is discussed with the main consequence that is the modulus of plasticity as a characteristics of the angle of inclination at the linear part of the hardening curve. Linear law of hardening is generated by the mechanisms of plastic deformation at high deformation degree and its magnitude depends on the conditions of formation of deformation substructure. It is noted that the physical meaning of the coefficient of linear hardening is still unclear. Besides, there are some contradictions in calculation procedures and interpretations of the results of experiments. Some papers report that consistency of the hardening rate is observed at the relative contraction; other works associate it with the relative elongation or with true deformation. This discrepancy results in substantial difference in experimental magnitudes of the modulus of plasticity evaluated by different methods. The paper contains the conclusion that correct comparison of the values of hardening coefficient becomes possible only at comparable experimental conditions.

It is shown that in the course of reloading at high plastic deformations, the coefficient of linear hardening is reduced, as compared with an uninterruptedly deformed sample. At reloading of materials processed with using complex loading schemes, it is effectually to compare the data at different deformation stages, but not to sum up the deformation curves.

**Keywords:** hardening, high deformations, modulus of plasticity

**Fig. 1.** Contraction dependence of true stress: 1 – calculated curve; 2 – with allowance for stress distribution in the neck [5]

**Fig. 2.** Hardening curves of aluminum in  $d\gamma/d\tau$ – $\tau$  coordinates:  $a$  – at varied temperature,  $\bar{\sigma}$  – at varied rates [6]

**Fig. 3.** Hardening curves of aluminum tensile tests:  $a$  – in  $\gamma$ – $\tau$  coordinates,  $\bar{\sigma}$  – in  $d\gamma/d\tau$ – $\tau$  coordinates [6]

**Fig. 4.** Curve of deformation hardening of iron at high deformations [7]

**Fig. 5.** Deformation dependence of  $f$  parameter [7]

**Fig. 6.** Deformation dependence of the cell size: 1 – rolling, 2 – ECAP, 3 – data of [7]

**Fig. 7.** Curves of deformation hardening of aluminum:  $a$  – at continuous deformation (curves 1, 2) and reloading (3–5)

**Fig. 8.** Nominal ( $a$ ) and true ( $\bar{\sigma}$ ) hardening curves of the rolled titanium ( $e_{\text{roll}} = 1.2$ )

**Fig. 9.** True curves of deformation hardening of the titanium samples under compressive test in  $Z$  direction up to degree of deformation  $e_{\text{roll}}$ : 1 – 1.6, 2 – 1.25, 3 – 1.0, 4 – 0.7, 5 – 0.5, 6 – 0.35, 7 – 0.2

**Fig. 10.** The dependence of the coefficient of linear hardening  $\theta$  on the degree of preliminary rolling deformation of titanium compressed in  $X$  ( $\blacktriangle$ ),  $Y$  ( $\blacksquare$ ),  $Z$  ( $\bullet$ ) directions

**Fig. 11.** Hardening curves of ECAP titanium under compressive test in three mutually perpendicular planes  $X$  (curve 1),  $Z$  (2),  $Y$  (3) and in the plane parallel to the simple shear plane (4)

**Fig. 12.** Hardening curves of the deformed titanium: а – ECAP + 33% rolling, б – ECAP + + 50% rolling; 1 –  $Z$  direction, 2 –  $X$ , 3 –  $Y$



PACS: 65.80.-g, 68.35.-p, 68.65.-k

Ю.М. Николаенко, Ю.Е. Кузовлев, Ю.В. Медведев, А.Б. Мухин,  
А.М. Прудников

## ТЕПЛОПРОВОДНОСТЬ МНОГОСЛОЙНОЙ ПЛЕНОЧНОЙ СТРУКТУРЫ НА ОСНОВЕ $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$

Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАН Украины  
ул. Р. Люксембург, 72, г. Донецк, 83114, Украина

Статья поступила в редакцию 17 сентября 2012 года

*Представлены результаты экспериментального исследования поперечной теплопроводности многослойной пленочной структуры. Изучена возможность существенно изменять коэффициент теплопередачи между пленкой и подложкой за счет использования серии промежуточных нанотолщинных подслоев. Для макроскопических приложений полученный результат дает возможность создать твердотельный теплоизоляционный материал экстравысокого качества. Он также демонстрирует один из подходов к созданию функционального элемента тепловой нанотехнологии.*

**Ключевые слова:** пленочная технология, магнетронное распыление мишени, многослойная пленочная структура, тепловое сопротивление интерфейса пленка–подложка, нестационарный метод измерений тепловых кинетических коэффициентов

Изучение теплопроводности границ раздела двух сред имеет давнюю историю, начиная от экспериментов П.Л. Капицы, который ввел этот параметр для описания процессов теплообмена на границе твердого тела со сверхтекучим гелием. Данный параметр очень важен для современной микроэлектроники и для всех приборов, работающих с тепловыделением. Основной технологической задачей является получение максимальной теплопроводности через интерфейс двух разнородных твердотельных сред. Обзор результатов, относящихся к этой теме, приведен в работе [1].

Альтернативной технологической задачей является создание большого теплового сопротивления на интерфейсе пленка–подложка. Идея технического применения структур с большим тепловым барьером на интерфейсе ранее высказывалась применительно к пленочным болометрам, работающим в области температур 77–300 К [2–4]. В настоящее время в связи с развитием возможностей микро- и нанотехнологии появляется интерес к исследованиям явлений теплообмена в наноразмерных объектах. В перспективе это должно привести к созданию приборов нового поколения с использованием пространственного разделения тепловых потоков в интегрированных системах и к существенному улучшению параметров активных тепловых приборов, например так называемых тепловых насосов.

Среди недавних находок в этой области следует отметить теоретическую разработку теплового ректифаера [5] и его макроскопическую экспериментальную реализацию [6]. Функциональное действие ректифаера аналогично электронному диоду. Он обеспечивает разную теплопроводность в прямом и обратном направлениях.

Прямое отношение к созданию элементной базы тепловой нанотехнологии могут иметь и пленочные структуры, например, для создания твердотельного теплоизолятора с микроскопической толщиной. Одна из продуктивных идей заключается в использовании теплового сопротивления на интерфейсе пленка–подложка. Для эпитаксиальных оксидных пленок  $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_{3-\delta}$  (LSMO) на монокристаллических подложках  $\text{SrTiO}_3$  и  $\text{LaAlO}_3$  толщину плохо структурированного «мертвого» слоя, который образуется из-за рассогласования кристаллических параметров и шероховатости подложки, можно оценить величиной порядка 1 nm. Нормированное на площадь (удельное) тепловое сопротивление материалов пленки или подложки с такой толщиной и невысоким коэффициентом теплопроводности  $1 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$  должно быть на уровне  $10^{-9} \text{ m}^2\cdot\text{K}/\text{W}$ . Тем не менее экспериментальные значения теплового сопротивления интерфейса могут на несколько порядков превышать это значение [1–4,7,8].

Отметим, что добавка, связанная с тепловым сопротивлением интерфейса, проявляется при температурах выше 30 K, когда длина превалирующих фононов становится короче 1 nm [2]. В этом случае модель акустического рассогласования сред, естественно, не работает, и для подходящего теоретического рассмотрения необходимо предварительно сформировать набор наиболее важных экспериментально контролируемых характеристик. Наличие неидеального интерфейса приводит к диффузному распространению фононов через тепловой барьер на границе раздела материалов. Дальнейшие практические продвижения могут быть связаны с выяснением ряда вопросов. Можно ли на пути распространения фононов создать несколько барьеров; какая минимальная толщина промежуточного слоя достаточна для того, чтобы на следующем интерфейсе также образовался аналогичный тепловой барьер; каковы требования к кристаллической структуре промежуточного слоя; можно ли получить существенно различающуюся теплопроводность вдоль и поперек слоев гетероструктуры? В этой работе мы сообщаем об исследовании с помощью нестационарного метода [4] коэффициента теплопередачи между измерительной пленкой и подложкой через многослойные структуры с разным количеством промежуточных слоев толщиной около 20 nm. Полученные результаты для чередующихся слоев разнородных материалов LSMO и  $\text{CN}_x$  свидетельствуют о наличии такой возможности для выбранных нами условий.

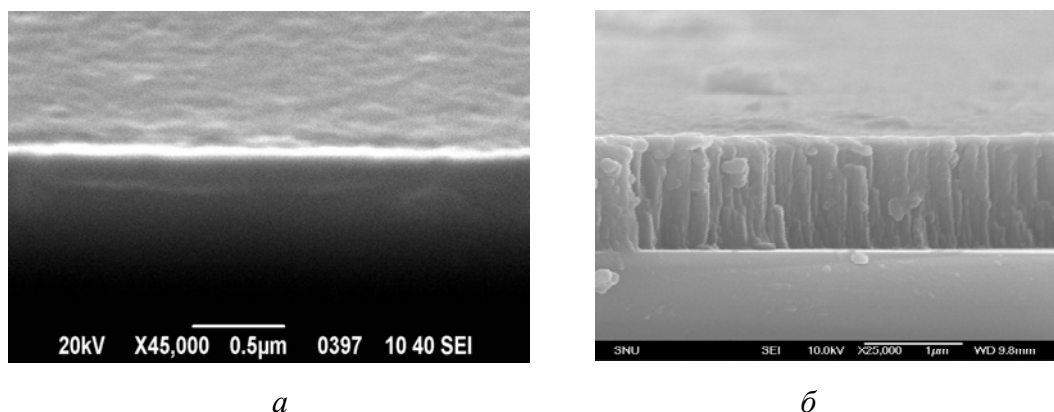
### Технология приготовления пленочных структур и метод измерений

Основу наших экспериментов составляет технология производства пленок на основе твердых растворов манганита методом магнетронного распыления

мишени [9]. Выбор материала обусловлен прежде всего требованием измерительной методики. В нашем нестационарном методе контроля тепловых кинетических коэффициентов [4] пленка является термометром, и возможность измерений прямо зависит от температурного коэффициента электрического сопротивления. Благодаря наличию магнитного фазового перехода температурная зависимость электрического сопротивления в  $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_{3-\delta}$ -пленках имеет вид широкого пика, и в довольно широком интервале температур величина  $d(\lg R)/dT$  достигает нескольких процентов на градус. Для исследуемого LSMO (т.е. при  $x = 0.3$ ) температура фазового перехода имеет величину около 360 К и быстро убывает при понижении кислородного содержания [10,11]. Величину кислородного индекса можно регулировать путем термообработки пленочной структуры в газовой атмосфере.

Вторая важная особенность LSMO-пленок заключается в специфическом поляронном механизме проводимости, при котором отсутствует неолометрический отклик на импульсное микроволновое или инфракрасное облучение, характерный для полупроводников и ВТСП, что упрощает анализ результатов измерения [4].

На рис. 1 приведено SEM-изображение (под углом) одиночного эпитаксиального слоя LSMO-пленки толщиной около 30 нм на монокристаллической подложке  $\text{SrTiO}_3$  (100). Оно дает представление о качестве покрытия поверхности использованных подложек тонкой пленкой. Отметим, что более ранние исследования [9,10] показали хорошую кристаллическую структуру эпитаксиальных слоев получаемых нами пленок и достаточно высокую равномерность (вариация толщины меньше 10% на площади  $1 \text{ cm}^2$ ). Необходимым условием для эпитаксиального роста атомных слоев пленки является нагрев подложки до температуры 600–700°C, когда высокая поверхностная диффузия, стимулированная дополнительно потоком электронов в рабочей камере магнетрона, обеспечивает формирование атомного порядка в поверхностном слое пленки.



**Рис. 1.** SEM-изображение бокового склоа и участка поверхности слоя LSMO-пленки (30 нм) на подложке  $\text{LaAlO}_3$  (*a*) и пленки  $\text{CN}_x$  на стеклянной кварцевой подложке (*б*)

Наш первый опыт показал, что этот же механизм может быть причиной, не позволяющей сформировать четкий интерфейс со следующим пленочным слоем, в частности из окиси титана ( $\text{TiO}_2$ ). Возможно, это связано с неудачным выбором именно титана, который легко внедряется в LSMO [12]. В то же время ясно, что создание технологии формирования четкого интерфейса при росте пленки на горячей подложке – это отдельная задача. Существенное понижение температуры подложки приводит к формированию аморфной или поликристаллической структуры LSMO-пленок [9]. Аморфные LSMO-пленки являются диэлектрическими, что не позволяет использовать их в качестве термометра. Поэтому для получения разных слоев гетероструктуры мы использовали разные варианты технологии. Промежуточные слои  $\text{CN}_x$  выращивали безкаталитическим методом путем магнетронного распыления графитной мишени в атмосфере азота с добавлением 0.5–1% кислорода для активизации процесса стравливания аморфного углерода. Мощность разряда магнетрона не превышала 20 W.

Следует отметить две особенности  $\text{CN}_x$ -пленок. При достаточно большой (1  $\mu\text{m}$ ) толщине они имеют колоновидную структуру (рис. 1,б), которую мы изначально рассматривали как положительный фактор, снижающий требования к согласованию температурных коэффициентов расширения подложки и пленочных слоев. В нашей мультиструктуре самой прочной является монокристаллическая подложка  $\text{SrTiO}_3$ , на которой получают высококачественные однослойные LSMO-пленки с хорошей адгезией в широком интервале температур – от температуры жидкого азота до 900°C. То, что многослойная структура также обладает достаточно хорошей адгезией в нужном интервале температур 20–650°C, по-видимому, объясняется структурной спецификой  $\text{CN}_x$ -слоев. Она позволяет избежать возникновения разрушающих механических напряжений в LSMO-слоях. Толщину слоев контролировали по времени напыления. Промежуточные LSMO-слои наносили на подложку с температурой  $T_s = 300^\circ\text{C}$ , а последний, наиболее толстый, наносили в два этапа: 50 nm при  $T_s = 300^\circ\text{C}$ , а затем 150 nm при  $T = 650^\circ\text{C}$ .

### Тепловое сопротивление интерфейса пленка–подложка

Основой для оценки теплопроводности является наш нестационарный метод контроля набора тепловых кинетических коэффициентов однослойных пленочных структур [4]. Пленка в этом методе выполняет функции нагревателя и термометра. Для импульсного нагрева пленки используется микроволновая или ИК-мощность. Мы регистрируем временную зависимость нагрева пленки  $\Delta T_f(t)$  с помощью быстродействующего аналого-цифрового контроллера и получаем набор кинетических коэффициентов путем параллельного компьютерного расчета функции  $\Delta T_f(t)$ .

Значение удельного теплового сопротивления на единицу площади  $S$  определяется как отношение разности температур  $\Delta T$  на интерфейсе к джоулевой мощности  $P_J$ :  $R_{fs} = \Delta T / (SP_J)$ . Минимальная величина  $R_{fs}$  для тонкого

(1–10 nm) слоя подложки, как нетрудно оценить, имеет порядок величины  $10^{-9}$ – $10^{-8}$   $\text{m}^2\cdot\text{K}/\text{W}$ . Для оксидных ВТСП-пленок экспериментально оцененные значения теплового сопротивления лежат в широком интервале  $10^{-8}$ – $10^{-3}$   $\text{m}^2\cdot\text{K}/\text{W}$  [2]. Типичная величина  $R_{fs}$  для эпитаксиальных пленок LSMO на стандартной  $\text{SrTiO}_3$ -подложке имеет порядок величины  $10^{-7}$   $\text{m}^2\cdot\text{K}/\text{W}$  [4]. Для LSMO-пленки на  $\text{LaAlO}_3$ -подложке величина  $R_{fs}$  оказалась почти на два порядка больше. Отметим также, что максимальная величина  $R_{fs}$ , в 250 раз превышающая это значение, была получена нами для тонкой наноструктурированной FeCoCu-пленки [8,9]. Конечно, речь идет о пленках с хорошей адгезией и временной стабильностью свойств.

Расчет временной зависимости температуры пленки проводили в рамках модели одномерного распространения теплового потока от пленки через подложку в термостат и идеальных интерфейсов (с нулевой толщиной) на границах раздела пленка–подложка и подложка–термостат. Возможность однозначного вычисления величин полного набора тепловых кинетических коэффициентов пленочной структуры обеспечивается различием временных масштабов процесса распространения теплового потока через интерфейс пленка–подложка  $\tau_1$ , по толщине подложки  $\tau_2$  и через интерфейс подложка–термостат  $\tau_3$ . Последний параметр можно изменять при подготовке эксперимента, что позволяет обеспечить достаточное различие между значениями  $\tau_2$  и  $\tau_3$ . При этом грубую оценку часто можно получить с помощью приближенных соотношений [4], а компьютерный расчет уточняет параметры. Особую ценность компьютерный вариант метода представляет в случае недостатка экспериментальных данных в масштабе времени  $\tau_1$ . Возможность достаточно точной оценки теплового сопротивления интерфейса пленка–подложка в этом случае продемонстрирована в работе [7].

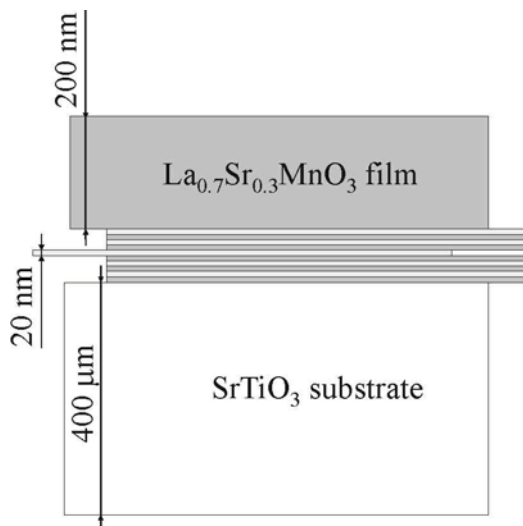


Рис. 2. Схема многослойной пленочной структуры

На рис. 2 приведена схема многослойной гетероструктуры. Для характеристики теплообмена между пленкой и подложкой в многослойной структуре при наличии промежуточных слоев конечной толщины следует использовать коэффициент удельной теплопередачи между пленкой и подложкой. В случае однослойной структуры в рамках подхода идеального интерфейса он является обратной величиной теплового сопротивления  $\lambda_{fs} = (R_{fs})^{-1}$ . Для многослойной структуры  $\lambda_{fs} = S^{-1}(\Sigma R_i)^{-1} + \lambda_p$ , где  $\Sigma R_i$  – сумма тепловых сопротивлений (не удельных) всех тонких промежуточ-

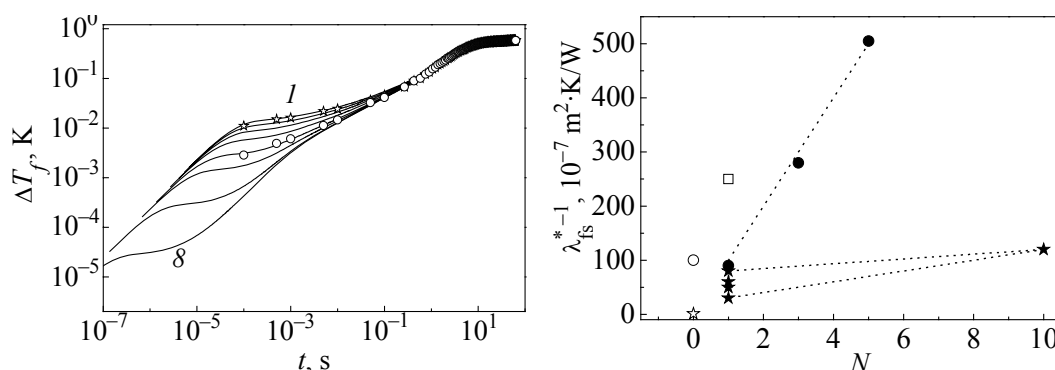
ных слоев и всех интерфейсов,  $S$  – площадь пленки,  $\lambda_p$  – теплопроводность дополнительного канала утечки тепла вне пленочной структуры.

Пока величина  $\lambda_p$ , связанная с тепловым излучением и теплопроводностью электрических проводников, остается много меньше  $\lambda_{fs}$ , можно использовать приближение одномерного потока тепла в пленочной структуре. Распространение тепла по толщине пленки мы не учитываем, поскольку соответствующий масштаб времени технически недоступен для нашего контроля. Распространение фронта теплового потока через тонкие промежуточные слои между измерительной пленкой и подложкой на временной зависимости температуры нагрева пленки проявляется интегрально. По этой причине на основе экспериментальных данных не представляется возможным отдельно оценить теплоемкость слоев и значения теплового сопротивления отдельных интерфейсов. Единственная возможность характеризовать теплообмен между пленкой и подложкой заключается во введении эффективного коэффициента теплопередачи многослойной структуры  $\lambda_{fs}^*$ , определяемого из эксперимента фактически в рамках модели идеального интерфейса.

На рис. 3 приведен набор теоретических и двух экспериментальных зависимостей температуры нагрева измерительной пленки. Экспериментальные данные соответствуют многослойной структуре с тремя и пятью промежуточными слоями  $CN_x$ . В масштабе относительно больших времен ( $t > 0.2$  s) они мало различаются, что объясняется близкими геометрическими размерами и величинами теплового сопротивления на интерфейсе подложка–термостат. В интервале  $10^{-2}$ – $10^{-4}$  s различие существенное, и, как следует из сопоставления экспериментальных данных с расчетными кривыми на рис. 3, вызвано оно разным коэффициентом теплопередачи между измерительной пленкой и подложкой.

На рис. 4 показаны результаты оценки коэффициента теплопередачи в зависимости от количества промежуточных слоев для двух типов гетероструктур. Для наглядности на рисунке приведена зависимость обратной величины коэффициента теплопередачи, имеющей размерность удельного теплового сопротивления. Как видно, для структуры LSMO/ $CN_x$  наблюдается почти линейный рост величины  $\lambda_{fs}^{-1}$  в зависимости от количества промежуточных слоев. Этот факт можно рассматривать как свидетельство наличия тепловых барьеров на интерфейсах тонких пленочных слоев LSMO/ $CN_x$ .

Эксперименты с промежуточными слоями  $TiO_2$  с точки зрения создания тепловых барьеров являются неудачными, но полезными для общего понимания проблемы. По данным работы [12], окись титана не создает химическое соединение с манганитом, но легко проникает в материал, особенно в межгранульное пространство поликристаллических образцов. В наших экспериментах влияние окиси титана проявилось в резком ухудшении проводящих свойств наиболее толстого (200 nm) измерительного LSMO-слоя, что является прямым свидетельством высокой диффузионной подвижности. Порядок чередования тонких слоев на подложке  $SrTiO_3$  начинается с LSMO, и величина теплового сопротивления на интерфейсе пленка–подложка должна иметь порядок  $10^{-7}$  m<sup>2</sup>·K/W.



**Рис. 3.** Временные зависимости температуры нагрева измерительного пленочного слоя: сплошные линии – расчет, кружки и звездочки – эксперимент. Расчетные кривые 1–8 отличаются величиной теплопроводности интерфейса пленка–подложка:  $\lambda_{fs} = 0.2, 0.25, 0.33, 0.5, 1, 2, 10, 100$  ( $10^5$  W/(m<sup>2</sup>·K))

**Рис. 4.** Обратная величина коэффициента теплопередачи между пленкой и подложкой (LAO – LaAlO<sub>3</sub>, STO – SrTiO<sub>3</sub>), нормированного на единицу площади, при различном количестве промежуточных слоев: ☆ – LSMO (STO), ○ – LSMO (LAO), □ – FeCoCu (SiO<sub>2</sub>/Si), ● – LSMO/CN<sub>x</sub> (STO), ★ – LSMO/TiO<sub>2</sub> (STO)

При изучении структур с одиночным подслоем TiO<sub>2</sub> выяснилось, что факт наличия промежуточного слоя приводит к уменьшению коэффициента теплопередачи в 30–80 раз. Тогда следовало бы ожидать, что в многослойной структуре с 10 промежуточными слоями TiO<sub>2</sub> коэффициент теплопередачи должен уменьшиться в 300–800 раз. Но экспериментальная проверка продемонстрировала уменьшение  $\lambda_{fs}$  только в 120 раз, что не намного превышает эффект одиночного слоя. Такого же уменьшения по порядку величины  $\lambda_{fs}$  можно достигнуть и без использования промежуточных слоев (см. значение  $\lambda_{fs}$  на рис. 4 для пленочной структуры LSMO/LaAlO<sub>3</sub>). Отсюда следует сделать два вывода. Во-первых, размытые по толщине интерфейсы LSMO/TiO<sub>2</sub> не характеризуются достаточно большим тепловым сопротивлением в масштабе  $10^{-5}$  м<sup>2</sup>·K/W. Во-вторых, тепловое сопротивление на первом интерфейсе слоя LSMO (20 nm) с подложкой SrTiO<sub>3</sub> существенно изменяется (возрастает) из-за диффузии TiO<sub>2</sub> в окрестность этого интерфейса. Диффузия происходит во время как нанесения слоев, так и термообработки готовой структуры при 900°C, которая использовалась для корректировки кислородного содержания в измерительном слое пленки LSMO. Разброс значений  $\lambda_{fs}$  для четырех структур с одиночным подслоем (см. рис. 4) вызван в том числе разной продолжительностью термообработки структур.

В отношении структур LSMO/CN<sub>x</sub> проблемы с проникновением углерода в LSMO-слои не возникает, поскольку аморфный углерод во время нанесения LSMO-слоев в кислородсодержащей атмосфере аргона легко сжигается при 300°C и выводится из камеры в газообразном виде. Соответственно, при нанесении CN<sub>x</sub> диффузионная подвижность атомов в LSMO-слоях остается стабильной благодаря относительно невысокой температуре 300°C.

В качестве основного вывода следует отметить, что полученные результаты полностью соответствуют концепции теплового сопротивления на интерфейсе пленка–подложка и показывают возможность существенно уменьшать коэффициент теплопередачи между пленкой и подложкой за счет использования серии нанотолщинных промежуточных слоев. Действительно, для одиночного подслоя  $\text{CN}_x$  (два интерфейса) величина коэффициента теплопередачи получается  $\lambda_{fs} = 10^5 \text{ W/(m}^2\cdot\text{K)}$  (в расчете на один интерфейс  $R_{fs} = 5 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2\cdot\text{K/W}$ ). А для гетероструктуры с пятью промежуточными слоями  $\lambda_{fs}$  близок по величине к  $2 \cdot 10^4 \text{ W/(m}^2\cdot\text{K)}$ , что эквивалентно сложению 10 тепловых сопротивлений на интерфейсах  $\text{LSMO/CN}_x$ . В заключение отметим, что поперечная теплопроводность многослойной структуры характеризуется величиной  $4 \cdot 10^{-3} \text{ W/(m}\cdot\text{K)}$ , что соответствует теплоизоляционному материалу экстравысокого качества.

1. D.G. Cahil, W.K. Ford, K.E. Goodson, G.D. Mahan, A. Majumdar, H.J. Maris, R. Merin, S.R. Phillpot, Appl. Phys. Rev. **93**, 793 (2003).
2. Z.M. Zang, A. Frenkel, J. Supercond. **7**, 871 (1994).
3. R.S. Prasher, P.E. Phelan, J. Supercond. **10**, 473 (1997).
4. Yu.V. Medvedev, Yu.M. Nikolaenko, A.M. Grishin, S.I. Khartsev, Technical Physics **47**, 114 (2002).
5. M. Peyrard, Europhys. Lett. **76**, 49 (2006).
6. W. Kobayashi, Y. Teraoka, I. Terasaki, Appl. Phys. Lett. **95**, 171905 (2009).
7. Yu.M. Nikolaenko, Yu.V. Medvedev, M. Ghafari, H. Hahn, I.N. Chukanova, Technical Physics Lett. **32**, 904 (2006).
8. Yu.M. Nikolaenko, Yu.V. Medvedev, Yu.A. Genenko, M. Ghafari, H. Hahn, Phys. Status Solidi **C3**, 1343 (2006).
9. Yu.M. Nikolaenko, A.B. Mukhin, V.A. Chaika, and V.V. Burkhovetski, Technical Physics **55**, 1189 (2010).
10. V.N. Varyukhin, Yu.V. Medvedev, Yu.M. Nikolaenko et al., Technical Physics Lett. **35**, 912 (2009).
11. Yu.M. Nikolaenko, V.N. Varyukhin, Yu.V. Medvedev, N.B. Efros, I.V. Zhikharev, S.V. Kara-Murza, and A.A. Tikhii, Optimum oxygen content in  $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$  thin films, ArXiv: 1111.7180 (2011).
12. A. Gaur and G.D. Varma, Cryst. Res. Technol. **42**, 164 (2007).

Ю.М. Ніколаєнко, Ю.Є. Кузовльов, Ю.В. Медведєв, О.Б. Мухін, А.М. Прудніков

## ТЕПЛОПРОВІДНІСТЬ БАГАТОШАРОВОЇ ПЛІВКОВОЇ СТРУКТУРИ НА ОСНОВІ $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$

Представлено результати експериментального дослідження поперечної теплопровідності багатошарової плівкової структури. Вивчено можливість суттєво змінювати коефіцієнт теплопередачі між плівкою та підкладкою за рахунок використання серії нанотолщинних проміжних шарів. Для макроскопічних використань



отриманий результат дає можливість створити теплоізоляційний матеріал екстравищої якості. Він також демонструє один з підходів до створення функціонального елемента теплової нанотехнології.

**Ключові слова:** плівкова технологія, магнетронне розпилювання мішені, багатошарова плівкова структура, тепловий опір інтерфейсу плівка-підкладка, нестационарний метод вимірювання теплових кінетичних коефіцієнтів

*Yu.M. Nikolaenko, Yu.E. Kuzovlev, Yu.V. Medvedev, A.B. Muhin, A.M. Prudnikov*

## THERMAL CONDUCTANCE OF MULTILAYER FILM STRUCTURE ON THE BASIS OF $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$

The results of experimental investigations of transverse thermal conductivity of multilayer film structures are presented. The possibility of significant variation of the heat transfer coefficient between film and substrate by using a series of nanothick sublayers was investigated. The multilayer film structures were performed by method of magnetron sputtering of a ceramics target onto single crystal  $\text{SrTiO}_3$  substrates. The upper layer of film structure is relatively thick (200 nm) and electrically conducting. It provides the possibility of measurement of transverse thermal conductivity by a non-stationary method using pulse IR heating of the film. The intermediate  $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$  layers with the thickness of 20 nm are separated by layers of the second material. For preparation of intermediate layers, the  $\text{CN}_x$  or  $\text{TiO}_2$  materials were used. For epitaxial growth of the upper  $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$  layer, heating of substrate up to  $600^\circ\text{C}$  was used. The intermediate layers were performed at lower temperature. It was revealed, that the thermal boundary resistance at the interface of  $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$  and  $\text{CN}_x$  film layers is  $R_{fs} = 5 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{K}/\text{W}$ . For the film structures with several intermediate layers, the coefficient of thermal conductivity approximately corresponds to the sum of thermal resistance of intermediate interfaces. For macroscopic application, the obtained result gives the possibility to perform a thermal insulating solid material of extra high quality. The corresponding thermal conductivity is of  $2 \cdot 10^{-4} \text{ W}/(\text{m}^2 \cdot \text{K})$ . It demonstrates also one of the approaches to development of the functional element of thermal nanotechnology.

**Keywords:** film technology, magnetron sputtering of the target, multilayer film structure, film-substrate interface thermal resistance, non-stationary method of thermal kinetic coefficient measurements

**Fig. 1.** SEM image of the cross-section and surface fragment of the LSMO film (30 nm) on the  $\text{LaAlO}_3$  substrate (a) and the  $\text{CN}_x$  film on the quartz glass substrate (b)

**Fig. 2.** The scheme of a multilayer film structure

**Fig. 3.** Temporal dependences of the heating temperature of the measuring film layer: solid lines present computer calculation; open circles and stars present experimental data. Calculated curves 1–8 correspond to different values of effective thermal conductivity coefficient of film-substrate interface:  $\lambda_{fs} = 0.2, 0.25, 0.33, 0.5, 1, 2, 10, 100 (10^5 \text{ W}/(\text{m}^2 \cdot \text{K}))$

**Fig. 4.** Reciprocal values of normalized to area heat transfer coefficient between the film and the substrate (LAO –  $\text{LaAlO}_3$ , STO –  $\text{SrTiO}_3$ ) at different quantity of intermediate layers: ☆ – LSMO (STO), ○ – LSMO (LAO), □ – FeCoCu ( $\text{SiO}_2/\text{Si}$ ), ● – LSMO/ $\text{CN}_x$  (STO), ★ – LSMO/ $\text{TiO}_2$  (STO)

PACS: 62.50.+p, 71.70.Gm, 75.10.Nr, 75.47.Lx

А.В. Труханов<sup>1</sup>, Д.П. Козленко<sup>2</sup>, Т.А. Чан<sup>2</sup>, С.В. Труханов<sup>1</sup>,  
С.Е. Кичанов<sup>2</sup>, А.Н. Васильев<sup>3</sup>

## ИССЛЕДОВАНИЕ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ И МАГНИТНОЙ СТРУКТУР МАНГАНИТА $\text{Pr}_{0.7}\text{Ba}_{0.3}\text{MnO}_3$ ПОД ВЫСОКИМ ДАВЛЕНИЕМ

<sup>1</sup> Научно-практический центр

Национальной академии наук Беларуси по материаловедению  
ул. П. Бровки, 19, г. Минск, 220072, Республика Беларусь

<sup>2</sup> Объединенный институт ядерных исследований

ул. Ж. Кюри, 6, г. Дубна, 141980, Московская область, Россия

<sup>3</sup> Кафедра физики низких температур и сверхпроводимости, МГУ им. М.В. Ломоносова  
Воробьевы горы, г. Москва, 119899, Россия

Статья поступила в редакцию 12 октября 2012 года

*Методом нейтронной дифракции исследованы кристаллическая и магнитная структуры анион-стехиометрического манганита  $\text{Pr}_{0.70}\text{Ba}_{0.30}\text{MnO}_3$  в диапазоне давлений 0–5 GPa и температур 10–300 K. Определены барические зависимости параметров и объема элементарной ячейки, межатомных связей Mn–O в орторомбической структуре симметрии  $Im\bar{a}$ . При давлении  $P = 1.9$  GPa в области низких температур обнаружен магнитный фазовый переход из ферромагнитного (ФМ) состояния ( $T_C \sim 197$  K) в антиферромагнитное (АФМ) А-типа ( $T_N \sim 153$  K). Ферро- и антиферромагнитная фазы сосуществуют в диапазоне давлений до  $P \sim 5.1$  GPa. Рассчитаны барические коэффициенты для ФМ- и АФМ-фаз.*

**Ключевые слова:** манганиты, нейтронная дифракция, высокое давление, магнитные свойства

Манганиты со структурой типа перовскита  $\text{A}_{1-x}\text{A}'_x\text{MnO}_3$  (А – редкоземельный, А' – щелочноземельный ионы) проявляют большое разнообразие физических свойств в зависимости от порядкового номера и концентрации замещающих ионов. Корреляция структурных, электронных, магнитных и магнитотранспортных свойств замещенных манганитов вызывает высокую чувствительность к изменению термодинамических параметров (температура и давление), а также к внешним воздействиям (внешние магнитные поля). Ярким фактом является наблюдаемый в манганитах эффект колоссального магнетосопротивления, открывающий широкие перспективы их использования в устройствах хранения информации и датчиках магнитного поля [1,2].

Магнитные свойства замещенных манганитов обусловлены влиянием двух конкурирующих факторов: 1) двойного обмена (связан с выигрышем кинети-

ческой энергии за счет переноса делокализованных  $e_g$ -электронов по связям  $\text{Mn}^{+3}-\text{O}-\text{Mn}^{+4}$ ; 2) сверхобмена между магнитными моментами ионов Mn за счет локализованных  $t_{2g}$ -электронов [3]. Первый фактор способствует ФМ-упорядочению ионов марганца, второй – АФМ-упорядочению. Двойной обмен является доминирующим взаимодействием не только в празеодим-бариевых манганитах, но также и в стронций- и кальцийзамещенных манганитах лантана и неодима. Известно, что в области замещений  $0.2 < x < 0.5$  для  $\text{R}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$  (где  $\text{R} = \text{La}, \text{Pr}, \text{Nd}$ ;  $\text{A} = \text{Ba}, \text{Sr}$ ) двойной обмен обуславливает переход из парамагнитного диэлектрического состояния в ФМ-металлическое состояние.

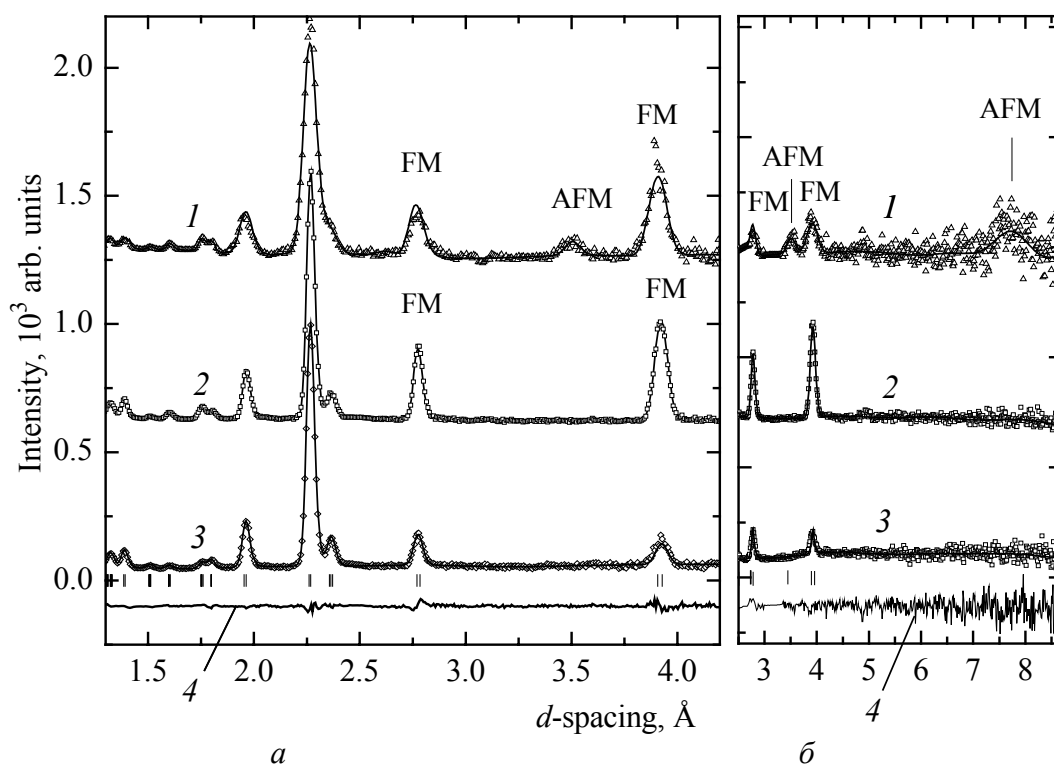
Недавние исследования показали, что воздействие высокого давления приводит к значительным изменениям физических свойств замещенных манганитов. Причем характер этих изменений сильно зависит от симметрии кристаллической структуры [4–8]. Например, в манганитах  $\text{Nd}(\text{Sm})_{0.50}\text{Ba}_{0.50}\text{MnO}_3$  приложение высокого гидростатического давления до  $P \sim 5$  GPa вызывает появление ферромагнетизма и подавление состояния спинового стекла [9]. При исследовании магнитных свойств анион-дефицитного твердого раствора  $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_{2.85}$  [10] было установлено, что с увеличением гидростатического давления в диапазоне до  $\sim 1$  GPa наблюдается повышение температуры замерзания магнитных моментов ионов  $\text{Mn}^{3+}$  в кластерах и температуры магнитного упорядочения с барическими коэффициентами 4.3 и 12.9 K/GPa. А в соединениях  $\text{La}_{0.75}\text{Ca}_{0.25}\text{MnO}_3$  и  $\text{Pr}_{0.7}\text{Ca}_{0.3}\text{MnO}_3$  с орторомбической кристаллической структурой (SG: *Pnma*) при воздействии давлений свыше 2 GPa отмечено подавление исходного ФМ-состояния и появление АФМ-упорядочения *A*-типа [4,5], причем эти две фазы (ФМ и АФМ) сосуществуют в интервале давлений до 5 GPa, а температура Кюри демонстрирует аномальный рост с барическим коэффициентом 12 K/GPa для состава  $\text{La}_{0.75}\text{Ca}_{0.25}\text{MnO}_3$  [4]. В то же время для состава  $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$  с ромбоэдрической структурой (SG: *R3c*) ФМ-состояние остается стабильным в диапазоне давлений до 8 GPa, а температура Кюри растет со значительно меньшим барическим коэффициентом ( $\sim 4$  K/GPa) [8].

Можно предположить, что приложение достаточно высоких давлений  $P > 1$  GPa также может привести к изменениям магнитной структуры с возникновением АФМ-фазы, как это наблюдается в случае  $\text{La}_{0.75}\text{Ca}_{0.25}\text{MnO}_3$ .

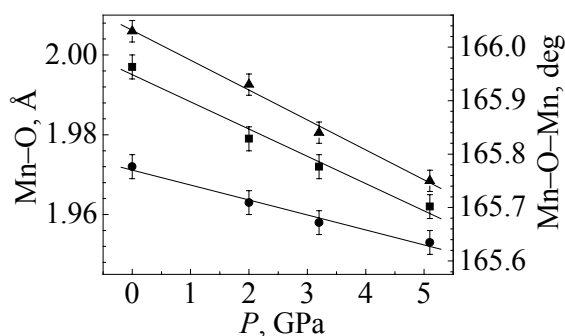
Методика приготовления поликристаллических образцов  $\text{Pr}_{0.7}\text{Ba}_{0.3}\text{MnO}_3$  методом твердофазных реакций подробно описана в [11]. Эксперименты по нейтронной дифракции проводили на спектрометре ДН-12 [12] импульсного высокопоточного реактора ИБР-2 (ЛНФ им. И.М. Франка, ОИЯИ, Дубна) с использованием камер высокого давления с сапфировыми наковальнями [13] в диапазоне внешних высоких давлений до 5 GPa и температур 10–300 K. Объем исследуемых образцов составлял  $V \sim 2.5 \text{ mm}^3$ . Дифракционные спектры измеряли при углах рассеяния  $2\theta = 90$  и  $45^\circ$ , для которых разрешение дифрактометра на длине волны  $2 \text{ \AA}$  составляло  $\Delta d/d = 0.02$  и  $0.025$  соответ-

ственно. Давление в камере измеряли по сдвигу линии люминесценции рубина с точностью  $\sim 0.05$  GPa. В качестве величины давления на образце использовали значение, усредненное по величинам, определенным в нескольких точках поверхности образца. Градиент распределения давления по поверхности образца не превышал 15%. Для проведения измерений с камерой высокого давления при низких температурах использовали специализированный криостат на базе гелиевого рефрижератора замкнутого цикла. Анализ дифракционных данных производили методом Ритвельда с помощью программ MRIA [14] и FullProf [15].

Нейтронные дифракционные спектры  $\text{Pr}_{0.7}\text{Ba}_{0.3}\text{MnO}_3$ , полученные при различных давлениях и температурах, показаны на рис. 1. При нормальном давлении и температурах ниже  $T_C \sim 197$  К наблюдается увеличение интенсивности дифракционных пиков (200)/(002)/(121) и (101)/(020), расположенных на межплоскостных расстояниях  $d \sim 2.78$  и  $\sim 3.91$  Å (что указывает на формирование основного ФМ-состояния). Магнитный момент иона марганца (при 10 К) составляет  $\sim 3.6(1)\mu_B$ . При повышении давления происходит анизотропное сжатие кислородных октаэдров вдоль оси  $b$ .

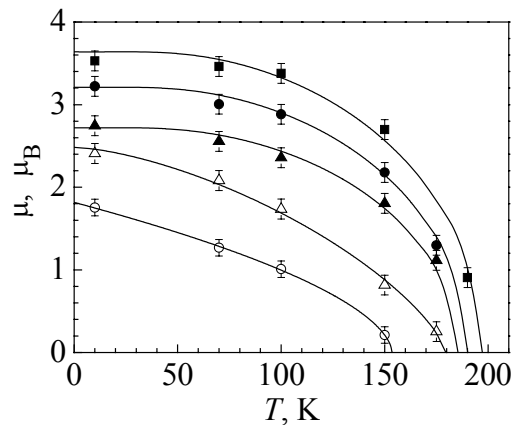


**Рис. 1.** Участки дифракционных спектров  $\text{Pr}_{0.7}\text{Ba}_{0.3}\text{MnO}_3$ , обработанных по методу Ритвельда для углов рассеяния  $2\theta = 90^\circ$  (а) и  $45.5^\circ$  (б): 1 –  $P = 5.1$  GPa,  $T = 10$  К; 2 –  $P = 0$ ,  $T = 10$  К; 3 –  $P = 0$ ,  $T = 300$  К. Показаны экспериментальные точки, вычисленный профиль и разностная кривая (4) (для  $P = 0$ ,  $T = 300$  К). Вертикальными штрихами указаны рассчитанные положения структурных дифракционных пиков. Наиболее интенсивные АФМ-пики и пики с ФМ-вкладом помечены символами «AFM» и «FM» соответственно



**Рис. 2.** Зависимость длин связей Mn–O1 (—■—), Mn–O2 (—●—) и угла  $\langle \text{Mn–O–Mn} \rangle$  (—▲—) от давления в  $\text{Pr}_{0.7}\text{Ba}_{0.3}\text{MnO}_3$  при комнатной температуре и их линейная интерполяция

На рис. 2 представлены данные по длинам связей Mn–O1 и Mn–O2, а также по изменению валентного угла Mn–O–Mn при различных давлениях. Это подтверждается различными значениями коэффициентов линейной сжимаемости  $k_i = -(1/l_{\text{Mn–O}i})(dl_{\text{Mn–O}i}/dP)_T$  ( $i = 1, 2$ ) для связи Mn–O1 ( $k_{\text{Mn–O1}} \sim 0.0035 \text{ GPa}^{-1}$ ) по сравнению с Mn–O2 ( $k_{\text{Mn–O2}} \sim 0.0019 \text{ GPa}^{-1}$ ). Среднее значение валентного угла Mn–O–Mn уменьшается от 166.0 до 165.7° (рис. 2). При давлении 1.9 GPa и температуре ниже 190 K также наблюдается вклад в интенсивность дифракционных пиков (200)/(002)/(121) и (101)/(020), соответствующих формированию ФМ-фазы. Кроме того, при температурах ниже  $T \sim 153 \text{ K}$  обнаружено появление новых магнитных рефлексов (010) и (111) на межплоскостных расстояниях  $d \sim 7.50$  и  $\sim 3.44 \text{ Å}$  (см. рис. 1), что соответствует появлению новой АФМ-фазы с упорядочением *A*-типа, которая сосуществует с ФМ-фазой. Магнитные моменты марганца АФМ-фазы расположены в плоскостях *ac*. Они ориентированы параллельно друг другу в пределах этих плоскостей и изменяют свое направление на противоположное в соседних плоскостях, перпендикулярных плоскости *b* орторомбической структуры. Температурные зависимости значений магнитных моментов ионов марганца для АФМ- и ФМ-фаз при разных давлениях приведены на рис. 3. Значения магнитного момента Mn при  $T = 10 \text{ K}$  составляют  $\sim 3.2(1)\mu_B$  (для ФМ-фазы) и  $\sim 1.8(1)\mu_B$  (для АФМ-фазы). При увеличении давления до 5.1 GPa магнитный момент ионов марганца ФМ-фазы снижается до  $\sim 2.7(1)\mu_B$ , а для АФМ-фазы увеличивается до  $\sim 2.5(1)\mu_B$ . Качественное различие температурных зависимостей магнитных моментов подтверждает предположение о наличии объемных областей ФМ- и АФМ-фаз под давлением и позволяет исключить альтернативную модель скошенного АФМ-состояния в  $\text{Pr}_{0.7}\text{Ba}_{0.3}\text{MnO}_3$ . С повышением давления происходит снижение температуры Кюри от 197 K ( $P = 0$ ) до 185 K ( $P = 5.1 \text{ GPa}$ ) с отрицательным барическим коэффициентом  $dT_C/dP = -2.3 \text{ K/GPa}$ . При этом температура Нееля увеличивается от 153 K ( $P = 1.9 \text{ GPa}$ ) до 179 K ( $P = 5.1 \text{ GPa}$ ) с положительным барическим коэффициентом  $dT_N/dP = 8 \text{ K/GPa}$ . Отрицательный барический коэффициент для ФМ-фазы скорее всего обусловлен снижением угла Mn–O–Mn и, как следствие, уменьшением зоны носителей заряда.



**Рис. 3.** Температурная зависимость магнитного момента марганца для ФМ-фазы и АФМ-фазы *A*-типа при различных давлениях, ГПа: 5.1 (▲ – ФМ, △ – АФМ), 1.9 (● – ФМ, ○ – АФМ), 0 (■ – ФМ)

Результаты данных исследований показывают, что воздействие высокого давления на  $\text{Pr}_{0.7}\text{Ba}_{0.3}\text{MnO}_3$  подавляет исходное ФМ-состояние и ведет к появлению АФМ-состояния *A*-типа, обусловленного анизотропным сжатием кислородных октаэдров. Температура Кюри уменьшается с отрицательным барическим коэффициентом ( $dT_C/dP = -2.3 \text{ K/GPa}$ ), а температура Нееля увеличивается с положительным барическим коэффициентом ( $dT_N/dP = 8 \text{ K/GPa}$ ). Наблюдаемое поведение  $T_C$  резко отличается от поведения других манганитов (например,  $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$  и  $\text{La}_{0.75}\text{Ca}_{0.25}\text{MnO}_3$ ) с орторомбической (*Pnma*) и ромбоэдрической (*R3c*) структурами, где при воздействии высоких давлений отмечен рост температуры Кюри с большими значениями барических коэффициентов.

Настоящая работа была частично поддержана РФФИ (гранты № 10-02-90908 и № 12-02-90904).

1. R. von Helmholt, J. Wecker, B. Holzapfel, L. Schultz, and K. Samwer, Phys. Rev. Lett. **71**, 2331 (1993).
2. M.B. Salamon, M. Jaime, Rev. Mod. Phys. **73**, 583 (2001).
3. E. Dagotto, T. Hotta, and A. Moreo, Phys. Rep. **344**, 1 (2001).
4. Д.П. Козленко, С.Е. Кичанов, В.И. Воронин, Б.Н. Савенко, В.П. Глазков, Е.А. Киселева, Н.В. Проскурнина, Письма в ЖЭТФ **82**, 501 (2005).
5. Д.П. Козленко, Т.А. Чан, С.Е. Кичанов, Z. Jirák, L.S. Dubrovinsky, Б.Н. Савенко, Письма в ЖЭТФ **92**, 654 (2010).
6. Д.П. Козленко, Б.Н. Савенко, ЭЧАЯ **37**, вып. 7, 5 (2006).
7. A. Congeduti, P. Postorino, E. Caramagno, M. Nardone, A. Kumar, and D.D. Sarma, Phys. Rev. Lett. **86**, 1251 (2001).
8. D.P. Kozlenko, I.N. Goncharenko, B.N. Savenko, V.I. Voronin, J. Phys.: Condens. Matter **16**, 6755 (2004).
9. С.В. Труханов, И.О. Троянчук, А.В. Труханов, И.А. Бобриков, В.Г. Симкин, А.М. Балагуров, Письма в ЖЭТФ **84**, 310 (2006).
10. N. Takeshita, C. Terakura, D. Akahoshi, Y. Tokura, H. Takagi, Phys. Rev. **B69**, 180405 (2004).

11. С.В. Труханов, В.А. Хомченко, Л.С. Лобановский, М.В. Бушинский, Д.В. Карпинский, В.В. Федотова, И.О. Троянчук, А.В. Труханов, С.Г. Степин, Р. Шимчак, К.Е. Ботез, А. Адайр, ЖЭТФ **130**, 457 (2006).
12. С.В. Труханов, Д.П. Козленко, А.В. Труханов, ФТВД **19**, № 2, 25 (2009).
13. V.L. Aksenov, A.M. Balagurov, V.P. Glazkov, D.P. Kozlenko, I.V. Naumov, B.N. Savenko, D.V. Sheptyakov, V.A. Somenkov, A.P. Bulkin, V.A. Kudryashev, V.A. Trounov, Physica **B265**, 258 (1999).
14. В.П. Глазков, И.Н. Гончаренко, ФТВД **1**, № 1, 56 (1991).
15. V.B. Zlokazov and V.V. Chernyshev, J. Appl. Cryst. **25**, 447 (1992).

*А.В. Труханов, Д.П. Козленко, Т.А. Чан, С.В. Труханов, С.Є. Кичанов, А.Н. Васильєв*

## ДОСЛІДЖЕННЯ КРИСТАЛІЧНОЇ ТА МАГНІТНОЇ СТРУКТУРИ МАНГАНІТУ $\text{Pr}_{0.7}\text{Ba}_{0.3}\text{MnO}_3$ ПІД ВИСОКИМ ТИСКОМ

Методом нейтронної дифракції досліджено кристалічну та магнітну структури аніон-стехіометричного манганіту  $\text{Pr}_{0.70}\text{Ba}_{0.30}\text{MnO}_3$  в діапазоні тиску 0–5 GPa і температур 10–300 K. Визначено баричні залежності параметрів й об'єму елементарної комірки, міжатомних зв'язків Mn–O в орторомбічній структурі симетрії *Imma*. При тиску  $P = 1.9$  GPa в області низьких температур виявлено магнітний фазовий перехід із феромагнітного (ФМ) стану ( $T_C \sim 197$  K) в антиферомагнітний (АФМ) *A*-типу ( $T_N \sim 153$  K). Феро- й антиферомагнітні фази співіснують у діапазоні тиску до  $P \sim 5.1$  GPa. Розраховано баричні коефіцієнти для ФМ- і АФМ-фаз.

**Ключові слова:** манганіти, нейтронна дифракція, високий тиск, магнітні властивості

*A.V. Trukhanov, D.P. Kozlenko, T.A. Chan, S.V. Trukhanov, S.E. Kichanov, A.N. Vasiliev*

## THE CRYSTAL AND MAGNETIC STRUCTURE INVESTIGATION OF THE $\text{Pr}_{0.7}\text{Ba}_{0.3}\text{MnO}_3$ MANGANITE UNDER HIGH PRESSURE

The recent studies have shown that in manganites  $\text{Nd}(\text{Sm})_{0.50}\text{Ba}_{0.50}\text{MnO}_3$ , application of high hydrostatic pressure up to  $P \sim 5$  GPa results in ferromagnetism and suppresses spin glass state. It can be assumed that the application of high pressures  $P > 1$  GPa to  $\text{Pr}_{0.7}\text{Ba}_{0.3}\text{MnO}_3$  can also cause changes in the magnetic structure with emergence of the antiferromagnetic (AFM) phase, as is observed in the case of  $\text{La}_{0.75}\text{Ca}_{0.25}\text{MnO}_3$ .

At normal pressure and temperatures below  $T \sim 197$  K, the increase in the intensity of the (200)/(002)/(121) and (101)/(020) diffraction peaks located at  $d \sim 2.78$  and  $\sim 3.91$  Å is observed, which indicates formation of the main ferromagnetic state. The magnetic moment of the manganese ion at 10 K is  $\sim 3.6(1)\mu_B$ . When the pressure rises, anisotropic compression of the oxygen octahedra along *b* axis occurs. The mean value of the Mn–O–Mn bond angle decreases from 166.0 to 165.7°. At temperatures below  $T = 153$  K, the emergence of new (010) and (111) magnetic reflections at  $d \sim 7.50$  and  $\sim 3.44$  Å is detected, which corresponds to appearance of a new AFM-phase with the *A*-type ordering, which coexists with the FM-phase. The magnetic moments of the manganese of

AFM-phase are in the *ac* planes. They are oriented parallel to each other within these planes and change its direction on the opposite one in the neighbor planes perpendicular to the *b* plane of the orthorhombic structure. The values of the magnetic moment of Mn at  $T = 10$  K are  $\sim 3.2(1)\mu_B$  (for FM-phase) and  $\sim 1.8(1)\mu_B$  (for the AFM-phase). With increasing pressure, the reduction of the Curie temperature from 197 K ( $P = 0$ ) to 185 K ( $P = 5.1$  GPa) occurs with negative  $dT_C/dP = -2.3$  K/GPa pressure coefficient. In this case, the Neel temperature increases from 153 K ( $P = 1.9$  GPa) to 179 K ( $P = 5.1$  GPa) with positive  $dT_N/dP = 8$  K/GPa pressure coefficient. The negative pressure coefficient for the FM-phase is likely determined by the reduction of Mn–O–Mn angle and consequently by decrease of the zone of charge carriers.

The results of these studies demonstrate, that high-pressure effect on  $\text{Pr}_{0.7}\text{Ba}_{0.3}\text{MnO}_3$  suppresses the initial FM state and generates the AFM state of *A*-type, which is due to the anisotropic compression of the oxygen octahedra. The observed behavior of  $T_C$  is very different from that of other manganites, such as  $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$  and  $\text{La}_{0.75}\text{Ca}_{0.25}\text{MnO}_3$  with orthorhombic (*Pnma*) and rhombohedral (*R3c*) structures where the increase of the Curie temperature with large pressure coefficients is detected at high pressure effect.

**Keywords:** manganites, neutron diffraction, high pressure, magnetic properties

**Fig. 1.** Parts of the  $\text{Pr}_{0.7}\text{Ba}_{0.3}\text{MnO}_3$  diffraction spectrum for the dispersion angles  $2\theta = 90^\circ$  (a) and  $45.5^\circ$  (b), processed by Rietveld method: 1 –  $P = 5.1$  GPa,  $T = 10$  K; 2 –  $P = 0$ ,  $T = 10$  K; 3 –  $P = 0$ ,  $T = 300$  K. Experimental points, calculated profile and differential curve (4) (for  $P = 0$ ,  $T = 300$  K) are shown. Calculated positions of the structural diffraction peaks are indicated by the vertical streaks. The most intensive AFM peaks and peaks with FM contribution are marked by «AFM» and «FM» symbols, respectively

**Fig. 2.** Pressure dependences of Mn–O1 (—■—), Mn–O2 (—●—) bond length and  $\langle\text{Mn–O–Mn}\rangle$  bond angle (—▲—) in  $\text{Pr}_{0.7}\text{Ba}_{0.3}\text{MnO}_3$  at room temperature and their linear interpolation

**Fig. 3.** Temperature dependence of manganese magnetic moment for the FM and *A*-type AFM phase at varied pressure, GPa: 5.1 (▲ – FM, △ – AFM), 1.9 (● – FM, ○ – AFM), 0 (■ – FM)



PACS: 68.55.jm

В.Д. Ситдииков, И.В. Александров, Р.К. Исламгалиев

## РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ СПЛАВА Ti GRADE 4, ПОДВЕРГНУТОГО РКУП-К

Уфимский государственный авиационный технический университет  
ул. К. Маркса, 12, г. Уфа, 450000, Россия

Статья поступила в редакцию 5 октября 2012 года

*В настоящей работе методом рентгеноструктурного анализа исследовано влияние температуры равноканально-углового прессования–«конформ» (РКУП-К) на микроструктуру и механизмы деформации объемных заготовок из Ti Grade 4. Заготовки подвергали РКУП-К с числом проходов от 1 до 8 по маршруту  $B_C$  при температурах 200 и 400 °C. Установлено, что эволюция микроструктуры и кристаллографической текстуры имеет особенности, зависящие от температуры РКУП-К. Кроме того, обнаружены закономерности формирования преимущественных ориентировок, а также оценена активность тех или иных систем скольжения и двойникования в титановых заготовках в зависимости от числа проходов и температуры РКУП-К.*

**Ключевые слова:** равноканально-угловое прессование–«конформ», Ti Grade 4, рентгеноструктурный анализ

### Введение

В настоящее время среди методов интенсивной пластической деформации (ИПД) основными методами являются РКУП и кручение под высоким давлением [1–3]. Данные методы позволяют получать объемные наноструктурные и ультрамелкозернистые (УМЗ) заготовки из различных металлов и сплавов, характеризующиеся повышенными механическими свойствами и высоким потенциалом промышленного использования. В частности, к настоящему времени показано, что материалы, подвергнутые ИПД, могут демонстрировать очень высокую прочность в сочетании с достаточной пластичностью, высокую усталостную прочность, низкотемпературную или высокоскоростную сверхпластичность [1]. При этом характерной особенностью объемных наноструктурных материалов, полученных методами ИПД, являются крайне малый размер зерен, наличие высокой плотности дефектов кристаллического строения в границах зерен и их сильнонеравновесное состояние [1–3].

С целью производства объемных наноструктурных заготовок для промышленного применения и повышения эффективности этих методов в Уфимском государственном авиационном техническом университете пред-

ложен ряд новых методов. Среди них: РКУП в параллельных каналах и РКУП-К [3]. Особенно интересным с практической точки зрения является РКУП-К, поскольку данный процесс позволяет получать длинномерные прутки с улучшенными прочностными свойствами [3]. Повышению прочности может способствовать понижение температуры деформации РКУП-К и выбор оптимального числа проходов.

Известно, что температура – один из важнейших параметров пластической деформации, в том числе при ИПД [1,2]. Понижение температуры может активизировать новые системы скольжения, системы двойникования, заблокировать механизмы переползания дислокаций. При низких температурах становятся невозможными процессы динамического возврата и рекристаллизации.

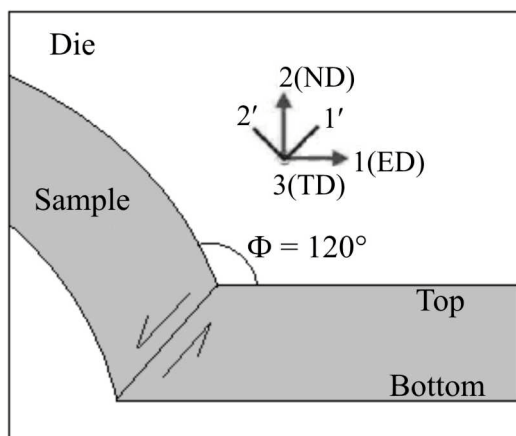
РКУП-К – достаточно новый процесс, и в связи с этим влияние температуры РКУП-К на характер измельчения структурных составляющих, действующих систем скольжения и систем двойникования все еще не исследовано. Традиционное РКУП Ti Grade 4 обычно проводят при достаточно высоких (400°C) температурах [1,2]. В связи с этим актуальным является исследование возможности понижения температуры РКУП, в том числе РКУП-К, что позволило бы повысить эффективность данного метода. В то же время следует помнить, что при слишком низких температурах появляются проблемы стойкости оснастки и вопросы, связанные с необходимостью прикладывать очень высокие усилия деформации.

Рентгеноструктурный анализ (РСА), дающий возможность оценить размер областей когерентного рассеяния (ОКР), упругие микроискажения кристаллической решетки, плотность дислокаций, активность действующих систем скольжения и двойникования и т.д., является важнейшим инструментом исследования объемных наноструктурных материалов. С помощью РСА можно успешно контролировать изменения микроструктуры и устанавливать механизмы, приводящие к таким изменениям [4].

Цель данной работы – РСА влияния температуры и числа проходов РКУП-К на характер эволюции микроструктуры и механизмы, обеспечивающие течение материала в ходе РКУП-К, а также выявление структурных параметров, ответственных за формирование высокопрочного состояния.

## 2. Материал и методика рентгеноструктурного анализа

В качестве исходного материала был выбран Ti марки Grade 4 (Ti – 99.45 wt%, C – 0.04, Fe – 0.14, N<sub>2</sub> – 0.006, H<sub>2</sub> – 0.0015, O<sub>2</sub> – 0.36 wt%) со средним размером зерен 10  $\mu\text{m}$ . Исходные заготовки отожженного Ti имели форму прямоугольного параллелепипеда с длиной 250 mm и квадратным основанием 11  $\times$  11 mm. Заготовки были подвергнуты РКУП-К при температурах 200 и 400°C. Различный уровень степени накопленной деформации достигали за счет неоднократного продавливания образца через два канала, пересекающихся под углом  $\Phi = 120^\circ$  (рис. 1).



**Рис. 1.** Схема, иллюстрирующая РКУП-К, и использованная система координат

на отраженном пучке. Для расчетов использовали длины волн  $\lambda_{K_{\alpha 1}} = 1.54060 \text{ \AA}$  и  $\lambda_{K_{\alpha 2}} = 1.54439 \text{ \AA}$ . Общий вид рентгенограмм снимали с шагом сканирования  $0.05^\circ$  и временем экспозиции в каждой точке, равным 5 с. Прецизионные съемки для выделенных рентгеновских пиков осуществляли с шагом  $0.02^\circ$  и временем счета, равным 10 с. Количественную оценку размеров ОКР, среднеквадратичных микроискажений проводили с использованием программного пакета PDXL ([www.rigaku.com](http://www.rigaku.com)). Плотность дислокаций рассчитывали согласно методике, разработанной в работе [5].

Анализ процессов текстурообразования был выполнен с использованием дифрактометра ДРОН-3м, оснащенного автоматической текстурной приставкой. При съемке полюсных фигур (ПФ) использовали фильтрованное рентгеновское излучение  $\text{Cu } K_{\alpha 1}$ . Съемку на отражение проводили в пределах изменения радиального угла  $\gamma$  от 0 до  $75^\circ$  и азимутального угла  $\delta$  от 0 до  $360^\circ$ .

Диаметр облучаемой области соответствовал 0.6 mm. Исследование осуществляли в геометрическом центре поперечного сечения заготовки (плоскость 2–1) (рис. 1). В результате получали набор интенсивностей отраженных рентгеновских лучей. Функции распределения ориентировок (ФРО) и полные ПФ строили, основываясь на результатах съемки неполных ПФ для плоскостей  $(10\bar{1}0)$ ,  $(0002)$  и  $(10\bar{1}1)$ . Результаты экспериментальных исследований представляли в виде полных ПФ и ФРО, рассчитанных с использованием пакета программ LaboTEX [6].

### 3. Методика моделирования кристаллографических текстур

Моделирование процессов текстурообразования проводили в рамках вязкопластической самосогласованной (ВПСС) модели [7]. В качестве исходной текстуры использовали экспериментальную текстуру образца Ti, представленную в виде 1000 отдельных ориентировок. Учет влияния двойникования на кристаллографическую текстуру осуществляли по схеме преобла-

РКУП-К проводили по маршруту  $B_C$ , при котором между последовательными проходами образец поворачивали на угол  $90^\circ$  относительно продольной оси заготовки (ось 1).

Экспериментальные данные были получены с использованием рентгеновского дифрактометра Rigaku Ultima IV с фокусировкой гониометра по методу Брэгга–Брентано. Съемку образцов проводили с использованием  $\text{Cu } K_{\alpha}$ -излучения (40 kW, 30 mA) и плоского графитового монохроматора  $\langle 0002 \rangle$  на отра-

дающей переориентации двойникованием, предложенной Tomé [8]. Деформационное упрочнение процессов текстурообразования рассчитывали согласно модели Voce [9].

Для выявления активных систем скольжения, которые ответственны за появление тех или иных максимумов на ПФ, на основе литературного анализа были выбраны наиболее типичные для Ti с ГПУ-решеткой семь систем скольжения и двойникования. К этим системам относятся: базисные  $\{0001\} \langle \bar{1}\bar{1}20 \rangle$ , призматические  $\{10\bar{1}0\} \langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$ , пирамидальные 1-го рода  $\{10\bar{1}1\} \langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$  и  $\{10\bar{1}1\} \langle \bar{1}\bar{1}23 \rangle$ , пирамидальные 2-го рода  $\{11\bar{2}2\} \langle \bar{1}\bar{1}23 \rangle$  системы скольжения, а также системы двойникования растяжением  $\{10\bar{1}2\} \langle \bar{1}011 \rangle$  и сжатия  $\{2\bar{1}\bar{1}2\} \langle 2\bar{1}\bar{1}3 \rangle$ .

Каждому семейству плоскостей скольжения и двойникования задавали значение относительного критического скалывающего напряжения сдвига  $\tau_0$ . Для различных систем скольжения и двойникования значения  $\tau_0$  были взяты для различных температур из [10].

#### 4. Результаты и их обсуждение

**Рентгеноструктурные исследования.** Сравнительный анализ характеристик микроструктуры, установленных методом РСА при температурах 200 и 400°C, показывает, что в наноструктурном состоянии, полученном в результате РКУП-К, размеры ОКР, уровень упругих микроискажений кристаллической решетки, а также плотность дислокаций существенно отличаются от таковых в крупнокристаллическом состоянии (табл. 1).

Таблица 1  
Параметры структуры образцов титана, полученных методом РКУП-К

Состояние	ОКР, nm		Микроискажения $\langle \epsilon^2 \rangle$ , 10 <sup>-4</sup>		Плотность дислокаций $\rho$ , 10 <sup>15</sup> m <sup>-2</sup>	
	200°C	400°C	200°C	400°C	200°C	400°C
Исходное	69.5 ± 11		7.81 ± 1.02		~ 0.13	
1 проход	31 ± 3	38 ± 4	15.13 ± 1.84	15.32 ± 1.93	~ 0.58	~ 0.46
2 прохода	28 ± 3	34 ± 3	18.76 ± 2.17	16.61 ± 2.23	~ 0.79	~ 0.57
4 прохода	26 ± 3	32 ± 3	20.03 ± 2.24	13.09 ± 1.71	~ 0.90	~ 0.48
8 проходов	25 ± 2	—	24.90 ± 2.30	—	~ 1.17	—
6 проходов	—	33 ± 2	—	9.19 ± 1.06	—	~ 0.32

Размер ОКР в результате шести проходов РКУП-К ( $T = 400^\circ\text{C}$ ) уменьшается примерно в два раза (по сравнению с таковым в крупнокристаллическом состоянии) и составляет  $33 \pm 2$  nm, что не противоречит результатам, полученным в работе [11] для технически чистого Ti (grade 2). При 400°C измельчение ОКР меньше, чем при 200°C, и зависимость его от числа проходов немонотонная (табл. 1). Величина среднеквадратичных микроискажений кристаллической решетки после большого числа проходов начинает па-

дать так же, как и плотность дислокаций. Это указывает на протекание при 400°C процессов динамического возврата и, возможно, динамической рекристаллизации.

При понижении температуры РКУП-К до 200°C происходит закономерное уменьшение размеров ОКР с увеличением числа проходов. При этом уровни среднеквадратичных микроискажений и плотность дислокаций монотонно растут. Уровень среднеквадратичных микроискажений кристаллической решетки после 1-го прохода РКУП-К примерно в два раза, а после 8 проходов – примерно в четыре раза превышает аналогичную величину, соответствующую крупнокристаллическому состоянию. В то же время плотность дислокаций в результате 8 проходов РКУП-К возрастает более чем в девять раз ( $\rho \sim 1.17 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$ , табл. 1), что свидетельствует о высокой плотности внесенных дефектов. Однако данное значение плотности дислокаций несколько ниже по сравнению с таковым для чистого Ti после 8 проходов РКУП с последующей холодной прокаткой ( $\rho \sim 3 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$ ) [11]. Данное различие, по-видимому, связано с чистотой сопоставляемых материалов, степенью и температурой деформации.

Таким образом, РСА показывает, что действительно понижение температуры проведения РКУП-К способствует дополнительному измельчению микроструктуры и затрудняет протекание процессов динамического возврата.

С другой стороны, значительное измельчение зеренной структуры может быть также достигнуто с помощью других методов ИПД. В частности, представляет интерес сравнение результатов, полученных на образцах, подвергнутых РКУП-К, с результатами РСА-исследований образцов титана (табл. 2), измельченных методами криогенного размолла [12], интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК) [1], всестороннейковки [13].

Таблица 2

**Параметры структуры порошковых образцов титана, полученных различными методами ИПД**

Состояние	ОКР, nm	Микроискажения $\langle \epsilon^2 \rangle, 10^{-4}$	Плотность дислокаций $\rho, 10^{15} \text{ m}^{-2}$
Порошок, подвергнутый криогенному размолу	61.8	6.01	0.11
Криогенный размол + ИПДК (10 оборотов)	21.9	24.4	1.31
Криогенный размол + всесторонняя ковка	17.5	9.8	0.66
Криогенный размол + всесторонняя ковка + ИПДК (5 оборотов, 300°C)	20.6	30.7	1.75

Из табл. 2 следует, что применение ИПДК приводит к дополнительному измельчению зеренной структуры в порошках, предварительно подвергну-

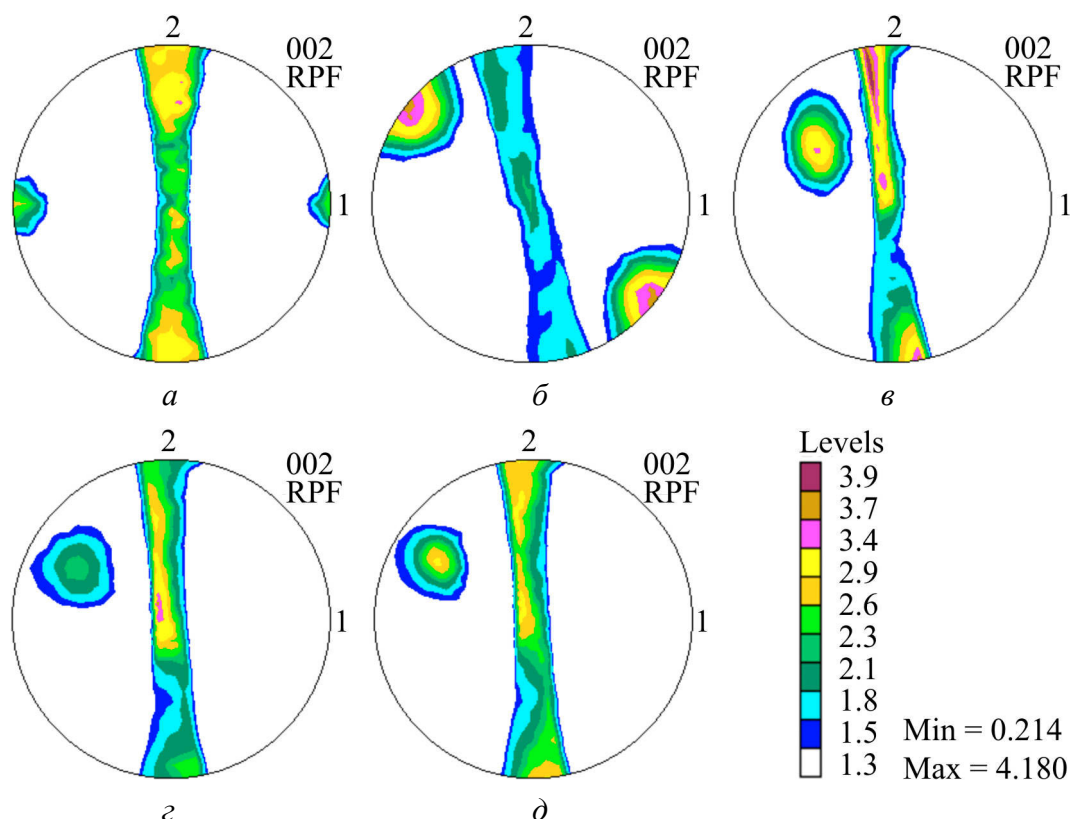
тых криогенному размолу. В частности, размер ОКР снижается с 61 до 22 nm, при этом среднеквадратичные микроискажения и плотность дислокаций достигают значений  $24.4 \cdot 10^{-4}$  и  $1.31 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$  соответственно. В результате всестороннейковки размер ОКР уменьшается существенно, однако микроискажения и плотность дислокаций относительно невысоки (табл. 2). Комбинация всестороннейковки с ИПДК при 300°C приводит к тому, что размер ОКР в порошке титана уменьшается примерно в 3 раза и составляет около 20 nm, при этом плотность дислокаций достигает величины  $1.75 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$ , что свидетельствует о высокопрочном состоянии.

Таким образом, результаты исследований методом РСА показывают, что в монолитных образцах титана, полученных консолидацией порошков различными методами ИПД, можно также сформировать нанокристаллическую структуру, характеризующуюся малым размером ОКР и чрезвычайно высокой плотностью дислокаций. Вместе с тем наблюдающиеся в них значения ОКР существенно ниже, а величины среднеквадратичных микроискажений кристаллической решетки и плотности дислокаций существенно выше по сравнению с таковыми для образцов, подвергнутых РКУП-К при температуре 200°C.

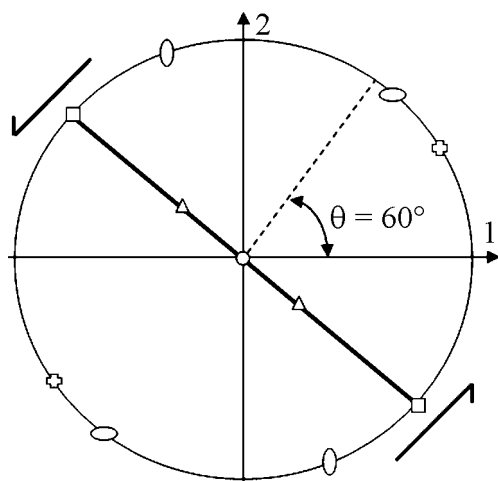
**Текстурные исследования.** Экспериментальные полные ПФ (0002) в различных исследованных состояниях при температуре 400°C представлены на рис. 2. На периферии ПФ исходного состояния наблюдаются два текстурных максимума, относящихся к ориентировке типа  $\{0001\} \langle \bar{1} \bar{1} 20 \rangle$  (рис. 2,а). В центре ПФ располагается фибра  $\{01 \bar{1} 0\} \langle uvw \rangle$ , ориентированная вдоль вертикальной оси ПФ. Расположение текстурных максимумов на ПФ (0001) в исходном состоянии подобно тому, что наблюдается при прокатке [9], и обусловлено термомеханическим процессом получения исходного прутка.

Экспериментальная ПФ (0002) после первого прохода РКУП-К при  $T = 400^\circ\text{C}$  (рис. 2,б) характеризуется двумя главными максимумами, расположенными на периферии ПФ под углами  $\sim 60^\circ$  по отношению к оси 1, соответствующей ориентации продольной оси заготовки. Расположение текстурных максимумов подобно тому, что наблюдается при обычном РКУП с углами пересечения каналов  $120^\circ$ . При этом такую текстуру можно охарактеризовать с помощью идеальных ориентировок  $H1_\theta$ ,  $H2_\theta$ ,  $H3_\theta$ ,  $H4_\theta$ ,  $H5_\theta$  и  $H6_\theta$ , соответствующих текстуре простого сдвига (рис. 3) [14]. Максимумы свидетельствуют об активности базисных систем скольжения в плоскости сдвига (ориентировка  $H1_\theta$ ) и систем двойникования (ориентировка  $H6_\theta$ ).

Кроме того, в центре ПФ виден еще один максимум, соответствующий ориентировке  $H2_\theta$  (0001)  $\langle \bar{1} 0 10 \rangle$  (рис. 2,б и 3). Характер расположения всех текстурных максимумов на ПФ (0002) указывает на то, что базисные плоскости установлены преимущественно параллельно плоскости сдвига (плоскость пересечения каналов). При этом они благоприятно ориентированы для скольжения  $\langle a \rangle$  дислокаций по данной плоскости, а также по пирамидальным плоскостям первого и второго порядков.



**Рис. 2.** Экспериментальные ПФ (0002) для Ti Grade 4 в различных состояниях: *а* – исходное, *б* – 1 проход РКУП-К, *в* – 2, *г* – 4, *д* – 8 проходов. Продольное сечение,  $T = 400^\circ\text{C}$

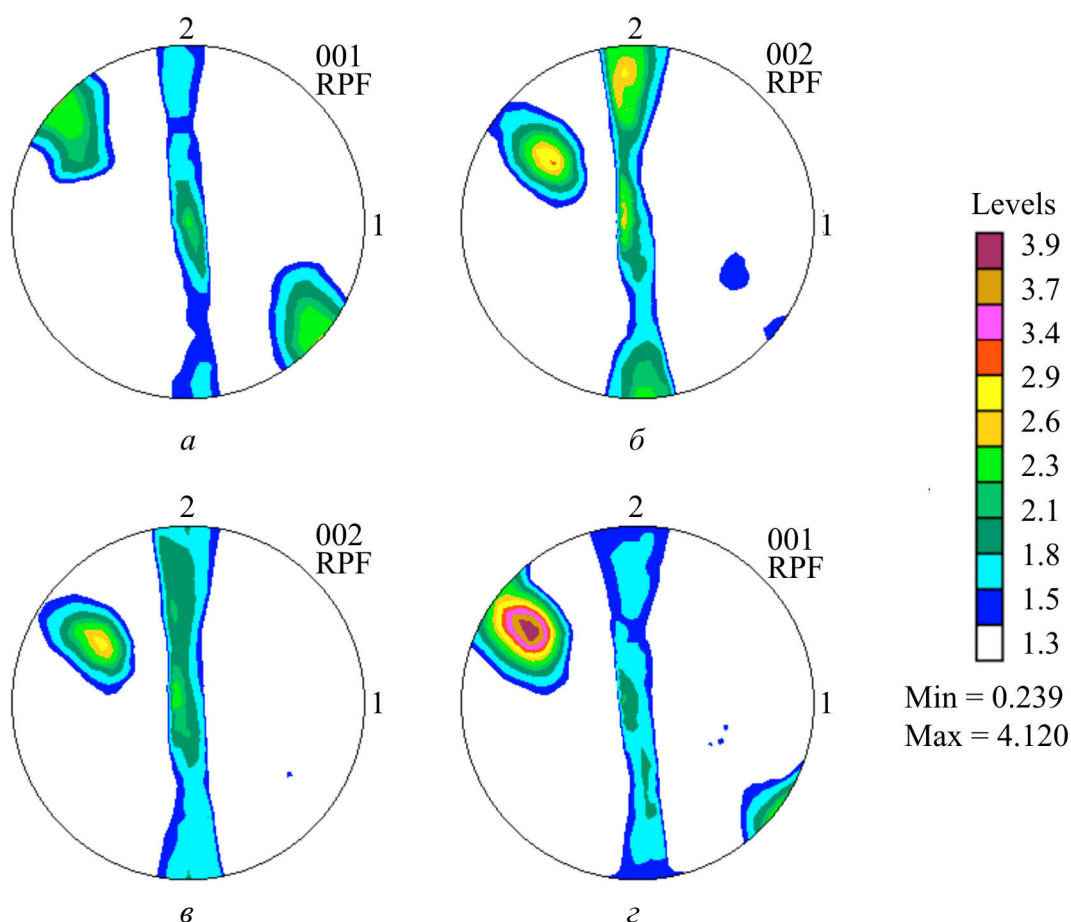


**Рис. 3.** Положения идеальных ориентировок простого сдвига при РКУП-К на ПФ (0001) для металлов с ГПУ-решеткой ( $c/a = 1.633$ ) [12]:  $\square$  –  $H1_\theta$ ,  $\circ$  –  $H2_\theta$ ,  $\triangle$  –  $H3_\theta$ ,  $\oplus$  –  $H4_\theta$ ,  $\ominus$  –  $H5_\theta$ ,  $\bigcirc$  –  $H6_\theta$ . Угол пересечения каналов  $120^\circ$

После 2 проходов кристаллографические ориентировки зерен отличаются от таковых, характерных для состояния после 1-го прохода. Об этом свидетельствует изменение расположения текстурных максимумов (рис. 2, *в*). Базисная плоскость, которая была параллельна плоскости сдвига (перпендикулярна плоскости 1–2) после 1-го прохода, поворачивается на угол  $\sim 30^\circ$  относительно оси 2. Это приводит к появлению новой ориентировки  $(01\bar{1}\bar{1}) \langle \bar{2}111 \rangle$ , смещенной к центру ПФ. Кроме того, полюсная плотность ориентировки  $H2_\theta$  (0001)  $\langle \bar{1}010 \rangle$  усиливается, а «двойниковая» ориентировка  $H6_\theta$  ( $12\bar{3}0$ )  $\langle 0001 \rangle$  исчезает (рис. 2, *в*).

После 4 и 8 проходов вид ПФ практически не изменяется и она похожа на ПФ после 2 проходов (рис. 2,б). В то же время после 4 проходов усиливается ориентировка  $H_{2\theta}$  (0001)  $\langle \bar{1}010 \rangle$  в центре ПФ (рис. 2,з). Кроме того, полюсная плотность ориентировки  $(\bar{1}2\bar{1}1) \langle 31\bar{4}1 \rangle$ , близкой к центру ПФ и относящейся к пирамидальному типу, имеет тенденцию к незначительному росту с увеличением числа проходов РКУП-К.

Экспериментальные полные ПФ (0002) Ti Grade 4 после 1, 2, 4 и 6 проходов РКУП-К при температуре 200°C представлены на рис. 4. В целом ПФ в различных структурных состояниях при температуре 200°C похожи на таковые, полученные для образцов, подвергнутых РКУП-К при температуре 400°C. Однако ориентировки  $H_{2\theta}$  (0001)  $\langle \bar{1}010 \rangle$  и  $H_{6\theta}$  (12 $\bar{3}$ 0)  $\langle 0001 \rangle$ , сформированные в результате 1-го прохода РКУП-К при температуре 200°C, остаются стабильными вплоть до больших степеней деформации. Кроме того, полюсная плотность ориентировки  $(01\bar{1}\bar{1}) \langle \bar{2}111 \rangle$ , относящейся к пирамидальному типу, усиливается при увеличении числа проходов РКУП-К.



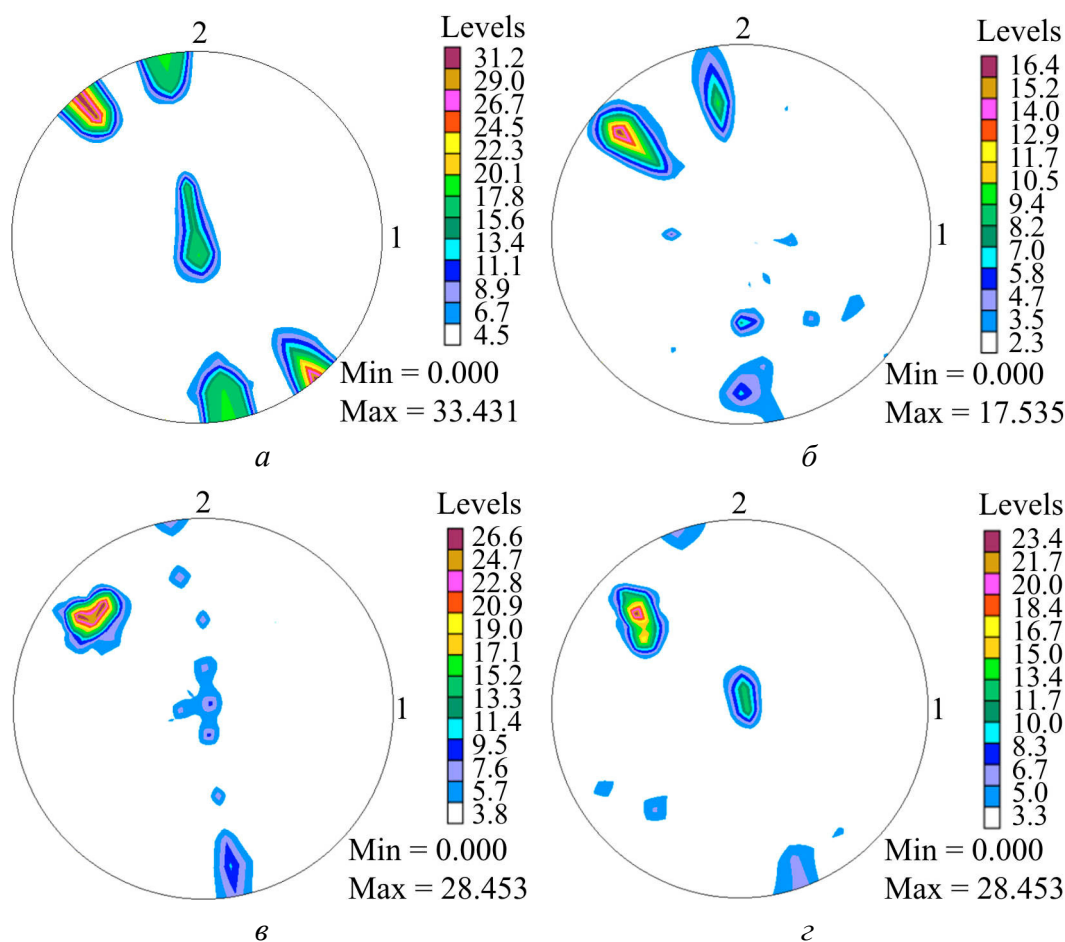
**Рис. 4.** Экспериментальные ПФ (0002) для Ti Grade 4 в различных состояниях: а – 1 проход РКУП-К, б – 2, в – 4, з – 6 проходов. Продольное сечение,  $T = 200^\circ\text{C}$



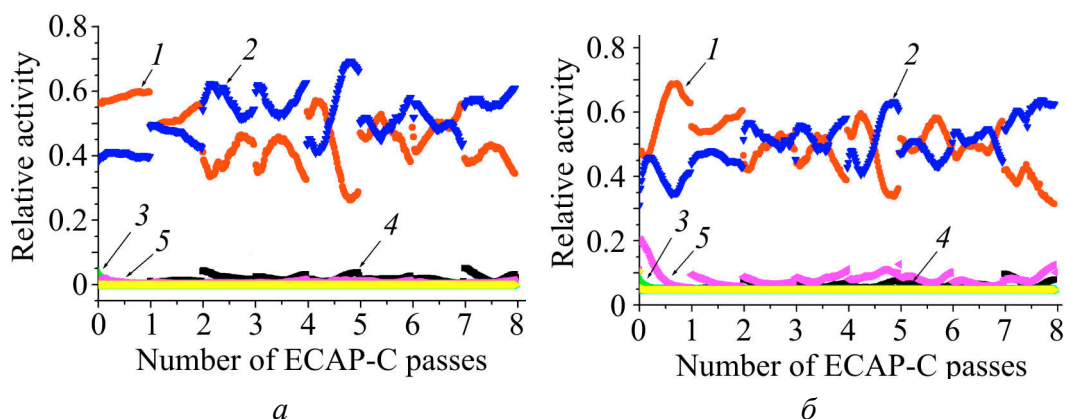
В целом интерпретация полученных экспериментальных кристаллографических текстур представляет собой значительные сложности, поскольку не позволяет устанавливать действующие системы скольжения или двойниковогоания. В связи с этим был проведен анализ процессов текстурообразования при ИПД методом компьютерного моделирования в рамках ВПСС-модели.

На рис. 5 представлены результаты моделирования процессов текстурообразования при температуре  $400^{\circ}\text{C}$  с учетом выбранных на основе литературных данных системы скольжения и системы двойниковогоания и соответствующих данной температуре критических скалывающих напряжений сдвига. Полученные в результате моделирования прямые ПФ (0001) воспроизводят основные максимумы  $H1_0$ ,  $H2_0$ ,  $H3_0$ ,  $H4_0$ ,  $H5_0$  и  $H6_0$  текстуры сдвига (см. рис. 4). Сопоставление результатов эксперимента (см. рис. 2) и моделирования (рис. 5) в соответствующих состояниях указывает на их подобие.

При 1-м проходе РКУП-К, реализованном при  $T = 400^{\circ}\text{C}$ , наиболее активными (по отношению к другим системам скольжения и двойниковогоания) являются базисные  $\{0001\}$  системы скольжения (рис. 6,а). Активность дислокационного скольжения по базисным системам имеет тенденцию к росту по



**Рис. 5.** Модельные ПФ (0001) в плоскости 1–2 после различного числа проходов РКУП-К: а – 1, б – 2, в – 4, з – 8. Продольное сечение,  $T = 400^{\circ}\text{C}$



**Рис. 6.** Относительная активность систем скольжения (1 – базисные, 2 – пирамидальные  $\langle a + c \rangle$ , 3 – пирамидальные  $\langle a \rangle$ , 4 – призматические) и систем двойникового растяжением (5) в зависимости от числа проходов РКУП-К Ti Grade 4 и температуры  $T$ , °C: *a* – 400, *б* – 200

мере увеличения степени накопленной деформации в ходе 1-го прохода РКУП-К. Кроме того, в ходе 1-го прохода также активны пирамидальные  $\langle c + a \rangle$   $\{10\bar{1}1\}$   $\langle\bar{1}\bar{1}23\rangle$  (1-го рода) системы скольжения, действие которых носит немонокотонных характер.

Процессы двойникового растяжением и сжатием также реализуются в ходе 1-го прохода РКУП-К при  $T = 400^\circ\text{C}$ , однако их активность достаточно низка (рис. 6, *a*). При этом активные в начале 1-го прохода процессы двойникового по системам  $\{10\bar{1}2\}$   $\langle\bar{1}011\rangle$  в конце этого прохода затрудняются вовсе. В результате увеличения числа проходов РКУП-К активность тех или иных систем скольжения и двойникового изменяется закономерно (рис. 6, *a*). На начальных этапах прессования наиболее активными являются базисные и пирамидальные  $\langle a + c \rangle$ -системы скольжения 1-го порядка. Доля базисных систем скольжения постепенно падает к концу соответствующего прохода, а пирамидальных – наоборот, возрастает. Кроме того, начиная со 2-го прохода, незначительно активизируются призматические  $\{10\bar{1}0\}$   $\langle\bar{1}2\bar{1}0\rangle$  системы скольжения (рис. 6, *a*). Подобная тенденция наблюдалась также в работах авторов [15,16], в которых показано, что наиболее активными системами являются базисные, призматические и пирамидальные системы скольжения.

Результаты оценки активности тех или иных систем скольжения и двойникового при  $T = 200^\circ\text{C}$  представлены на рис. 6, *б*. Понижение температуры прессования вызывает усиление процессов двойникового (рис. 6, *б*). Видно, что в начале 1-го прохода РКУП-К при  $T = 200^\circ\text{C}$  активизируются системы двойникового, что приводит к измельчению микроструктуры. Процессы деформации двойникованием являются активными также при больших степенях ИПД (рис. 6, *б*). Вместе с тем доля активности дислокаций по базисным и пирамидальным  $\langle a + c \rangle$ -системам скольжения 1-го порядка становится ниже таковой, реализованной при  $T = 400^\circ\text{C}$ . Также стоит отметить не-

значительное уменьшение доли призматических систем с понижением температуры реализации РКУП-К при больших степенях деформации.

Ранее было показано, что активность базисных, пирамидальных и призматических систем скольжения является определяющей в формировании кристаллографической текстуры в Ti Grade 2 в процессе традиционного РКУП [17]. В то же время было установлено, что роль двойникового заметна лишь в начале 1-го прохода РКУП при рассмотренных условиях ( $T = 450^\circ\text{C}$ , скорость прессования 6 mm/s). Сравнительный анализ показал, что как при традиционном РКУП, так и при РКУП-К активизируются одни и те же системы скольжения и двойникового.

### Заключение

В результате экспериментов, проведенных методом РСА, и компьютерного моделирования исследованы влияние температуры РКУП-К на характер эволюции микроструктуры и действующие механизмы деформации в Ti Grade 4. Установлено, что при температуре  $200^\circ\text{C}$  происходит закономерное уменьшение размера ОКР, при этом наблюдается монотонный рост среднеквадратичных микроискажений и плотности дислокаций с увеличением числа проходов. При 1-м проходе РКУП-К при этой температуре наблюдается активизация процессов двойникового, способствующих измельчению микроструктуры. При большем числе проходов двойникование практически не наблюдается.

При  $400^\circ\text{C}$  после 4 проходов РКУП-К размер ОКР стабилизируется и даже немного растет, двойникование отсутствует, а величина среднеквадратичных микроискажений и плотность дислокаций в кристаллической решетке начинают падать, что указывает на протекание процессов динамического возврата и, возможно, динамической рекристаллизации.

В результате компьютерного моделирования эволюции кристаллографической текстуры показано, что в ходе РКУП-К при обеих рассмотренных температурах наиболее активными системами по отношению к другим системам скольжения и двойникового являются базисные  $\{0001\}$  и пирамидальные  $\langle a + c \rangle$ -системы скольжения 1-го порядка. При этом сформированную кристаллографическую текстуру можно охарактеризовать с помощью идеальных ориентировок  $H1_\theta$ ,  $H2_\theta$ ,  $H3_\theta$ ,  $H4_\theta$ ,  $H5_\theta$  и  $H6_\theta$ , соответствующих текстуре простого сдвига. Увеличение числа проходов РКУП-К приводит к ограничению процессов двойникового, а также усилению призматических систем скольжения.

Результаты данной работы были получены в рамках выполнения госконтракта № 11.519.11.3009.

1. R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov, Prog. Mater. Sci. **45**, 103 (2000).
2. R.Z. Valiev, T.G. Langdon, Prog. Mater. Sci. **51**, 881 (2006).

3. R.Z. Valiev, I.V. Alexandrov, Bulk Nanostructured Metallic Materials: Production, Structure and Properties, Akademkniga, Moscow (2007).
4. С.С. Горелик, Л.Н. Расторгуев, Ю.А. Скаков, Рентгенографический и электронно-оптический анализ, Металлургия, Москва (1970).
5. E. Schafner, M. Zehetbauer, T. Ungar, Mater. Sci. Eng. **A319–321**, 220 (2001).
6. Інформація на сайті <http://www.labosoft.com.pl>.
7. R.A. Lebensohn and C.N. Tome, Acta Mater. **41**, 26 (1993).
8. C.N. Tome, R.A. Lebensohn, U.F. Kocks, Acta Metall. Mater. **39**, 2667 (1991).
9. U.F. Kocks, C.N. Tome, H.R. Wenk, Texture and anisotropy, Cambridge University Press, Cambridge (1998).
10. H. Conrad, Prog. Mater. Sci. **26**, 123 (1981).
11. J. Gubicza, I.C. Dragomir, G. Ribarik, S.C. Baik, Y.T. Zhu, R.Z. Valiev, and T. Ungar, Z. Metallkunde **94**, 1185 (2003).
12. D. Witkin, E. Lavernia, Progr. Mater. Sci. **51**, 1 (2006).
13. S.Yu. Mironov, G.A. Salishchev, M.M. Myshlyayev, R. Pippan, Mater. Sci. Eng. **A418**, 257 (2006).
14. Li Saiyi, Acta Mater. **56**, 1031 (2008).
15. I.J. Beyerlein, L.S. Tóth, Prog. Mater. Sci. **54**, 427 (2009).
16. D.H. Shin, I. Kim, J. Kim, Y.S. Kim, S.L. Semiatin, Acta Mater. **51**, 983 (2003).
17. И.В. Александров, В.Д. Ситдииков, Я.Т. Бонарски, Вестник УГАТУ **12**, 76 (2009).

*В.Д. Ситдииков, І.В. Александров, Р.К. Ісламгалієв*

#### РЕНТГЕНОСТРУКТУРНИЙ АНАЛІЗ СПЛАВУ Ti GRADE 4, ПІДДАНОГО РККП-К

У даній роботі методом рентгеноструктурного аналізу досліджено вплив температури рівноканально-кутового пресування—«конформ» (РККП-К) на мікроструктуру й механізми деформації об'ємних заготовок з Ti Grade 4. Заготовки піддавали РККП-К з числом проходів від 1 до 8 за маршрутом  $B_C$  при температурах 200 і 400°C. Встановлено, що еволюція мікроструктури і кристалографічної текстури має особливості, які залежать від температури РККП-К. Крім того, виявлено закономірності формування переважних орієнтувань, а також оцінено активність тих чи інших систем ковзання й двійникування у титанових заготовках в залежності від числа проходів і температури РККП-К.

**Ключові слова:** рівноканально-кутове пресування—«конформ», Ti Grade 4, рентгеноструктурний аналіз

*V.D. Sitdikov, I.V. Alexandrov, R.K. Islamgaliev*

#### X-RAY STRUCTURE ANALYSIS OF THE Ti GRADE 4 ALLOY SUBJECTED TO ECAP-C

In the present paper, the effect of the temperature of equal channel angular pressing «Conform» (ECAP-Conform) on the microstructure and the deformation mechanisms of

bulk Ti Grade 4 billets was investigated by X-ray analysis. The billets were subjected to ECAP-Conform with the number of passes from 1 to 8 via the  $B_C$  route at 200 and 400°C. It was established that the evolution of microstructure and crystallographic texture had characteristic features dependent on the ECAP-Conform temperature. In addition, the mechanisms of preferred orientation formation were established. The activity of various slip systems and twinning in titanium billets was estimated depending on the number of passes and the ECAP-Conform temperature. In particular, at a temperature of 200°C, the size of coherent scattering domains decreases, besides, monotonous growth of mean-square microdistortions and dislocation density is observed with the increasing number of passes. At the same temperature, during the first pass of ECAP-Conform, activation of twinning processes that facilitate microstructure refinement occurs. At 400°C the value of mean-square microdistortions as well as the dislocation density in the crystalline lattice after 4 passes start decreasing, which indicates to the processes of dynamic recovery and, feasibly, dynamic recrystallization.

**Keywords:** equal channel angular pressing—«conform», Ti Grade 4, X-ray structure analysis

**Fig. 1.** Scheme of ECAP-C and coordinate system used

**Fig. 2.** Experimental PF (0002) for Ti Grade 4 in different states:  $a$  – the initial state,  $\bar{o}$  – 1 pass of ECAP-C,  $\bar{e}$  – 2,  $\bar{z}$  – 4,  $\bar{\partial}$  – 8 passes. Longitudinal section,  $T = 400^\circ\text{C}$

**Fig. 3.** Positioning of ideal orientations of simple shear during ECAP-C on PF (0001) for metals with HCP lattice ( $c/a = 1.633$ ) [12]:  $\square$  –  $H1_\theta$ ,  $\circ$  –  $H2_\theta$ ,  $\triangle$  –  $H3_\theta$ ,  $\boxplus$  –  $H4_\theta$ ,  $\ominus$  –  $H5_\theta$ ,  $\bigcirc$  –  $H6_\theta$ . The angle of channel intersection is  $120^\circ$

**Fig. 4.** Experimental PF (0002) for Ti Grade 4 in different states:  $a$  – 1 pass of ECAP-C,  $\bar{o}$  – 2,  $\bar{e}$  – 4,  $\bar{z}$  – 6 passes. Longitudinal section,  $T = 200^\circ\text{C}$

**Fig. 5.** Model PF (0001) in plane 1–2 after different number of ECAP-C passes:  $a$  – 1,  $\bar{o}$  – 2,  $\bar{e}$  – 4,  $\bar{z}$  – 8. Longitudinal section,  $T = 400^\circ\text{C}$

**Fig. 6.** Relative activity of slip systems (1 – basic, 2 – pyramidal  $\langle a + c \rangle$ , 3 – pyramidal  $\langle a \rangle$ , 4 – prismatic) and twinning by tension (5) depending on the number of ECAP-C Ti Grade 4 passes and temperature  $T$ , °C:  $a$  – 400,  $\bar{o}$  – 200

PACS: 61.43.Gt, 62.20.Fe, 68.37.Lp, 81.20.Ev

А.И. Дехтяр<sup>1</sup>, И.В. Моисеева<sup>1</sup>, В.В. Невдача<sup>2</sup>, Д.Г. Саввакин<sup>1</sup>

## СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ПОРОШКОВОЙ МЕТАЛЛУРГИИ, ПОСЛЕ ГОРЯЧЕГО ИЗОСТАТИЧЕСКОГО ПРЕССОВАНИЯ

<sup>1</sup>Институт металлофизики им. Г.В. Курдюмова НАН Украины  
бульвар Акад. Вернадского, 36, г. Киев, 03142, Украина

<sup>2</sup>Институт магнетизма НАН Украины и МОНмолодьспорт Украины  
бульвар Акад. Вернадского, 36б, г. Киев, 03142, Украина

Статья поступила в редакцию 26 сентября 2012 года

*Исследовано влияние горячего изостатического прессования (ГИП) при 200 МПа, 750 °С на залечивание остаточной пористости 2.8–3.5 vol.%, механические свойства при растяжении и фазово-структурные изменения титановых сплавов Ti–10V–2Fe–3Al и Ti–5Al–5V–5Mo–3Cr (mass%), полученных прессованием при 300–400 МПа при комнатной температуре порошков TiH<sub>2</sub> и лигатур V–Fe–Al и Al–V–Mo–Cr с последующим спеканием при 1250 °С в течение 4 h. Структурные исследования выполняли методами оптической и просвечивающей электронной микроскопии. Установлено, что ГИП обеспечивает уплотнение до пористости менее 0.1 vol.%. Залечивание пор при ГИП в (α + β)-титановых сплавах обеспечивается самодиффузией и скольжением дислокаций по межфазным границам, а изменение фазовой морфологии – диффузией легирующих элементов и скольжением дислокаций в пределах фаз. Уплотнение и структурное состояние после ГИП приводит к повышению пластичности сплавов в 2–4 раза без существенного изменения их прочности.*

**Ключевые слова:** титановые сплавы, порошковая металлургия, залечивание остаточной пористости, горячее изостатическое прессование, фазово-структурное состояние, механизм структурных изменений

### Введение

В последнее время во многих отраслях промышленности наблюдается растущий спрос на сложнолегированные титановые сплавы, которые обладают уникальным комплексом физико-механических свойств. Экономически выгодно производить такие сплавы и изделия из них методом высокотемпературного синтеза из гетерогенных порошковых смесей, в процессе которого достигается гомогенизация химического состава сплава. Однако после синтеза сплавы и изделия обладают остаточной пористостью (1–4 vol.%), которая существенно ухудшает их пластичность. Од-

ним из наиболее эффективных способов устранения пористости без нарушения текстуры является обработка сплавов и изделий с помощью ГИП в атмосфере инертного газа.

Несмотря на достаточно широкое применение ГИП в научных исследованиях и практических разработках, некоторые вопросы, касающиеся взаимосвязи фазовых и структурных изменений, происходящих при ГИП в титановых сплавах с невысокой остаточной пористостью, а также их влияния на механические свойства, практически не изучены. В данной работе нами предпринята попытка исследования этих вопросов.

### Материал и методика исследований

Исследовали сплавы Ti–10V–2Fe–3Al (10–2–3) и Ti–5Al–5V–5Mo–3Cr (5553) (mass%), полученные прессованием при 300–400 МПа в условиях комнатной температуры порошков TiH<sub>2</sub> и лигатур V–Fe–Al и Al–V–Mo–Cr, а также последующим спеканием при 1250°C в течение 4 h. Спекание проводили в установке СШВЭ-2500 в вакууме  $10^{-2}$ – $10^{-3}$  Па. Средний размер порошков составлял 40–60 мкм. Использование вместо чистого титана порошков гидрида титана способствовало активизации процессов спекания и химической гомогенизации [1]. Среднестатистический размер пор в синтезированных сплавах составлял 8–10 мкм. Максимальный размер пор колебался в пределах 15–20 мкм. ГИП проводили в атмосфере аргона в течение 2 h при давлении 200 МПа и температуре 750°C, ниже температуры ( $\alpha \rightarrow \beta$ )-превращения в  $\alpha$ -области. Уровень пористости до и после ГИП измеряли гидростатическим взвешиванием.

Цилиндрические образцы с диаметром рабочей части 4 mm, выточенные из синтезированных сплавов и обработанные ГИП, испытывали на растяжение при комнатной температуре в установке Instron-3367.

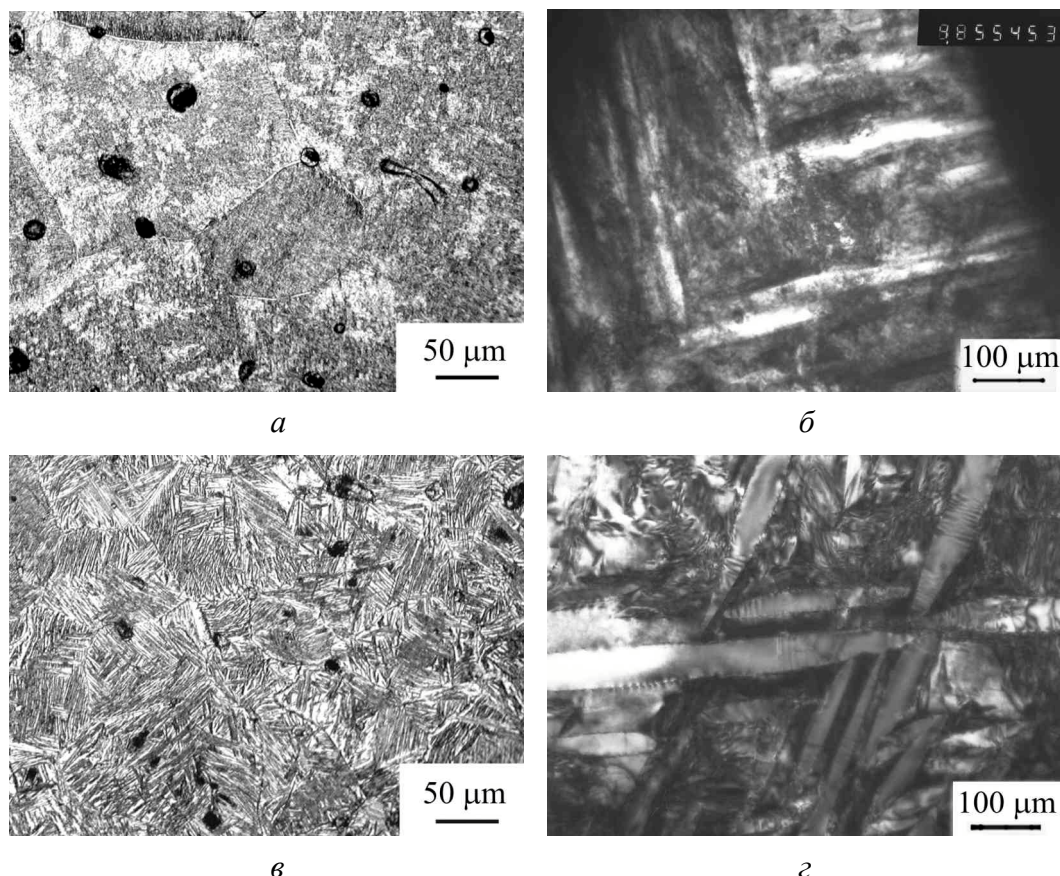
Структурные исследования сплавов после ГИП и растяжения выполняли с помощью оптической микроскопии (микроскоп Olympus-IX-70) и электронной микроскопии на просвет (микроскоп JEM-100CX).

### Результаты и обсуждение

В состоянии после синтеза из порошков (будем называть его исходным) структура сплавов на мезоскопическом уровне (порядка величины зерна 60–120 мкм), несмотря на одинаковое содержание  $\beta$ -фазы (60–65%), существенно отличалась. Сплав 10–2–3 характеризовался смешанным неоднородным распределением  $\alpha$ - и  $\beta$ -фаз со значительными сгущениями и разрежениями выделений  $\alpha$ -фазы в пределах зерна (рис. 1,а). Пористость сплава составляла 3.5%. В то же время в сплаве 5553 наблюдалось более однородное квазипластинчатое распределение  $\alpha$ - и  $\beta$ -фаз с игольчатой морфологией  $\alpha$ -фазы. Пористость не превышала 2.8% (рис. 1,б).

Несмотря на остаточную пористость, сплав 10–2–3 в синтезированном состоянии имеет достаточно высокую (почти 8.5%) пластичность и хорошо





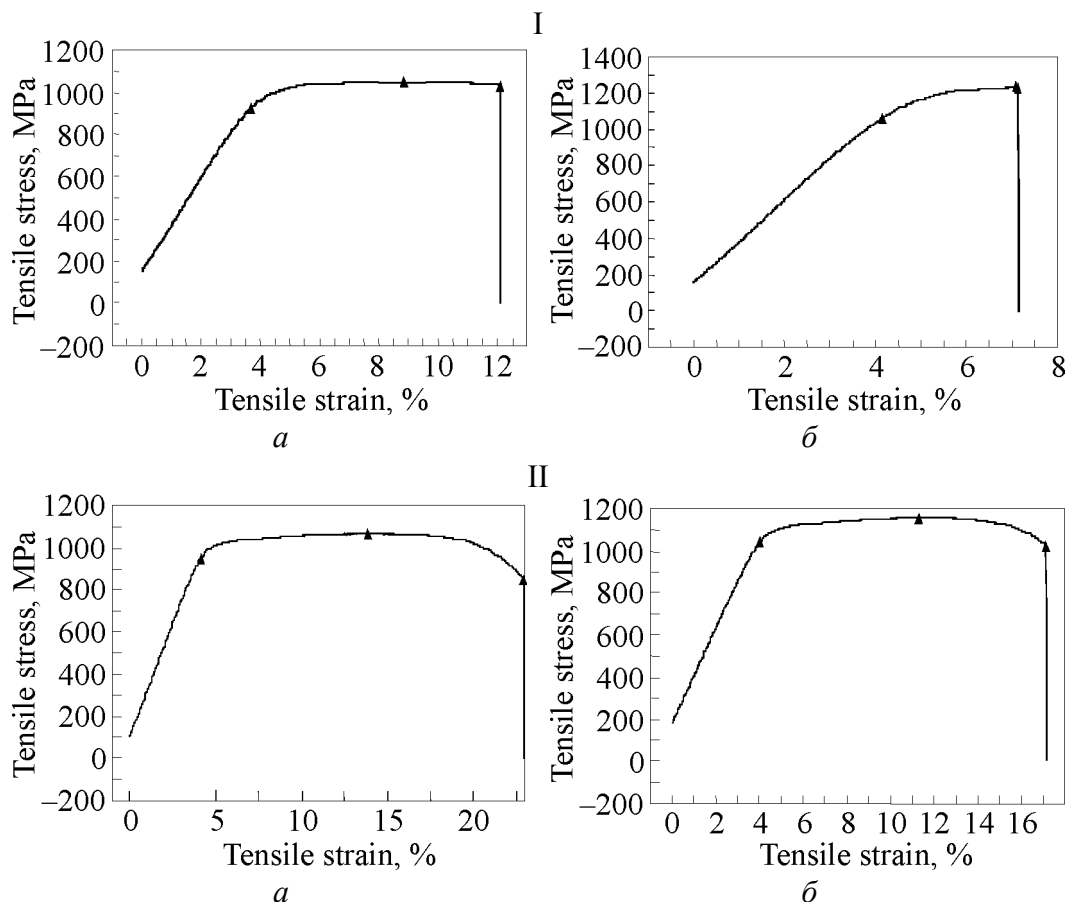
**Рис. 1.** Структура сплавов 10–2–3 (*а, б*) и 5553 (*в, г*) в исходном состоянии после синтеза

выраженный участок сосредоточенной неоднородной деформации на кривой растяжения с образованием шейки (рис. 2, *1, а*). Сплав 5553 имеет низкую (около 3%) пластичность, причем, судя по диаграмме растяжения, хрупкое разрушение наступало еще до достижения предела прочности (рис. 2, *1, б*).

После ГИП общая пористость в обоих сплавах уменьшалась от 2.5–4% до 0.1%. Согласно модели [2] кинетику уплотнения металла при использованных режимах ГИП можно описать с помощью двухзонной модели пористого тела. Последнее представляет собой сферу с порой в центре, которая окружена зоной пластической деформации и зоной вязкого течения, а время полного уплотнения (до значения общей пористости  $\theta = 0$ ) пропорционально коэффициенту вязкости, начальной пористости и обратно пропорционально внешнему давлению. Коэффициент вязкости определяется средним расстоянием между источниками и стоками для вакансий, мигрирующих в градиенте химического потенциала, вызванном полем напряжений, от поверхности поры к стоку (граница зерна), и диффузионным параметром.

Оценки показывают, что при использованных режимах ГИП время полного уплотнения титановых сплавов согласно [2] должно быть равно  $7 \cdot 10^{11}$  с. В эксперименте почти полное уплотнение осуществляется уже за  $7 \cdot 10^3$  с, т.е. модель [2] в данном конкретном случае не работает.





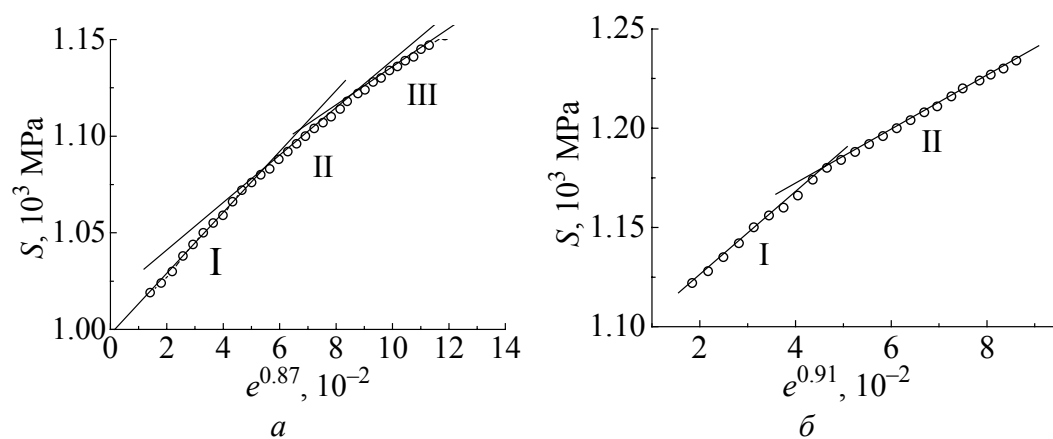
**Рис. 2.** Машинные кривые растяжения сплавов 10–2–3 (а) и 5553 (б) в исходном состоянии (I) и после обработки ГИП (II)

Более современные модели [3,4] используют для ГИП уравнения вязкопластического течения, основанные на степенном законе ползучести, контролируемой диффузией. Эти модели более реалистичны, однако и они не обеспечивают достаточно хорошего согласия с экспериментальными данными.

Характеристики пластичности сплавов после ГИП резко выросли. Пластичность сплава 10–2–3 увеличилась до 18.8% (в 2.2 раза), а сплава 5553 – до 13% (более чем в 4 раза) (рис. 2,II). Необходимо отметить, что при этом предел прочности сплава 10–2–3 даже несколько увеличился (с 1030 до 1050 МПа), а сплава 5553 – незначительно уменьшился (с 1220 до 1175 МПа) (рис. 2,II).

Отличия в механических свойствах сплавов 10–2–3 и 5553 в исходном состоянии и после обработки ГИП могут сказываться как на механизмах деформации, так и на структурных особенностях на равномерной стадии растяжения. В [5,6] было установлено, что неравномерная деформация в сплавах 10–2–3 и 5553 в исходном после синтеза состоянии начинается при образовании ячеистой неориентированной структуры. Это было сделано на основании исследований [7,8], где было показано, что если стадию равномерной деформации перестроить в координатах  $S-e^n$  (где  $S$  и  $e$  – истинные

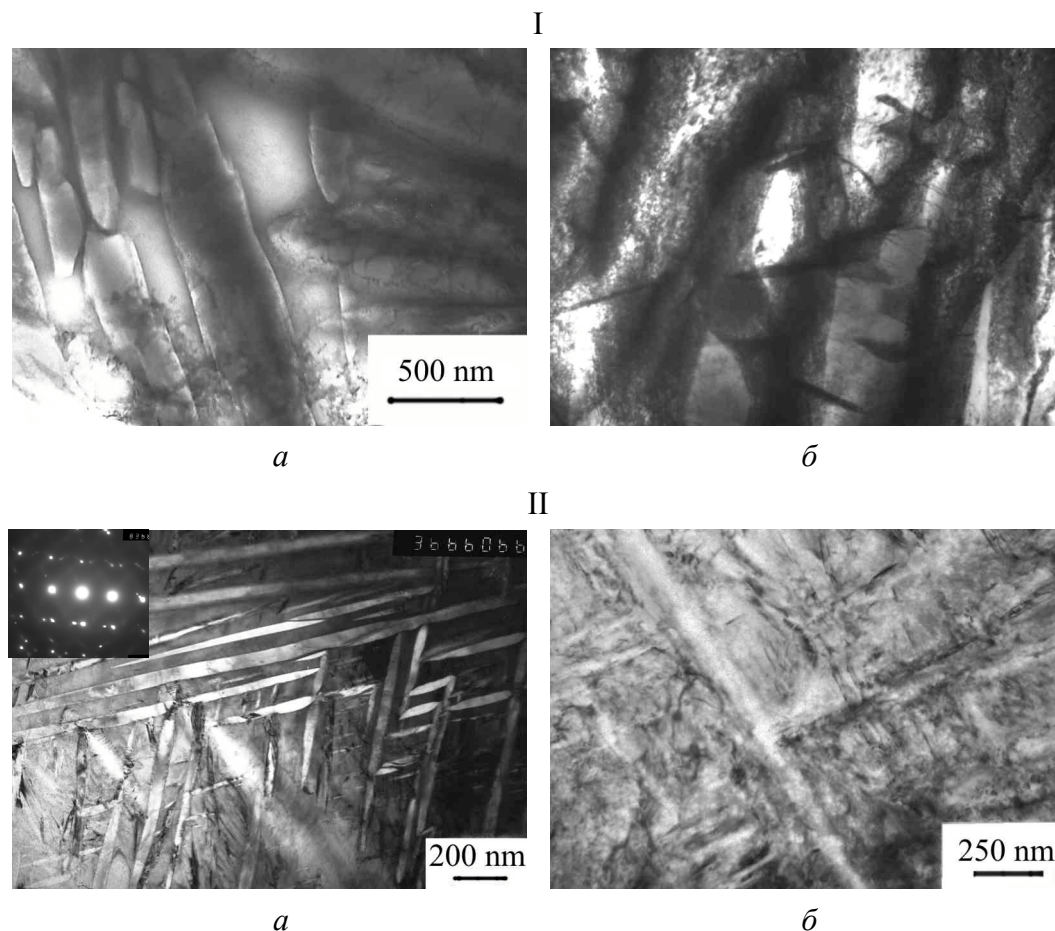
напряжение и деформация соответственно,  $n$  – показатель деформационного упрочнения), то она разбивается на ряд прямых участков (стадий), каждый из которых отвечает определенному преобладающему распределению дислокаций. Так, на I стадии преобладает структура с хаотическим распределением дислокаций, на II – происходит перестройка хаотически распределенных дислокаций в дислокационные клубки и сплетения, а на III – образуется ячеистая дислокационная структура. В случае сплавов, подвергнутых ГИП после синтеза, как это следует из рис. 3, неравномерная стадия деформации сплава 10–2–3 начинается после образования нерасориентированной ячеистой субструктуры, так же как и в исходном состоянии, а в сплаве 5553 – при появлении дислокационных клубков и сплетений.



**Рис. 3.** Стадия равномерной деформации сплавов 10–2–3 (а) и 5553 (б) после обработки ГИП, перестроенная в координатах  $S-e^n$

Отметим, что это происходит на фоне неизменного показателя  $n$ , который определяет фазу, контролирующую процесс деформации, в исходном состоянии с остаточными порами и в состоянии после ГИП. Поскольку  $n \approx 0.9$  (что характерно для ГПУ-решетки [7]), в сплавах 10–2–3 и 5553 после ГИП, так же как и в исходном состоянии, деформационное упрочнение контролируется квазипластинчатыми прослойками  $\alpha$ -фазы (рис. 3).

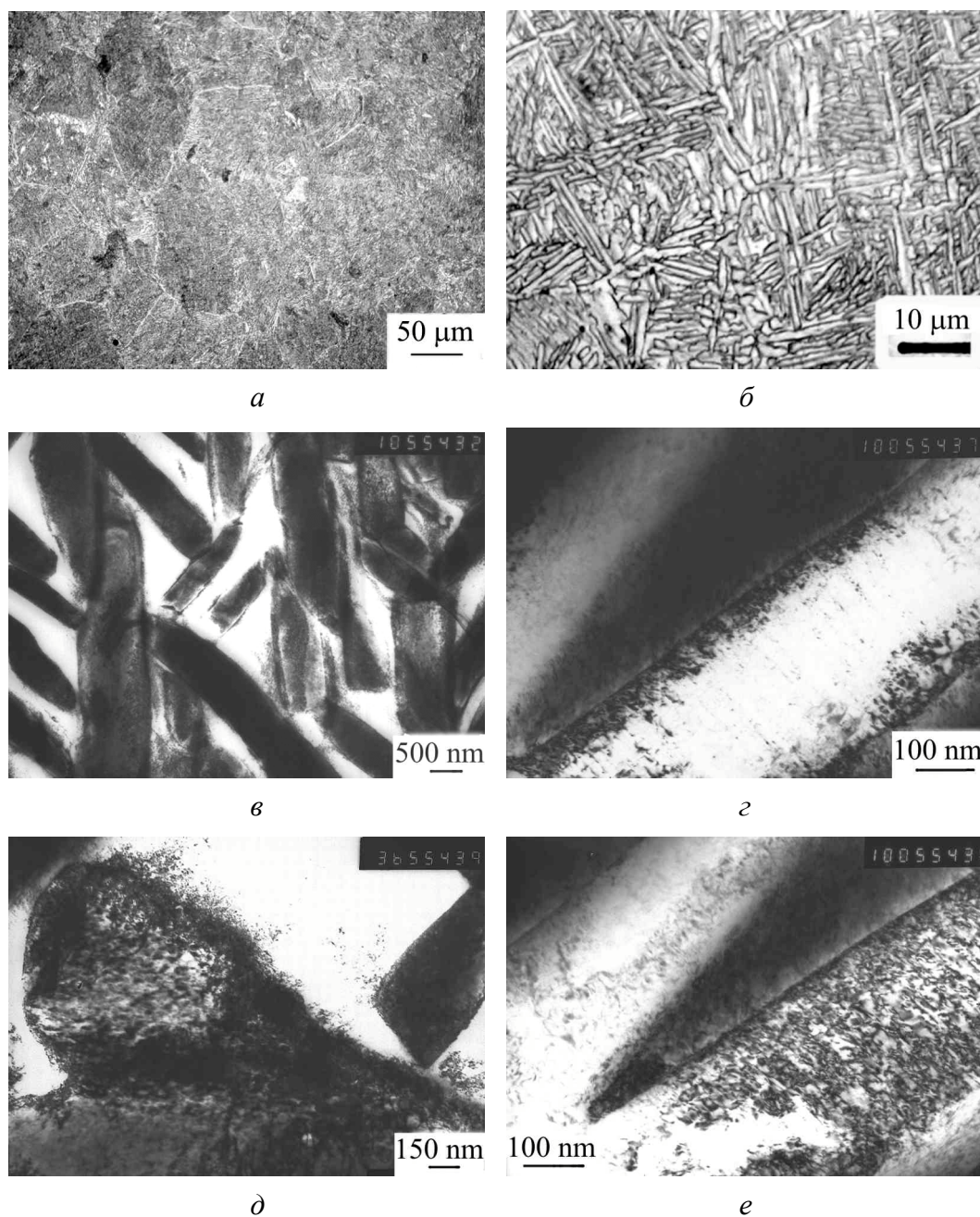
Для объяснения полученных результатов были проведены структурные исследования. Структура сплава 10–2–3 в исходном состоянии на стадии равномерной деформации представляет собой смесь  $\alpha$ - и  $\beta$ -фаз в некоторых случаях с широкими диффузионными зонами и нечеткими межфазными границами (рис. 4, I, а). Кое-где в пределах  $\alpha$ -фазы видны дислокационные ячейки, что подтверждает вывод, полученный после обработки кривой растяжения в [6]. На стадии сосредоточенной неравномерной деформации, где добавляются достаточно высокие (до 200 МПа) гидростатические напряжения, морфология фаз изменяется, межфазные границы становятся еще более размытыми (рис. 4, I, б). Видны клиновидные прослойки вторичной  $\alpha$ -фазы, прорастающие перпендикулярно межфазным границам. Плотность дислокаций в  $\beta$ -фазе существенно выросла.



**Рис. 4.** Микроструктура сплавов 10–2–3 (I) и 5553 (II) в исходном состоянии после растяжения на стадии равномерной деформации (а) и в области шейки (I,б) и разрыва (II,б)

В исходном сплаве 5553 деформационная структура носит совершенно иной характер. В процессе равномерной деформации появляется деформационный  $\alpha''$ -мартенсит (рис. 4,II,а), что хорошо видно на электронограммах. Однако при рентгенографическом исследовании массивных деформированных образцов мартенсит не выявляется. Это может свидетельствовать о том, что мартенсит появляется в результате приготовления фольг для электронной микроскопии. С другой стороны, этот факт говорит о том, что в процессе деформации сплава 5553 с остаточной пористостью в объеме материала возникают высокие напряжения. Достаточно небольшой деформации при приготовлении фольги, чтобы возникал мартенсит. Отметим, что в месте, очень близком к зоне разрушения, наблюдается высокая плотность дислокаций, фаз с четкими границами не видно (рис. 4,II,б). Вероятно, высокие внутренние напряжения, которые могут приводить к образованию мартенсита, вызывают хрупкость и разрушение материала.

После ГИП структура кардинально изменяется. В сплаве 10–2–3  $\alpha$ - и  $\beta$ -фазы на макро- и мезоскопическом масштабных уровнях распределены однородно (рис. 5,а). На микроуровне структура представляет собой квази-пластинчатую структуру типа «корзиночного плетения» (рис. 5,б). При этом



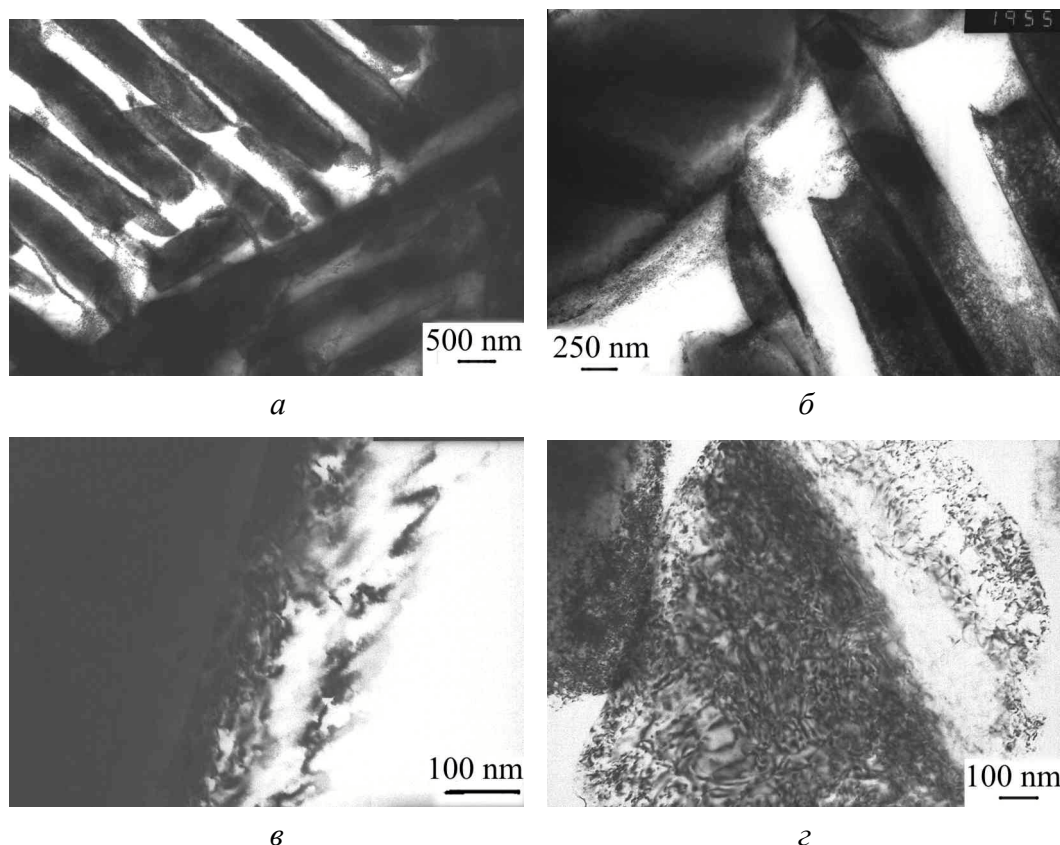
**Рис. 5.** Микроструктура сплава 10–2–3 после ГИП: *а, б, в* – общий характер при разных увеличениях; *г* – дислокационная структура на межфазной границе; *д* – характер дислокационной структуры в  $\alpha$ -фазе; *е* – характер дислокационной структуры в  $\beta$ -фазе

выделившиеся пластины  $\alpha$ -фазы более четкие, а межфазные границы размыты гораздо меньше (рис. 5,в), чем в исходном состоянии. Это свидетельствует о том, что в процессе ГИП происходит активное диффузионное перераспределение легирующих элементов, приводящее к образованию четких равновесных фаз. Неравновесная структура стремится к равновесию. Дислокационная структура в  $\alpha$ - и  $\beta$ -фазах представляет собой сплетения дислокаций (рис. 5,д,е). Причем характер взаимного расположения дислокаций и фаз позволяет



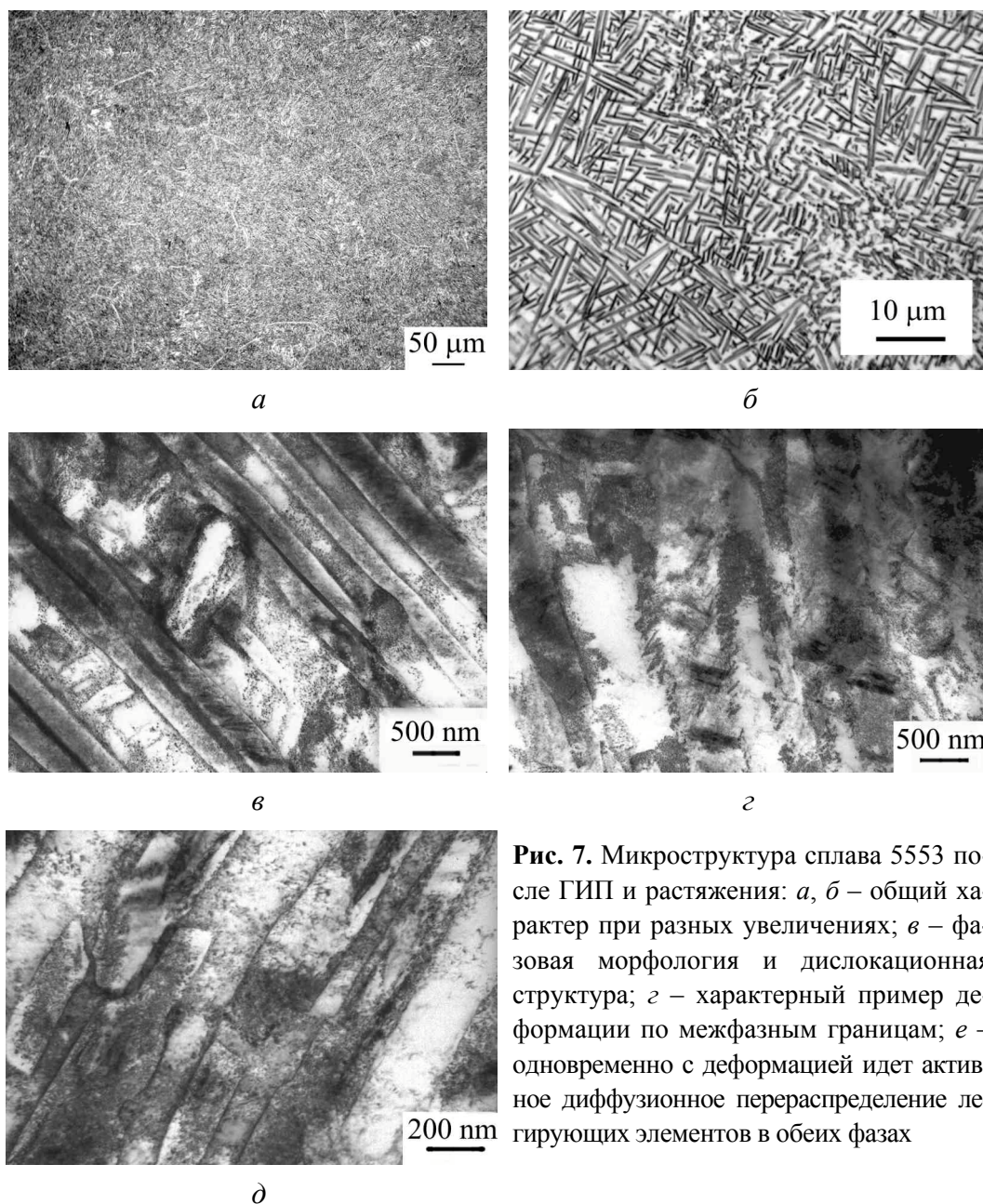
предположить, что на рис. 5, *d* и *e* выявляется дислокационная структура на межфазных границах. Другими словами, в процессе ГИП значительную роль в уплотнении материала играет барьерный эффект межфазных границ для дислокаций, который неизбежно вызывает релаксацию локальных напряжений в виде деформации (скольжение дислокаций) по межфазным границам.

В процессе деформации растяжением сплава 10–2–3 в состоянии после ГИП границы фаз становятся еще более четкими (рис. 6, *a*), а сами фазы – контрастнее. Расположение  $\alpha$ -пластин становится упорядоченным. В некоторых случаях на стыках колоний такие пластины взаимодействуют друг с другом. Это деформационное взаимодействие, которое указывает на то, что в процессе деформации растяжением происходит активное скольжение по межфазным границам. На рис. 6, *б* видно, как параллельные  $\alpha$ -пластины одной колонии протыкают пластину другой. Хорошо видно также накопление дислокаций на межфазных границах (рис. 6, *в*). Дислокационная структура в обеих фазах в процессе деформации растяжением становится более однородной (рис. 6, *г*). Вполне вероятно, что на этом рисунке мы видим границы дислокационных ячеек, которые во многих случаях образуются на межфазных границах или в их окрестности. Это является подтверждением вывода, сделанного после обработки кривых растяжения (см. рис. 3, *a*).



**Рис. 6.** Микроструктура сплава 10–2–3 после ГИП и растяжения: *a* – общий характер структуры; *б* – пластины  $\alpha$ -фазы, протыкающие в процессе деформации  $\alpha$ -фазу другой системы; *в* – межфазная граница и параллельный строй дислокаций; *г* – дислокационная структура в  $\alpha$ - и  $\beta$ -фазах

Совершенно иные морфология фаз и дислокационная структура возникают после ГИП сплава 5553. Размер фазовых прослоек становится таким малым (рис. 7,б), что на макро- и мезоскопическом уровнях структура выглядит однородной (рис. 7,а). Распределение  $\alpha$ - и  $\beta$ -фазовых элементов в некоторых местах имеет квазипластинчатый характер, а в других местах носит характер, близкий к глобулярному распределению  $\alpha$ -выделений (рис. 7,б). Кроме устранения пористости формирование такой почти бимодальной структуры может быть одной из основных причин весомого повышения пластичности сплава 5553 после ГИП. Однако на субмикронном масштабном уровне хорошо видно, что структура материала, хотя и более упорядочена,



**Рис. 7.** Микроструктура сплава 5553 после ГИП и растяжения: а, б – общий характер при разных увеличениях; в – фазовая морфология и дислокационная структура; г – характерный пример деформации по межфазным границам; е – одновременно с деформацией идет активное диффузионное перераспределение легирующих элементов в обеих фазах

чем в исходном состоянии (рис. 7,в), еще не является равновесной. На это указывают и незавершенное диффузионное перераспределение легирующих элементов, и высокая плотность дислокационных сплетений внутри фаз (рис. 7,в,д), а также незавершенность структуры скольжения по межфазным границам (рис. 7,е). Особенно необходимо отметить достаточно убедительное свидетельство того, что одновременно с деформацией идет активное диффузионное перераспределение легирующих элементов в обеих фазах (рис. 7,д).

На основании полученных результатов и их анализа мы можем предложить свой взгляд на механизм уплотнения титановых сплавов в процессе ГИП. Он заключается в том, что в окрестности пор вначале происходит активное зарождение и скольжение дислокаций в  $\alpha$ - и  $\beta$ -фазах. Поскольку  $\alpha$ -фаза контролирует упрочнение при деформации, то это означает, что дислокации в ней движутся медленнее, чем в  $\beta$ -фазе. Поэтому  $\beta$ -фаза освобождается от дислокаций быстрее, они накапливаются у межфазных границ, которые являются эффективными барьерами для таких дислокаций. Накопление дислокаций у межфазных границ создает локальные очаги напряжений, релаксация которых осуществляется скольжением по межфазным границам. Такое скольжение в случае всестороннего сжатия при усадке (деформации) 1.5% обеспечивает сохранение сплошности материала. Одновременно благодаря градиенту химического потенциала, который возникает из-за высоких градиентов напряжений и концентраций легирующих элементов в окрестности межфазных границ, происходят самодиффузия и диффузия. Самодиффузия способствует рассасыванию пор, а диффузия легирующих элементов обеспечивает их перераспределение и изменение фазовой морфологии. Вакансии и легирующие атомы диффундируют к стокам, каковыми являются дислокации. Диффузия вдоль дислокаций на несколько порядков выше, чем в кристалле. Дислокации, захватывая атомы легирующих элементов, ускоряют процесс перераспределения элементов в пределах каждой фазы. В свою очередь, градиенты напряжений и концентраций элементов могут порождать новые дислокации. Таким образом, благодаря взаимодействию нескольких процессов – появления высокой плотности подвижных дислокаций, их скольжения и диффузии вакансий и легирующих элементов – происходят уплотнение материала и изменение морфологии фаз при ГИП. В более конкретном виде: самодиффузия и скольжение по межфазным границам обеспечивают залечивание пор, диффузия легирующих элементов и скольжение дислокаций в пределах фаз являются причиной изменения фазовой морфологии в титановых сплавах при ГИП.

Одна из причин, по которым использованные режимы ГИП обеспечивают более быстрый и полный переход к равновесному распределению фаз и концентрации легирующих элементов в фазах в сплаве 10–2–3 по сравнению со сплавом 5553, где фазово-структурное состояние далеко от равновесного, состоит в очень высокой скорости диффузии Fe в  $\alpha$ -Ti. Она на 6–10 поряд-

ков выше величины скорости диффузии Мо – одного из основных  $\beta$ -стабилизирующих легирующих элементов в сплаве 5553. Поэтому для достижения равновесных структур в этом сплаве, важном для практического применения, необходимо использовать вариации давления, температуры и времени ГИП, чему будут посвящены наши дальнейшие исследования.

### Выводы

1. ГИП титановых сплавов 10–2–3 и 5553 с пористостью 2.8–3.5 vol.%, оставшейся после синтеза из порошков, при давлении 200 МПа, температуре 750°C в течение 2 h обеспечивает уплотнение до остаточной пористости менее 0.1 vol.%

2. ГИП сплавов приводит к фазово-структурному состоянию, более равновесному по сравнению с состоянием после синтеза из порошков. При этом структура сплава 10–2–3 более близка к равновесной и характеризуется четким упорядоченным распределением  $\alpha$ -фазы, выделившейся из  $\beta$ -фазы в виде тонких прослоек-пластин. Структурное состояние сплава 5553 еще далеко от равновесного и характеризуется бимодальным дисперсным распределением  $\alpha$ - и  $\beta$ -фаз. Причина такого различия между сплавами заключается в очень высокой диффузионной подвижности атомов Fe в  $\alpha$ -Ti в сплаве 10–2–3 по сравнению с низкой подвижностью Мо и Cr, основных легирующих элементов в сплаве 5553.

3. Уплотнение и структурное состояние после ГИП приводит к повышению пластичности сплавов (10-2-3 в 2.2 раза, а 5553 – в 4.2 раза) без существенного изменения их прочности.

4. Установлено, что залечивание пор при ГИП в ( $\alpha + \beta$ )-титановых сплавах обеспечивается самодиффузией и скольжением дислокаций по межфазным границам, а изменение фазовой морфологии – диффузией легирующих элементов и скольжением дислокаций в пределах фаз.

5. Показано, что уплотнение материала и изменение морфологии фаз при ГИП происходят благодаря взаимодействию нескольких процессов – образования высокой плотности подвижных дислокаций, их скольжения, накопления и диффузии вакансий и легирующих элементов.

1. О.М. Ивасишин, Д.Г. Саввакин, К.А. Бондарева, В.С. Моксон, В.А. Дузь, Наука и инновации № 2, 45 (2005).
2. Я.Е. Гегузин, Физика спекания, Наука, Москва (1984).
3. K.T. Kim, H.C. Yang, Powder Metallurgy **44**, 41 (2001).
4. L. Sanchez, E. Quedraogo, L. Federzon, and P. Stutz, Powder Metallurgy **45**, 359 (2002).
5. О.І. Дехтяр, М.В. Матвійчук, І.В. Моїсєєва, Д.Г. Саввакін, Фізико-хімічна механіка матеріалів **44**, № 3, 107 (2008).
6. А.И. Дехтяр, М.В. Матвийчук, И.В. Моисеева, Д.Г. Саввакин, Металлофиз. новейшие технол. **31**, 1707 (2009).



7. В.И. Трефилов, В.Ф. Моисеев, Э.П. Печковский, Деформационное упрочнение и разрушение поликристаллических металлов, Наукова думка, Киев (1989).
8. В.Ф. Моисеев, Металлофиз. новейшие технол. **23**, 387 (2001).

*О.И. Дехтяр, И.В. Моисеева, В.В. Невдача, Д.Г. Саввакин*

## СТРУКТУРНО-ФАЗОВІ ПЕРЕТВОРЕННЯ ТА МЕХАНІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ТИТАНОВИХ СПЛАВІВ, ОТРИМАНІХ МЕТОДОМ ПОРОШКОВОЇ МЕТАЛУРГІЇ, ПІСЛЯ ГАРЯЧОГО ІЗОСТАТИЧНОГО ПРЕСУВАННЯ

Досліджено вплив гарячого ізостатичного пресування (ГІП) при 200 МПа, 750°C на заліковування залишкової пористості 2.8–3.5 vol.%, механічні властивості при розтягу та фазово-структурні зміни титанових сплавів Ti–10V–2Fe–3Al та Ti–5Al–5V–5Mo–3Cr (mass%), отриманих пресуванням при 300–400 МПа при кімнатній температурі порошків TiH<sub>2</sub> і лігатур V–Fe–Al та Al–V–Mo–Cr з наступним спіканням при 1250°C протягом 4 h. Структурні дослідження виконували за допомогою оптичної та електронної мікроскопії на просвіт. Встановлено, що ГІП забезпечує ущільнення до пористості менше 0.1 vol.%. Заліковування пор при ГІП в (α + β)-титанових сплавах обумовлено самодифузією й ковзанням дислокацій по міжфазних границях, а зміна фазової морфології – дифузією легуючих елементів і ковзанням дислокацій у межах фаз. Ущільнення й структурний стан після ГІП призводить до підвищення пластичності сплавів у 2–4 рази без суттєвої зміни їх міцності.

**Ключові слова:** титанові сплави, порошкова металургія, заліковування залишкової пористості, гаряче ізостатичне пресування, фазово-структурний стан, механізм структурних змін

*A.I. Dekhtyar, I.V. Moiseyeva, V.V. Nevdacha, D.G. Savvakina*

## STRUCTURE AND PHASE TRANSITIONS AND MECHANICAL PROPERTIES OF TITANIUM ALLOYS OBTAINED BY POWDER METALLURGY AFTER HOT ISOSTATIC PRESSING

The paper reports the results of investigation of interrelation between phase and structure changes in the course of hot isostatic pressing (HIP) occurred in titanium alloys of low residual porosity after their synthesis from powders (cold pressing and sintering). It is demonstrated that in order to enhance plasticity, HIP can be effectively applied to alloys with residual porosity, even to the brittle Ti–5Al–5V–5Mo–3Cr alloy. The methods of optical and transmitting electron microscopy were used for the tests of phase morphology and dislocation structure of the titanium alloys after HIP. The obtained data and performed analysis, found regularities of phase distribution and morphology, accumulation of dislocations inside phases and at interfaces allowed conclusions about the evolution of diffusion distribution of doping elements in phases. The model of pore healing, compaction of the alloys and evolution of phase morphology is suggested that considers interaction of two processes: formation of high density of mobile dislocations, their slipping and

accumulation on the one hand, and diffusion of vacancies and doping elements on the other hand.

**Keywords:** titanium alloys, powder metallurgy, healing of residual porosity, hot isostatic pressing, phase and structure state, mechanism of structure changes

**Fig. 1.** Structure of 10–2–3 (*a, б*) and 5553 (*в, г*) alloys in the initial state after synthesis

**Fig. 2.** Tensile machine curves of 10–2–3 (*a*) and 5553 (*б*) alloys in the initial state after synthesis (I) and after HIP treatment (II)

**Fig. 3.** Homogeneous strain stage of 10–2–3 alloy (*a*) and 5553 alloy (*б*) transformed in  $S$ – $e^n$  coordinates after HIP treatment

**Fig. 4.** Microstructure of 10–2–3 alloy (I) and 5553 alloy (II) in the initial state after tension at the homogeneous strain stage (*a*), in the neck region (I,*б*) and in the fracture region (II,*б*)

**Fig. 5.** Microstructure of 10–2–3 alloy after HIP: *a, б, в* – the general view at different magnifications; *г* – dislocation structure within interface boundary; *д* – dislocation structure in  $\alpha$ -phase; *е* – dislocation structure in  $\beta$ -phase

**Fig. 6.** Microstructure of 10–2–3 alloy after HIP and tension: *a* – the general view; *б* –  $\alpha$ -phase plates spiting  $\alpha$ -phase of other system during deformation process; *в* – interface boundary and parallel row of dislocations; *г* – dislocation structure in  $\alpha$ - and  $\beta$ -phases

**Fig. 7.** Microstructure of 5553 alloy after HIP and tension: *a, б* – general view at different magnifications; *в* – phase morphology and dislocation structure; *г* – thematic example of deformation on interface boundaries; *е* – active diffusion redistribution of alloying elements in both phases occurs simultaneously with deformation process

PACS: 62.20.-x

А.И. Коршунов, А.А. Смоляков, Т.Н. Кравченко, И.В. Коротченкова,  
И.И. Каганова

## МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ТИТАНОВОГО СПЛАВА Ti-6Al-4V ELI ПОСЛЕ РКУП И КОМПЛЕКСНОЙ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ

ФГУП «Российский федеральный ядерный центр –  
Всероссийский научно-исследовательский институт экспериментальной физики»  
пр. Мира, 37, г. Саров, Нижегородская обл., 607190, Россия

Статья поступила в редакцию 23 сентября 2012 года

*Дан анализ изменения механических свойств титанового сплава Ti-6Al-4V ELI при последовательном добавлении к равноканальному угловому прессованию (РКУП) экструзии, предварительной термообработки и заключительного стабилизирующего отжига. Экспериментально показано, что комплексная термомеханическая обработка, включающая в себя все вышеперечисленные технологические операции, позволяет получить высокие прочностные характеристики с приемлемым уровнем пластических свойств.*

**Ключевые слова:** титановый сплав Ti-6Al-4V ELI, равноканальное угловое прессование, экструзия, термообработка, механические свойства

### Введение

Титановый сплав Ti-6Al-4V ELI является аналогом титанового сплава BT6 и также относится к ( $\alpha + \beta$ )-титановым сплавам мартенситного класса. Однако в отличие от BT6 титановый сплав Ti-6Al-4V ELI содержит значительно меньше посторонних примесей и используется преимущественно для изготовления медицинских имплантатов. Большое практическое значение имеют высокие прочностные свойства этого сплава. Одним из эффективных способов их повышения является формирование в сплаве наноструктуры методами интенсивной пластической деформации, например РКУП. Как правило, в этом случае наблюдается значительная потеря характеристик пластичности. Добавление к интенсивной пластической деформации традиционных методов термомеханической обработки может позволить получить наряду с высокими прочностными характеристиками приемлемые значения пластических свойств.

### Материал для исследований

Для исследований были изготовлены прутки  $\varnothing 20$  mm в соответствии с требованиями ASTM F136 методом горячей прокатки. Поставленные прутки

были термообработаны при 700°C в течение 1 h с последующим охлаждением на воздухе. Структура сплава Ti–6Al–4V ELI в исходном отожженном состоянии представляет собой смешанную глобулярно-пластинчатую структуру с размером глобулярных зерен  $\alpha$ -фазы в поперечном сечении 5–8  $\mu\text{m}$ , в продольном – 8–20  $\mu\text{m}$ . Соотношение  $\alpha$ - и  $\beta$ -фаз в сплаве составляет 90 и 10% соответственно [1].

### Равноканальное угловое прессование

Исследовали две заготовки после РКУП, выполненного на штампе с диаметрами каналов 20 mm, по следующим режимам:

1) 4 прохода по маршруту  $B_C$ , угол пересечения каналов 120°, температура прессования  $T = 600^\circ\text{C}$ ;

2) 8 проходов по маршруту  $B_C$ , угол пересечения каналов 120°,  $T = 700^\circ\text{C}$ .

Механические свойства определяли на стандартных образцах  $\varnothing 3$  mm при комнатной температуре и скорости деформации  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Полученные значения приведены в табл. 1. Там же для сравнения представлены результаты для титанового сплава Ti–6Al–4V ELI в исходном отожженном состоянии. Полученные значения механических свойств после РКУП показывают значительный рост характеристик прочности и падения пластичности. Обращает на себя внимание тот факт, что прессование при более низкой температуре с меньшим количеством циклов обеспечивает примерно те же значения механических свойств, что и прессование при температуре на 100°C выше и при количестве циклов больше в два раза.

Таблица 1

**Механические свойства при растяжении титанового сплава Ti–6Al–4V ELI в исходном состоянии и после РКУП**

Состояние материала	$\sigma_{0.2}$	$\sigma_B$	$\delta_5$	$\psi$	$\delta_{UN}$
	N/mm <sup>2</sup>		%		
Исходное отожженное	935	1020	16.7	45.4	7.6
РКУП (4- $B_C$ , $\alpha = 120^\circ$ , $T = 600^\circ\text{C}$ )	1180	1210	11.0	53.0	2.1
РКУП (8- $B_C$ , $\alpha = 120^\circ$ , $T = 700^\circ\text{C}$ )	1160	1180	9.8	48.0	2.1

### РКУП с дополнительной экструзией

Следующим шагом в повышении прочностных характеристик является экструзия после РКУП. Для исследований был взят пруток титанового сплава Ti–6Al–4V ELI, подвергнутый комплексной обработке по такому режиму:

1) 8 проходов РКУП по маршруту  $B_C$ ,  $\alpha = 135^\circ$ ,  $T = 700^\circ\text{C}$ ;

2) 4 прохода РКУП по маршруту  $B_C$ ,  $\alpha = 135^\circ$ ,  $T = 600^\circ\text{C}$ ;

3) экструзия с  $\varnothing 19.2$  mm до  $\varnothing 13.5$  mm, в том числе: 1 цикл при  $T = 600^\circ\text{C}$  и 2 цикла при  $T = 20^\circ\text{C}$ .

Полученные результаты приведены в табл. 2 в сравнении со свойствами сплава после РКУП. Как видно, экструзия после РКУП привела к существенному (более чем на 10%) увеличению прочностных характеристик, при этом параметры пластичности понизились.

Таблица 2  
**Механические свойства при растяжении титанового сплава Ti-6Al-4V ELI после РКУП и экструзии**

Состояние материала	$\sigma_{0.2}$	$\sigma_B$	$\delta_5$	$\psi$	$\delta_{UN}$
	N/mm <sup>2</sup>		%		
РКУП (8- $B_C$ , $\alpha = 120^\circ$ , $T = 700^\circ\text{C}$ )	1160	1180	9.8	48.0	2.1
РКУП и экструзия	1310	1330	8.5	38.5	1.8

### Предварительная термообработка и стабилизирующий отжиг

Как показали недавние исследования [2], предварительная подготовка структуры сплава Ti-6Al-4V ELI оказывает положительное влияние на механическое поведение сплава после интенсивной пластической деформации. Термическая обработка заготовок (закалка и последующее старение) приводит к формированию тонкопластинчатой структуры с объемной долей первичных  $\alpha$ -зерен, в несколько раз меньшей по сравнению с состоянием поставки. После интенсивной пластической деформации термообработанных заготовок, очевидно за счет повышения дисперсности и однородности формирующейся ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры, отмечается увеличение прочностных характеристик и некоторый рост пластичности. Стабилизирующий заключительный отжиг позволяет снять оставшиеся микронапряжения, что способствует улучшению механических свойств.

Для исследований были взяты прутки  $\varnothing 14.2 \times 120$  mm, подвергнутые комплексной термомеханической обработке по следующему режиму:

- 1) выдержка при  $950^\circ\text{C}$  в течение 40 min с последующей закалкой в воду;
- 2) старение при  $675^\circ\text{C}$  в течение 4 h;
- 3) 4 прохода РКУП по маршруту  $B_C$ ,  $\alpha = 120^\circ$ ,  $T = 600^\circ\text{C}$ ;
- 4) экструзия с  $\varnothing 19.2$  mm до  $\varnothing 14.2$  mm, в том числе: 3 цикла при  $T = 300^\circ\text{C}$  и 1 цикл при  $T = 20^\circ\text{C}$ .

Микроструктура материала после комплексной термомеханической обработки характеризуется значительной разориентировкой границ фрагментов  $\alpha$ -фазы со средним размером  $\sim 300$  nm. При этом области с УМЗ-структурой составляют до 90% основы материала. В продольном сечении структурные элементы вытянуты вдоль направления деформации. Соотношение  $\alpha$ - и  $\beta$ -фаз в сплаве изменилось и составило 95 и 5% соответственно за счет частичного растворения и распада  $\beta$ -фазы в процессе интенсивной пластической деформации.

Часть заготовок после комплексной термомеханической обработки была подвергнута стабилизирующему отжигу при  $500^\circ\text{C}$  в течение 2 h. Механические свойства для этих двух состояний приведены в табл. 3.

Таблица 3

**Механические свойства при растяжении титанового сплава Ti–6Al–4V ELI после комплексной термомеханической обработки и последующего отжига**

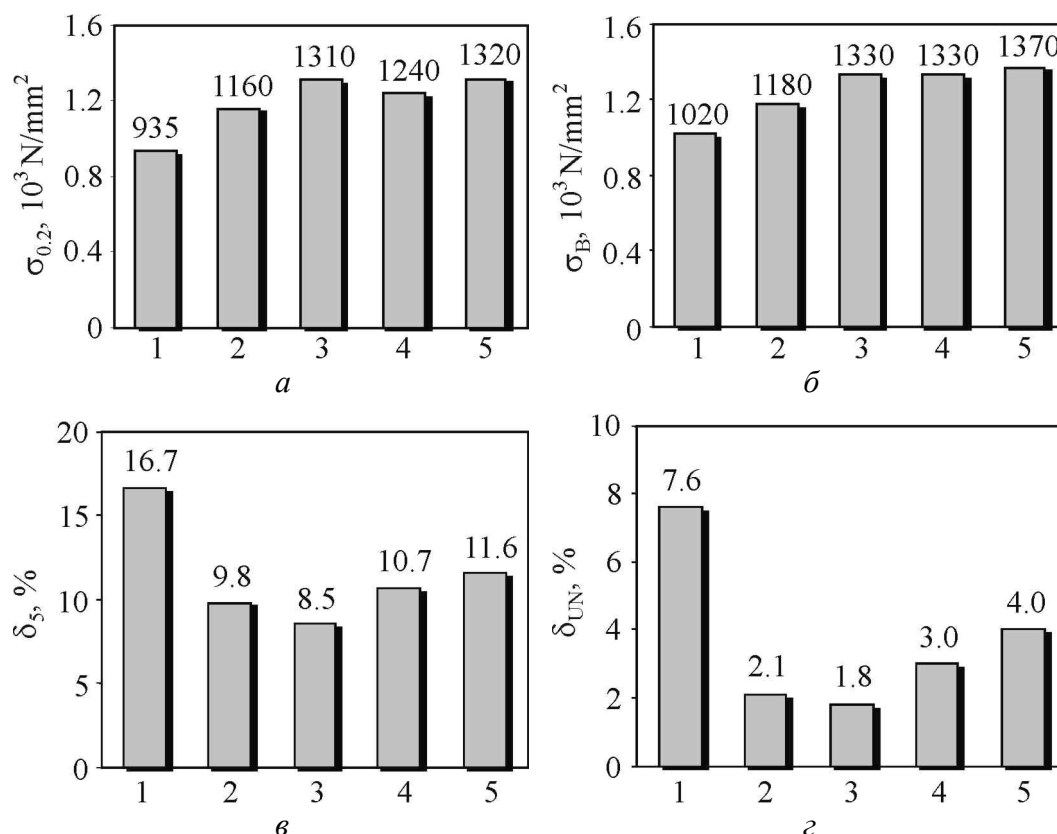
Состояние материала	$\sigma_{0.2}$	$\sigma_B$	$\delta_5$	$\psi$	$\delta_{UN}$
	N/mm <sup>2</sup>		%		
Комплексная термомеханическая обработка	1240	1330	10.7	47.2	3.0
Комплексная термомеханическая обработка и последующий отжиг	1320	1370	11.6	43.8	4.0

Сравнивая полученные результаты со свойствами после РКУП и экструзии, необходимо отметить, что введение предварительной термообработки и стабилизирующего отжига хотя и не привело к существенному изменению прочностных характеристик, но при этом позволило значимо увеличить основные пластические характеристики ( $\delta_5$  и  $\delta_{UN}$ ).

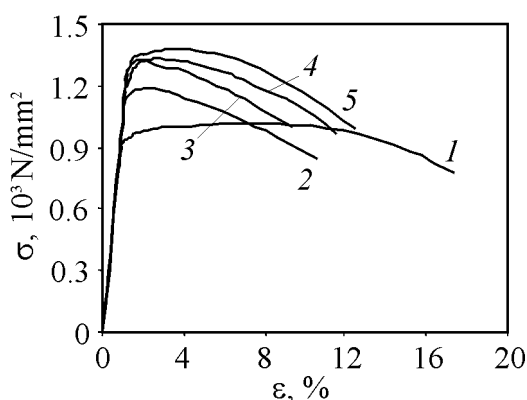
#### Эволюция механических свойств

Полная динамика изменения механических характеристик титанового сплава Ti–6Al–4V ELI в процессе добавления технологических операций приведена на рис. 1, 2. Для титанового сплава Ti–6Al–4V ELI РКУП и экструзия, технологические операции, реализующие интенсивные пластические деформации, приводят к значительному росту прочностных характеристик: условного предела текучести на 40% и предела прочности на 30%. В то же время относительное удлинение падает в 2 раза, а равномерное удлинение – в 4 раза. Введение дополнительных термообработок не оказывает существенного влияния на прочностные характеристики. Добавление к РКУП и экструзии только закалки и старения приводит даже к небольшому падению условного предела текучести на общем фоне роста относительного и равномерного удлинений. И, наконец, полный набор термомеханических операций, включающий закалку, старение, РКУП, экструзию и отжиг позволяет еще немного повысить прочностные характеристики, получив при этом их максимальные значения, а также увеличить относительное и равномерное удлинение в сравнении с термомеханической обработкой без стабилизирующего отжига.

В итоге увеличение условного предела текучести составило 40%, предела прочности – 35%, при этом уменьшение относительного удлинения составило 40%, а равномерного удлинения – примерно 50%. Относительное сужение осталось практически на том же уровне. Основной результат введения дополнительных термообработок заключается в улучшении равномерного удлинения. Так, без дополнительных термообработок равномерное удлинение падает относительно исходного отожженного состояния в 4 раза, с дополнительными термообработками – только в 2 раза.



**Рис. 1.** Механические свойства титанового сплава Ti-6Al-4V ELI (а – условный предел текучести, б – предел прочности, в – относительное удлинение, г – равномерное удлинение) для разных состояний: 1 – исходное отожженное состояние, 2 – РКУП, 3 – РКУП и экструзия, 4 – комплексная термомеханическая обработка, 5 – комплексная термомеханическая обработка и стабилизирующий отжиг



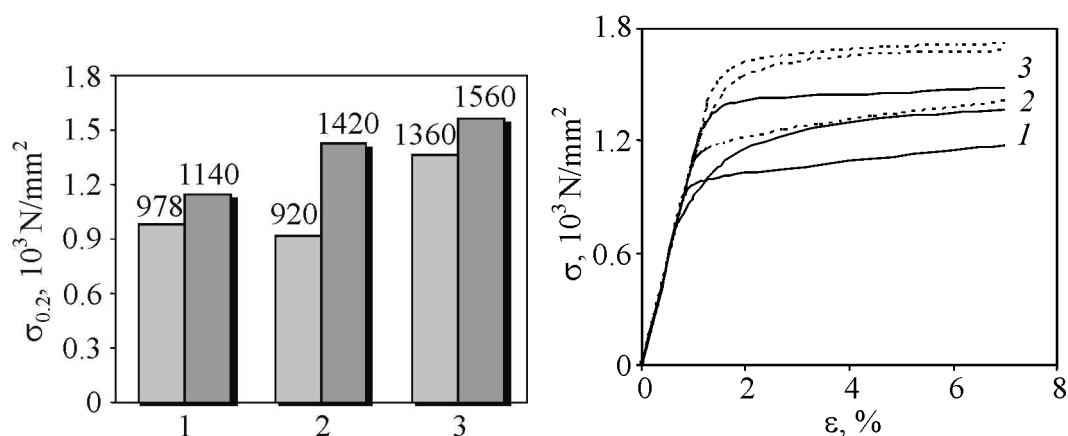
**Рис. 2.** Условные диаграммы деформирования титанового сплава Ti-6Al-4V ELI для разных состояний: 1 – исходное отожженное состояние, 2 – РКУП; 3 – РКУП и экструзия, 4 – комплексная термомеханическая обработка, 5 – комплексная термомеханическая обработка и стабилизирующий отжиг

### Анизотропия при сжатии

Известно, что после РКУП материал приобретает значительную анизотропию механических свойств, в частности условного предела текучести при сжатии и микротвердости [3,4]. Приняв априори осевую симметрию механических свойств, исследования титанового сплава Ti-6Al-4V ELI на сжатие проводили на образцах, вырезанных вдоль и поперек оси прутка.

Изучали образцы  $\varnothing 5 \times 7.5$  mm при комнатной температуре и скорости деформации  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Для исследования был взят материал в исходном отожженном состоянии, после комплексной термомеханической обработки, включающей закалку, старение, РКУП и экструзию, а также после комплексной термомеханической обработки и стабилизирующего отжига.

Значения условного предела текучести при сжатии для разных исследованных состояний приведены на рис. 3, а соответствующие им диаграммы сжатия – на рис. 4. Во всех состояниях наблюдается анизотропия, равная  $\sim 17\%$  в исходном отожженном состоянии и достигающая более 50% после комплексной термомеханической обработки, заканчивающейся экструзией. При этом происходят рост условного предела текучести при сжатии поперек оси прутка и падение (даже ниже исходного состояния) вдоль оси прутка. Это связано с проявлением эффекта Баушингера, обусловленного возникновением при экструзии растягивающих напряжений вдоль оси заготовки [5,6]. Последующий стабилизирующий отжиг приводит к росту условного предела текучести при сжатии для обоих направлений (вдоль и поперек оси прутка) и снижению анизотропии до уровня даже чуть ниже исходного состояния.



**Рис. 3.** Условный предел текучести при сжатии титанового сплава Ti–6Al–4V ELI вдоль (□) и поперек (■) оси прутка для разных состояний: 1 – исходное отожженное состояние, 2 – комплексная термомеханическая обработка, 3 – комплексная термомеханическая обработка и стабилизирующий отжиг

**Рис. 4.** Условные диаграммы сжатия титанового сплава Ti–6Al–4V ELI для разных состояний: 1 – исходное отожженное состояние, 2 – комплексная термомеханическая обработка, 3 – комплексная термомеханическая обработка и стабилизирующий отжиг; сплошная кривая – вдоль оси прутка, штриховая – поперек оси

### Заключение

Для титанового сплава Ti–6Al–4V ELI комплексная термомеханическая обработка, включающая в себя закалку, старение, РКУП, экструзию и заключительный стабилизирующий отжиг позволяет получить максимальные значения условного предела текучести при растяжении и предела прочности



с приемлемым уровнем пластических свойств. Важную роль в формировании механических свойств играет заключительный стабилизирующий отжиг. Применение заключительного отжига позволило после комплексной термомеханической обработки, заканчивающейся экструзией, повысить в два раза равномерное удлинение и снизить в три раза анизотропию условного предела текучести при сжатии.

Работа выполнена в рамках проектов МНТЦ № 2398р и № 3208р. Авторы выражают благодарность сотрудникам ИФПМ (г. Уфа) Р.З. Валиеву, И.П. Семенову и Г.И. Раабу за предоставленные материалы для исследований при выполнении вышеуказанных проектов.

1. *I.P. Semenova, L.R. Saitova, G.I. Raab, A.I. Korshunov, Y.T. Zhu, T.C. Lowe, R.Z. Valiev, Mater. Sci. Forum* **503–504**, 757 (2006).
2. *И.П. Семенова*, Автореф. дис. ... д-ра техн. наук, Институт физики перспективных материалов при Уфимском государственном авиационном техническом университете, Уфа (2011).
3. *A. Korshunov, T. Kravchenko, L. Polyakov, A. Smolyakov, I. Vedernikova, A. Morozov, Mater. Sci. Eng.* **A493**, 160 (2008).
4. *A. Korshunov, I. Kaganova, L. Polyako, T. Kravchenko, Mater. Sci. Forum* **584–586**, 487 (2008).
5. *Я.Б. Фридман*, Механические свойства металлов, Ч. 1. Деформация и разрушение, Машиностроение, Москва (1974).
6. *В.В. Столяров*, Заводская лаборатория. Диагностика материалов **72**, № 9, 45 (2006).

*О.И. Коршунов, А.А. Смоляков, Т.М. Кравченко, И.В. Коротченкова, И.И. Каганова*

## МЕХАНІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ТИТАНОВОГО СПЛАВУ Ti–6Al–4V ELI ПІСЛЯ РККП І КОМПЛЕКСНОЇ ТЕРМОМЕХАНІЧНОЇ ОБРОБКИ

Наведено аналіз зміни механічних властивостей титанового сплаву Ti–6Al–4V ELI при послідовному додаванні до рівноканального кутового пресування (РККП) екструзії, попередньої термообробки та завершального стабілізуючого відпалу. Експериментально показано, що комплексна термомеханічна обробка, яка включає всі вищеперелічені технологічні операції, дозволяє отримати високі міцнісні характеристики з прийнятним рівнем пластичних властивостей.

**Ключові слова:** титановий сплав Ti–6Al–4V ELI, рівноканальне кутове пресування, екструзія, термообробка, механічні властивості

## MECHANICAL PROPERTIES OF THE Ti-6Al-4V ELI TITANIUM ALLOY AFTER ECAP AND COMPLEX THERMOMECHANICAL TREATMENT

For the Ti-6Al-4V ELI alloy, equal-channel angular pressing (ECAP), extrusion, and other technological procedures of intensive plastic deformations result into considerable growth of strength properties: its conventional yield strength goes up by 40% and its ultimate strength becomes 30% higher. At the same time, its relative elongation is halved, and its uniform elongation is reduced by 4 times. Additional thermal treatment does not have a significant effect on strength properties. Preliminary quenching and aging added to the ECAP results in a little drop in the conventional yield strength when the general growth of relative and uniform elongations is observed. And finally, a full set of thermomechanical operations including quenching, aging, ECAP, extrusion and annealing allows further upgrading in the strength properties to their maximum values and getting an increase in relative and uniform elongations if compared to thermomechanical treatment without stabilizing annealing.

All examined states demonstrated anisotropy of the conventional yield strength at compression, which equals to 17% in the initial annealed state and is higher than 50% after complex thermomechanical treatment followed-up by extrusion. The growth of conventional yield strength was also observed when the sample was compressed across the axis of the bar, and its decrease, even lower than the value of the initial state, was found when the bar was compressed along its axis. Followed-up stabilizing annealing results into the rise of conventional yield strength at compression for both directions tried (along and across the bar axis) and the reduction of anisotropy down to the level of the initial state and lower.

**Keywords:** Ti-6Al-4V ELI titanium alloy, equal-channel angular pressing, extrusion, thermal treatment, mechanical properties

**Fig. 1.** Mechanical properties of the Ti-6Al-4V ELI titanium alloy ( $\sigma$  – conventional yield strength;  $\bar{\sigma}$  – ultimate strength,  $\epsilon$  – relative elongation;  $\epsilon_z$  – uniform elongation) in different states: 1 – the initial annealed state, 2 – ECAP, 3 – ECAP and extrusion, 4 – complex thermomechanical treatment, 5 – complex thermomechanical treatment and stabilizing annealing

**Fig. 2.** Conventional deformation diagrams for the Ti-6Al-4V ELI titanium alloy in different states: 1 – the initial annealed state, 2 – ECAP, 3 – ECAP and extrusion, 4 – complex thermomechanical treatment, 5 – complex thermomechanical treatment and stabilizing annealing

**Fig. 3.** Conventional yield strength at compression of the Ti-6Al-4V ELI titanium alloy along ( $\square$ ) and across ( $\blacksquare$ ) the axis of the bar in different states: 1 – the initial annealed state, 2 – complex thermomechanical treatment, 3 – complex thermomechanical treatment and stabilizing annealing

**Fig. 4.** Conventional compression diagrams for the Ti-6Al-4V ELI titanium alloy in different states: 1 – the initial annealed state, 2 – complex thermomechanical treatment, 3 – complex thermomechanical treatment and stabilizing annealing; solid line – along and dashed line – across the axis of the bar

PACS: 62.20.F, 81.40.Lm

А.Л. Березина<sup>1</sup>, Т.А. Монастырская<sup>1</sup>, А.А. Давиденко<sup>2</sup>,  
В.З. Спусканюк<sup>2</sup>, А.Н. Гангало<sup>2</sup>, А.В. Котко<sup>1</sup>

## ВЛИЯНИЕ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА СПЛАВА Al–Mg–Si

<sup>1</sup>Институт металлофизики им. Г.В. Курдюмова НАН Украины  
бульв. Акад. Вернадского, 36, г. Киев, 03142, Украина

<sup>2</sup>Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАН Украины  
ул. Р. Люксембург, 72, г. Донецк, 83114, Украина

Статья поступила в редакцию 22 августа 2012 года

*Исследована возможность изменения структуры и свойств деформируемого малолегированного дешевого сплава АД-31 за счет применения различных схем интенсивной пластической деформации (ИПД) в сочетании с термообработками разного типа. Показано, что использование ИПД при комнатной температуре для сплава АД-31 формирует неоднородную деформационную структуру, которая представляет собой картину незавершенной динамической рекристаллизации. Средний размер зерен уменьшается от 200–500 нм до 300–500 нм. ИПД, независимо от исходных состояний сплава, способствует деформационно-индуцированному полному или частичному растворению избыточных фаз, что сопровождается образованием пересыщенного твердого раствора в матрице. За счет измельчения зерен и образования субструктуры в предварительно состаренных образцах удастся повысить предел прочности по сравнению с исходным состаренным состоянием от 200 до 390 МПа при снижении относительного удлинения на 30%.*

**Ключевые слова:** сплав АД-31, интенсивная пластическая деформация, прямая гидроэкструзия, угловая гидроэкструзия, накопленная деформация, динамическая рекристаллизация

### 1. Введение

Использование методов ИПД для получения объемных образцов металлов и сплавов с субмикро- (размер зерен  $d \sim 100\text{--}1000\text{ нм}$ ) и нанокристаллической ( $d < 100\text{ нм}$ ) зерненными структурами в связи с развитием новых комбинированных способов упрочнения металлов и сплавов становится одним из наиболее актуальных направлений современного материаловедения [1]. Такие материалы, обладающие уникальными механическими свойствами, рассматриваются как перспективные конструкционные и функциональные материалы следующего поколения металлов и сплавов. Понимание механизмов структурно-фазовых изменений в результате ИПД чистых металлов и сплавов важно с точ-

ки зрения прогнозирования процессов деградации и последующего разрушения материалов при внешнем температурно-силовом воздействии.

В настоящее время считается, что механизм упрочнения при ИПД чистых металлов основан на измельчении зерен, наряду с неравновесным состоянием границ зерен, имеющих высокий уровень локальных внутренних напряжений вблизи границ. Однако в некоторых гетерогенных сплавах на механические характеристики влияет не только измельчение зерен при ИПД, но и выделение или растворение вторичных дисперсных фаз. В зависимости от структурного состояния таких фаз в широком интервале степеней деформации наблюдаются эффекты дополнительного упрочнения и разупрочнения. Такие эффекты, в частности, были обнаружены при объемной ИПД расплающихся алюминиевых сплавов [2–7].

В данной работе проведены исследования изменений структуры и свойств деформируемого малолегированного дешевого сплава АД-31 в результате его термомеханической обработки с использованием методов ИПД. Сплав АД-31 отличается высокой технологической пластичностью, способностью к горячей экструзии, имеет повышенную коррозионную стойкость, однако является малопрочным. Необходим поиск дополнительных методов упрочнения сплава, возмещающего неизбежную потерю прочности при вылеживании сплава перед искусственным старением. В работе была поставлена задача исследовать возможности повышения механических свойств сплава за счет применения различных схем ИПД в сочетании с термообработками разного типа.

## 2. Материал и методика исследования

В качестве объекта исследования был выбран деформируемый сплав АД-31. Сплавы типа АД составляют основу важного класса термически упрочняемых деформируемых сплавов. При их получении не используются дефицитные материалы, они дешевы, малолегированы, суммарное содержание легирующих элементов в них колеблется в пределах от 1 до 2%, что значительно меньше, чем в широко используемых дюралюминах.

Равновесная диаграмма состояния системы хорошо исследована. В системе имеется квазибинарный разрез Al–Mg<sub>2</sub>Si при отношении Mg:Si = 1.73. В равновесии с алюминиевым твердым раствором находится соединение Mg<sub>2</sub>Si – β-фаза, которая расположена на квазибинарном разрезе. Промышленные деформируемые сплавы содержат от 0.6 до 1.5% Mg<sub>2</sub>Si при небольшом избытке магния или кремния. Сплавы упрочняются за счет дисперсионного твердения в процессе старения при выделении высокодисперсных метастабильных упрочняющих β''- и β'-фаз, когерентно, полукогерентно связанных с матрицей. Фаза β' имеет гексагональную решетку с параметрами  $a = 0.705 \text{ nm}$ ,  $c = 0.405 \text{ nm}$ , по сравнению со стехиометрическим составом обогащена вакансиями и кремнием, выделяется в виде игл, стержней. Равновесная β-фаза имеет кубическую ГЦК-решетку с параметром  $a = 0.635 \text{ nm}$ . Из всех сплавов серии АД исследуемый сплав обладает наименьшей объем-

ной долей  $Mg_2Si$ -фазы (0.6%) и, соответственно, наименьшим упрочнением при старении. Сплав был выплавлен на Киевском заводе алюминиевых строительных конструкций, его состав приведен в табл. 1.

Таблица 1

Состав исследованного сплава АД-31

Концентрация элементов, mass%						
Mg	Si	Fe	Cu	Ti	Mn	Zn
0.59	0.50	0.31	0.06	0.032	0.037	0.06

В качестве объемной ИПД использовался комбинированный метод прямой (ГЭ) и угловой (УГЭ) гидрокстружии. Метод УГЭ, впервые предложенный в ДонФТИ [8], представляет собой модифицированный метод равноканального углового прессования. Цилиндрические заготовки выдавливали из контейнера жидкостью высокого давления через угловую матрицу с углом  $\Phi = 90^\circ$ . Все деформации проводили при комнатной температуре под давлением 150–700 МПа. Общую схему деформации образцов можно представить в виде: ГЭ +  $n$ УГЭ + ГЭ. Число проходов при УГЭ составляло  $n = 1, 2, 4$ . С целью изучения влияния наследственной структуры исходного состояния сплава на процессы ИПД и окончательные свойства сплава были приготовлены образцы трех серий с различными начальными обработками: А – гомогенизация при 560°C в течение 12 h; В – гомогенизация при 560°C в течение 12 h + закалка на воздухе от 480°C + старение в течение 6 h при 185°C + естественное старение; С – перезакалка образцов серии В на воздухе от 480°C + старение при 185°C в течение 6 h (отсутствует эффект естественного старения).

Маркировка образцов, последовательность деформации, величина деформации  $e$  на каждой стадии и суммарная накопленная деформация  $\Sigma e$  приведены в табл. 2.

Таблица 2

Последовательность деформации образцов серий А, В и С

Маркировка образца	ГЭ + ГЭ	УГЭ		ГЭ + ГЭ	$\Sigma e$
	$e$	$n$	$e$	$e$	
А-0	1.0 + 0.3	–	–	0.5 + 1.0	2.8
А-1		1	1.15		4.0
А-2		2	2.3		5.1
А-4		4	4.6		7.4
В-0	1.0 + 0.3	–	–	0.5 + 1.0	2.8
В-1		1	1.15		4.0
В-2		2	2.3		5.1
В-4		4	4.6		7.4
С-0	1.0 + 0.3	–	–	0.5 + 1.0	2.8
С-1		1	1.15		4.0
С-2		2	2.3		5.1
С-4		4	4.6		7.4

Структуру образцов в исходном состоянии и после ИПД анализировали с помощью дюрOMETрических, волюметрических методов и метода электронной микроскопии на электронном микроскопе JEM-2000FXII в просвечивающем режиме.

### 3. Структура и свойства сплава АД-31 в исходном состоянии

Для исследований были получены образцы в гомогенизированном состоянии (серия А) и после старения по режиму Т8 (серия В). Механические свойства образцов в состоянии поставки представлены в табл. 3.

Таблица 3

Механические свойства сплава в состоянии поставки

Серия	Термообработка	Предел текучести	Предел прочности	Относительное удлинение, %
		МПа		
А	Гомогенизация при 560°C, 12 h	86	116	21.5
В	Гомогенизация + закалка от 480°C + старение при 185°C, 6 h + естественное старение	188	207	10.7

В соответствии с металлографическими данными сплав характеризуется равноосной зеренной структурой с  $d = 200\text{--}500\text{ }\mu\text{m}$ . Электронно-микроскопические структуры сплава серий А и В представлены на рис. 1. В гомогенизированном состоянии в сплаве присутствуют грубые частицы равновесной  $\beta$ -фазы стержнеобразной формы длиной  $\sim 200\text{--}600\text{ nm}$  и толщиной  $\sim 50\text{--}60\text{ nm}$  (рис. 1,а). Плотность выделения частиц мала, они некогерентны матрице и связаны с дислокациями. После распада пересыщенного твердого раствора (рис. 1,б) в матрице образуются мелкодисперсные игольчатые частицы длиной  $\sim 20\text{ nm}$  и толщиной  $\sim 5\text{--}6\text{ nm}$  метастабильной  $\beta'$ -фазы. Частицы имеют высокую плотность выделения, когерентно связаны с матрицей, являются упрочняющими, что позволяет почти вдвое повысить прочностные свойства сплава (табл. 3).

### 4. Влияние интенсивной пластической деформации на структуру и свойства сплава АД-31

Для всех конечных значений накопленной степени деформации  $\Sigma e$  сплава (табл. 2) были проведены измерения плотности и твердости. Полученные данные представлены на рис. 2.

Следует отметить полную корреляцию в характере изменения плотности и твердости с ростом накопленной степени деформации. Если для гомогенизированных образцов (серия А) кривые выходят на насыщение, то для состаренных образцов (серии В и С) после накопления деформации до  $\Sigma e = 5.5$  происходит падение как плотности, так и твердости сплава. Механические свойства этих образцов представлены в табл. 4.

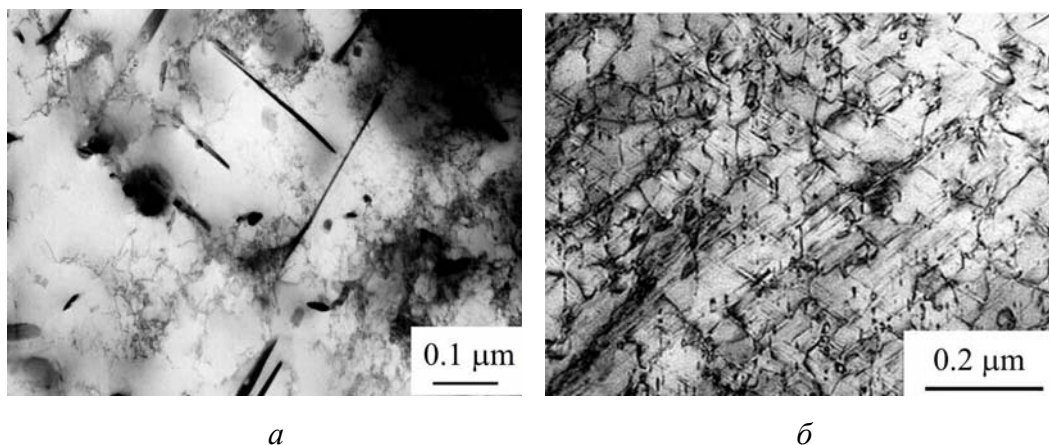


Рис. 1. Электронно-микроскопическая структура сплава АД-31 в состоянии поставки серий А (а) и В (б)

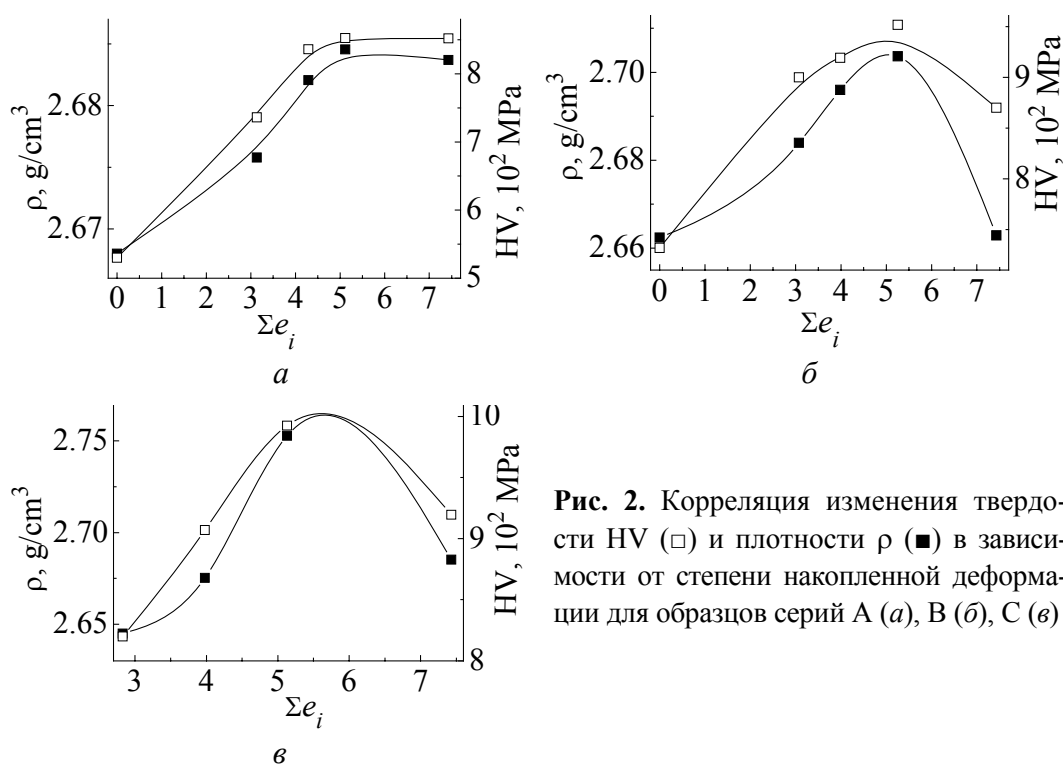


Рис. 2. Корреляция изменения твердости  $HV$  (□) и плотности  $\rho$  (■) в зависимости от степени накопленной деформации для образцов серий А (а), В (б), С (в)

Максимальное значение предела прочности наблюдается для состаренных образцов. Так, для образцов серии В-2 при накопленной деформации  $\Sigma \epsilon = 5.1$  удается повысить предел прочности по сравнению с исходным состаренным состоянием от 207 до 391 МПа (практически на 90%) при снижении относительного удлинения на 30%. Для гомогенизированных образцов А-4 при  $\Sigma \epsilon = 7.4$  предел прочности повышается до 350 МПа (втрое по сравнению с исходным гомогенизированным состоянием), относительное удлинение падает от 20.7 до 6.1% (практически втрое).

Таблица 4

Механические свойства образцов после ИПД

Маркировка образца	Предел прочности	Твердость	Относительное удлинение, %
	МПа		
A-0	272	736	8.1
A-1	307	836	7.1
A-2	309	853	9.5
A-4	351	853	6.1
B-1	364	919	7.2
B-2	391	952	7.6
B-4	335	870	6.6
C-0	263	820	11.6
C-1	302	907	6.6
C-2	384	993	7.5
C-4	331	920	6.1

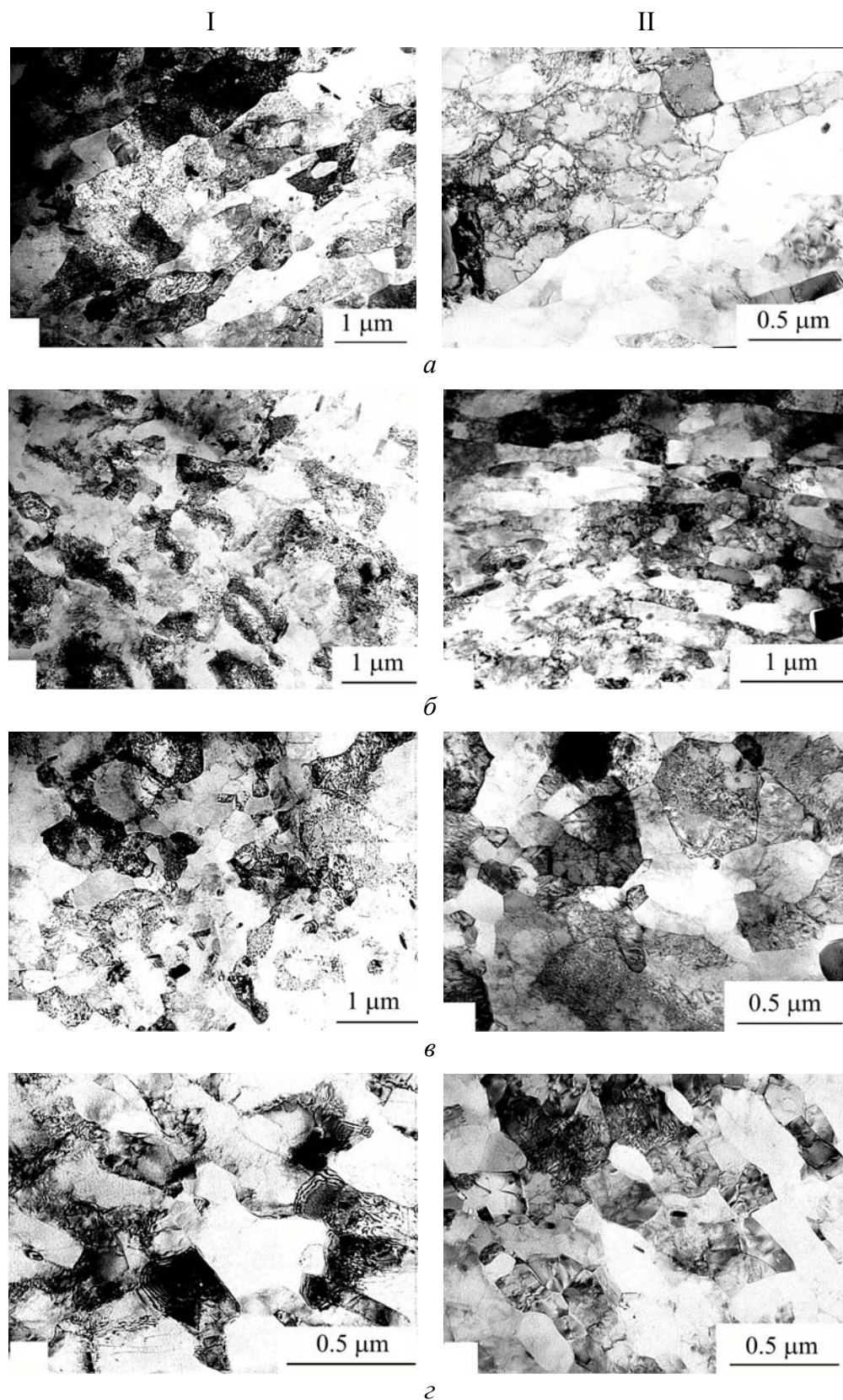
Результаты электронно-микроскопических исследований структуры после ИПД гомогенизированных образцов серии А и состаренных образцов серии С приведены на рис. 3; эволюция дифракционной картины, отснятой с одинаковой площади  $\sim 55 \mu\text{m}^2$ , при изменении степени деформации и температуры старения указанных образцов представлена на рис. 4.

Как видно, все деформационные структуры неоднородны, гетерогенны, состоят из рекристаллизованных и нерекристаллизованных зерен и представляют картину незавершенной динамической рекристаллизации.

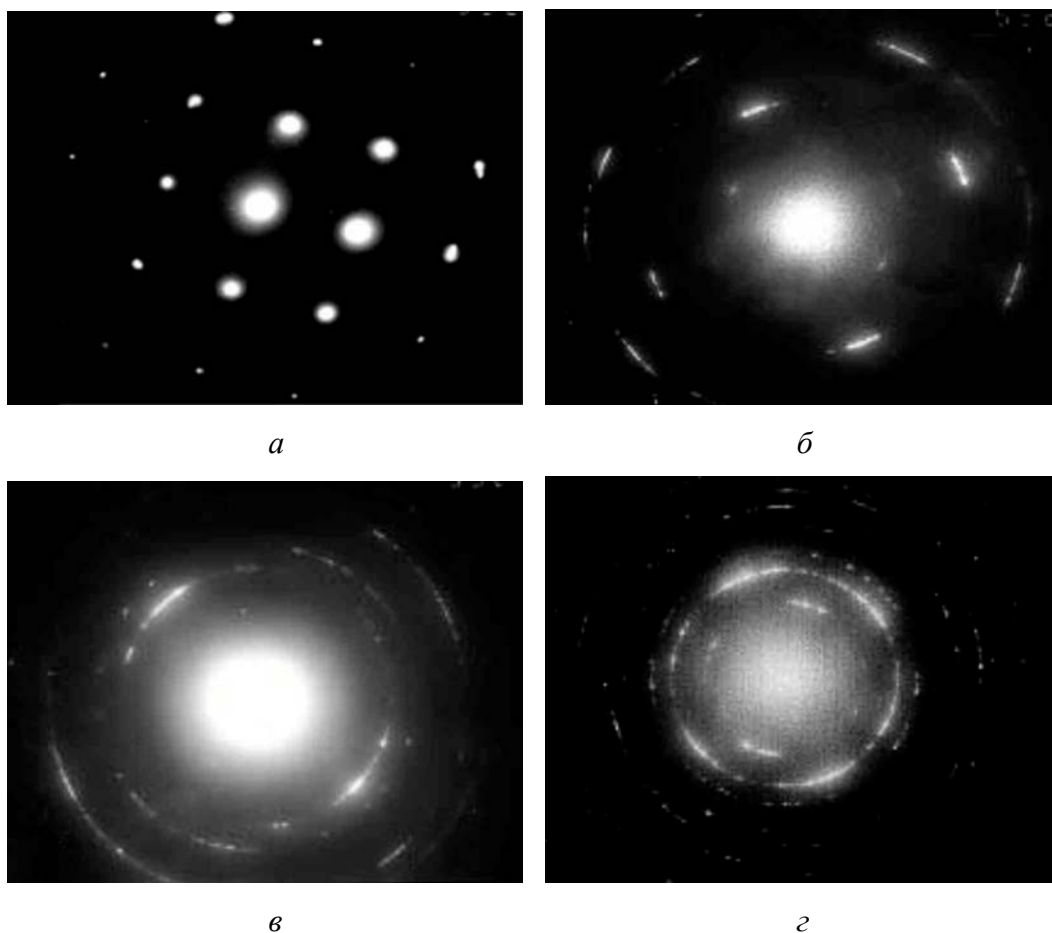
После гидроэкструзии образца А-0 (рис. 3, I, а) наблюдаются фрагментация зеренной структуры до 0.3–0.5  $\mu\text{m}$ , появление вытянутых рекристаллизованных и нерекристаллизованных зерен (внутри последних присутствует сетчатая дислокационная структура). Происходит деформационно-индуцированное растворение частиц равновесной  $\beta$ -фазы. По сравнению с размерами в исходном состоянии (длина  $\sim 300$ –600 nm, толщина  $\sim 50$ –60 nm) частицы измельчаются: длина уменьшается до 100 nm, толщина – до 20 nm. Частицы в основном располагаются по границам зерен. Из анализа электронограмм (рис. 4, а, б) очевидно, что после такой обработки рефлексы обратной решетки характеризуются азимутальным расширением, что указывает на формирование субструктуры.

После УГЭ при  $n = 1$  (образец А-1, рис. 3, I, б) в матрице появляются области, окруженные оболочкой, которая содержит сетчатую дислокационную структуру, частицы равновесной  $\beta$ -фазы сохраняются. Увеличение числа проходов до  $n = 4$  (образец А-4, рис. 3, I, г) формирует чередующуюся цепочечную структуру из рекристаллизованных и нерекристаллизованных зерен, частицы  $\beta$ -фазы не наблюдаются.





**Рис. 3.** Влияние степени накопленной деформации на структуру образцов: I – серии А: А-0 (а), А-1 (б), А-2 (в), А-4 (г); II – серии С: С-0 (а), С-1 (б), С-2 (в), С-4 (г)



**Рис. 4.** Эволюция дифракционной картины при изменении степени накопленной деформации: *a* – исходный АД-31, закаленный; *б* – А-0; *в* – А-2; *г* – С-2

После гидроэкструзии состаренных образцов (С-0, рис. 3,П,*a*) возникает хорошо развитая субструктура. Цепочечная структура формируется уже при одном проходе (С-3, рис. 3,П,*б*), частицы  $\beta$ -фазы для образцов С-0, С-1, С-2 не наблюдаются. При увеличении накопленной деформации до  $\Sigma e = 7.4$  (рис. 3,П,*г*) появляются одиночные частицы  $\beta$ -фазы.

Сопоставление структурных изменений после ИПД для гомогенизированных (серия А) и состаренных (серия С) образцов показывает, что в последних ускоряются процессы структурообразования (рис. 3 и 4,*в,г*).

### Выводы

1. Использование ИПД при комнатной температуре для сплава АД-31 формирует неоднородную деформационную структуру, которая состоит из рекристаллизованных и нерекристаллизованных зерен и представляет собой картину незавершенной динамической рекристаллизации. Средний размер зерен уменьшается от 200–500 до 0.3–0.5  $\mu\text{m}$ .

2. Установлено наследственное влияние структуры материала в исходном состоянии на изменение твердости и плотности сплава в зависимости от вели-

чини накопленої деформації. Показано, що для сплаву в гомогенізованому стані при накопленої деформації  $\Sigma e \geq 5.1$  значення твердості і щільності залишаються незмінними, тоді як для состарених сплавів з ростом ступеня деформації спостерігається падіння твердості і щільності.

3. За рахунок дроблення зерна і утворення субструктури в попередньо состарених зразках вдалося майже вдвічі (з 206 до 391 МПа) підвищити межу міцності порівняно з початковим состареним станом при зниженні відносного витягання на 30%. Для гомогенізованих зразків межу міцності підвищили втричі (з 116 до 350 МПа) порівняно з початковим гомогенізованим станом, при цьому відносне витягання знизилось втричі (з 22 до 6.5%).

1. R.Z. Valiev, T.G. Langdon, Prog. Mater. Sci. **51**, 881 (2006).
2. O. Sitdikov, T. Sakai, E. Avtokratova, R. Kaibyshev, Y. Kimura, K. Tsuzaki, Mater. Sci. Eng. **A444**, 18 (2007).
3. А.А. Мазилкин, Б.Б. Страумал, С.Г. Протасова, О.А. Когтенкова, Р.З. Валиев, ФТТ **49**, 824 (2007).
4. Н.И. Носкова, Н.Ф. Вильданова, Р.В. Чурбаев, ФММ **99**, 46 (2005).
5. P. Szczygiel, H.J. Roven, and O. Reiso, Mater. Sci. Eng. **A410–411**, 261 (2005).
6. J. Gubicza, I. Schiller, N.Q. Chinh, J. Illy, Z. Horiba, T.G. Langdon, Mater. Sci. Eng. **A460–461**, 77 (2007).
7. V. Vidal, Z.R. Zhang, and B. Verlinder, J. Mater. Sci. **43**, 7418 (2008).
8. V. Spuskanyuk, O. Davydenko, A. Berezina, O. Gangalo, L. Sennikova, M. Tikhonovsky, D. Spiridonov, J. Mater. Proc. Technol. **210**, 1709 (2010).

А.Л. Березіна, Т.О. Монастирська, О.А. Давиденко, В.З. Спусканюк, О.М. Гангало, А.В. Котко

## ВПЛИВ ТЕРМОМЕХАНІЧНОЇ ОБРОБКИ НА СТРУКТУРУ ТА ВЛАСТИВОСТІ СПЛАВУ Al–Mg–Si

Досліджено можливість зміни структури й властивостей дешевого малолегованого сплаву АД-31, що деформується, за рахунок застосування різних схем інтенсивної пластичної деформації (ІПД) у поєднанні з різного типу термообробками. Показано, що використання ІПД при кімнатній температурі для сплаву АД-31 формує неоднорідну деформаційну структуру, яка являє собою картину незавершеної динамічної рекристалізації. Середній розмір зерен зменшується від 200–500 мкм до 300–500 нм. ІПД, незалежно від вихідних станів сплаву, сприяє деформаційно-індукованому повному або частковому розчиненню надлишкових фаз, що супроводжується утворенням пересиченого твердого розчину в матриці. За рахунок подрібнення зерна й утворення субструктури в попередньо зістарених зразках вдається підвищити межу міцності порівняно з вихідним зістареним станом від 200 до 390 МПа при зниженні відносного видовження на 30%.

**Ключові слова:** сплав АД-31, інтенсивна пластична деформація, пряма гідроекструзія, кутова гідроекструзія, накопичена деформація, динамічна рекристалізація

*A.L. Berezina, T.O. Monastyrskaya, O.A. Davydenko, V.Z. Spuskanyuk, O.M. Gangalo, A.V. Kotko*

## EFFECT OF THERMOMECHANICAL TREATMENT ON STRUCTURE AND PROPERTIES OF THE Al–Mg–Si ALLOY

Now it is supposed that the mechanism of hardening of pure metals resulting from severe plastic deformation (SPD) is based on the refinement of grains and the non-equilibrium state of grain boundaries with a high level of local internal stresses near the boundaries. However, in some heterogeneous alloys, not only grain refinement during SPD, but also formation or dissolution of secondary dispersed phases also affects mechanical properties. The effect of additional hardening or softening is observed, depending on the structural state of these phases in a wide range of deformation. Such effects were found in aging aluminium alloys after three-dimensional SPD.

Formation of a SMC structure in relatively inexpensive industrial aluminum alloys due to the use of these technologies can transform low-strength alloys into medium-strength and high-strength ones. Aging aluminium alloys with SMC structures can be used for producing heavy-duty castings with high performance.

The possibility of modification of the structure and the properties of the wrought low-alloyed, low-cost Al–Mg–Si alloy of 6060 type by the use of SPD has been studied. The alloy has high plasticity, the ability for hot extrusion, and high corrosion resistance, which are excellent characteristics for various applications. Low strength of the alloy, however, is the main disadvantage. The search for additional methods of hardening of the alloy is of great interest. The primary task of this research was studying of the possibility of improving the mechanical properties of the alloy with using various modes of severe plastic deformation combined with different types of thermal treatment before and after SPD.

It was shown that the use of SPD at room temperature for Al–Mg–Si alloy formed a heterogeneous deformation structure which is characterized by incomplete dynamic recrystallization. The average grain size decreased from 200–500  $\mu\text{m}$  to 300–500 nm. SPD provoked the deformation-induced complete or partial dissolution of excess phases, regardless of the initial state of the alloy. This process was accompanied by the formation of a supersaturated solid solution in the matrix. Grain refinement and substructure formation led to the increase in the ultimate tensile strength from 200 to 390 MPa in the pre-aged samples, their elongation being reduced by 30%.

**Keywords:** 6060 alloy, severe plastic deformation, direct hydroextrusion, equal-channel angular hydroextrusion, accumulated strain, dynamic recrystallization

**Fig. 1.** The structure of the 6060 alloy in the initial state A (*a*) and B (*б*) series

**Fig. 2.** Correlation of changes in the Vickers Hardness ( $\square$ ) and density  $\rho$  ( $\blacksquare$ ) of alloy specimens depending on the accumulated strain for A (*a*), B (*б*), C (*в*) series

**Fig. 3.** The effect of accumulated strain on the structure: of: I – the A series: A-0 (*a*), A-1 (*б*), A-2 (*в*), A-4 (*г*); II – the C series specimens: C-0 (*a*), C-1 (*б*), C-2 (*в*), C-4 (*г*)

**Fig. 4.** ED pattern evolution versus accumulated strain: *a* – the quenched alloy in the initial state; *б* – A-0; *в* – A-2; *г* – C-2

# Авторский указатель за 2012 год

<b>Beygelzimer Y., Lavrinenko N.</b> Perfect plasticity of metals under simple shear: geometrical approach .....	4	10
<b>Burzić Z.</b> (см. Petrović D.) .....	4	39
<b>Čabarkapa O.</b> (см. Petrović D.) .....	4	39
<b>Chareev D.A.</b> (см. Grechnev G.E.) .....	4	28
<b>Desnenko V.A.</b> (см. Grechnev G.E.) .....	4	28
<b>Fedorchenko A.V.</b> (см. Grechnev G.E.) .....	4	28
<b>Gaspar A.B.</b> (см. Терехов С.А.) .....	3	69
<b>Gnatchenko S.L.</b> (см. Grechnev G.E.) .....	4	28
<b>Grechnev G.E., Panfilov A.S., Desnenko V.A., Fedorchenko A.V., Zhuravleva I.P., Gnatchenko S.L., Tsurkan V., Chareev D.A., Kozlyakova E.S., Volkova O.S., Vasiliev A.N.</b> Pressure effects on electronic structure and magnetic properties of the FeSe(Te) superconductors .....	4	28
<b>Khotkevich V.V.</b> (см. Бовк Р.В.) .....	2	88
<b>Kozlyakova E.S.</b> (см. Grechnev G.E.) .....	4	28
<b>Lavrinenko N.</b> (см. Beygelzimer Y.) .....	4	10
<b>Panfilov A.S.</b> (см. Grechnev G.E.) .....	4	28
<b>Petrović D., Čabarkapa O., Burzić Z., Stopic S.</b> Numerical analysis of the states of deformation and stress in the sealing element .....	4	39
<b>Real J.A.</b> (см. Терехов С.А.) .....	3	69
<b>Roshko S.</b> (см. Бовк Р.В.) .....	2	88
<b>Stopic S.</b> (см. Petrović D.) .....	4	39
<b>Tsurkan V.</b> (см. Grechnev G.E.) .....	4	28
<b>Vasiliev A.N.</b> (см. Grechnev G.E.) .....	4	28
<b>Volkova O.S.</b> (см. Grechnev G.E.) .....	4	28
<b>Zhuravleva I.P.</b> (см. Grechnev G.E.) .....	4	28
<b>Александров И.В.</b> (см. Ситдинов В.Д.) .....	4	77
<b>Алексеев А.Д., Молчанов А.Н., Ульянова Е.В., Зимина С.В., Пичка Т.В.</b> Преобразование локальной структуры ископаемых углей в результате выброса и под действием высоких давлений .....	1	122
<b>Башев В.Ф.</b> (см. Дзензерский В.А.) .....	3	79
<b>Белошенко В.А.</b> (см. Надутов В.М.) .....	2	125
<b>Бережная Л.В., Краснякова Т.В., Жихарев И.В., Левченко Г.Г.</b> Влияние давления на магнитные свойства слоистого магнетика $\text{Cu}_2(\text{OH})_3(\text{C}_{10}\text{H}_{21}\text{CO}_2)m\text{H}_2\text{O}$ .....	3	87
<b>Березина А.Л., Монастырская Т.А., Давиденко А.А., Спуска- нюк В.З., Гангалю А.Н., Котко А.В.</b> Влияние термомеханической обработки на структуру и свойства сплава Al–Mg–Si .....	4	111

<b>Блощицкий В.П.</b> (см. Хачатуров А.И.) .....	3	63
<b>Бойченко В.А., Дьяченко А.И., Таренков В.Ю.</b> Спектроскопия минорных состояний в наноконтактах с манганитами .....	2	54
<b>Букин Г.В.</b> (см. Терехов С.А.) .....	3	69
<b>Бутько В.Г.</b> Электронная и магнитная структуры нанопроводов Fe ....	1	25
<b>Буханько Ф.Н.</b> Фазовые превращения $\text{La}_{1-y}\text{Pr}_y\text{MnO}_{3+\delta}$ ( $0 \leq y \leq 1$ )- манганитах .....	3	134
<b>Варюхин В.Н.</b> (см. Метлов Л.С.) .....	2	7
<b>Варюхин В.Н.</b> (см. Эфрос Н.Б.) .....	2	110
<b>Васильев А.Г.</b> Влияние фазового распада интерметаллида типа $\text{RFe}_2$ на сорбцию водорода .....	1	65
<b>Васильев А.Н.</b> (см. Труханов А.В.) .....	4	70
<b>Ващук Д.Л.</b> (см. Надутов В.М.) .....	2	125
<b>Великодный А.Н.</b> Особенности изменения температуры сверхпро- водящего перехода и остаточного сопротивления под давлением в сплавах на основе Mo .....	2	61
<b>Власенко Н.Н.</b> (см. Кралюк М.А.) .....	1	99
<b>Вовк Р.В., Назиров З.Ф., Петренко А.Г., Khotkevich V.V., Roshko S.</b> Влияние структурной релаксации на температурную зависимость псевдощели в монокристаллах $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ с различным содержа- нием кислорода .....	2	88
<b>Возняк Ю.В.</b> Влияние маршрута деформирования на свойства по- литетрафторэтилена после равноканальной угловой экструзии .....	2	118
<b>Возняк Ю.В.</b> Свойства кристаллизующихся полимеров после рав- ноканальной угловой экструзии. Влияние схемы деформации .....	1	72
<b>Волосевич П.Ю.</b> (см. Надутов В.М.) .....	2	125
<b>Габелков С.В.</b> Модель структуры пористого тела, спрессованного из агломерированных порошков .....	1	55
<b>Гангало А.Н.</b> (см. Березина А.Л.) .....	4	111
<b>Гангало А.Н.</b> (см. Спусканюк В.З.) .....	1	113
<b>Горбенко Е.Е.</b> (см. Троицкая Е.П.) .....	2	37
<b>Гохфельд В.М.</b> Динамическая проводимость слоистого проводника в квантовом пределе .....	1	9
<b>Давиденко А.А.</b> (см. Березина А.Л.) .....	4	111
<b>Давиденко А.А.</b> (см. Надутов В.М.) .....	2	125
<b>Давиденко А.А.</b> (см. Спусканюк В.З.) .....	1	113
<b>Давиденко А.А.</b> (см. Эфрос Н.Б.) .....	2	110
<b>Давыдейко Н.В.</b> (см. Довгий В.Т.) .....	3	125
<b>Даниленко В.И.</b> (см. Подрезов Ю.Н.) .....	4	47
<b>Демчук В.Б., Колупаев Б.Б., Клепо В.В., Лебедев Е.В.</b> Влия- ние внешнего магнитного поля на внутреннее давление системы ПВХ–магнетит .....	2	95
<b>Денисов Е.Н.</b> (см. Спусканюк В.З.) .....	1	113

Дехтяр А.И., Моисеева И.В., Невдача В.В., Саввакин Д.Г. Структурно-фазовые превращения и механические свойства титановых сплавов, полученных методом порошковой металлургии после горячего изостатического прессования .....	4	90
Дзензерский В.А., Башев В.Ф., Тарасов С.В., Казаха Ю.И., Ефименко А.Ю., Иванов В.А. Исследование микроструктуры и механических свойств ленты Pb–Sn–Ca, полученной закалкой из жидкого состояния .....	3	79
Довгий В.Т., Линник А.И., Каменев В.И., Таренков В.Ю., Сидоров С.Л., Тодрис Б.М., Михайлов В.И., Давыдейко Н.В., Линник Т.А. Особенности магнитных, электрических свойств и магнитно-неоднородное состояние монокристалла $Nd_{0.5}Sr_{0.5}MnO_3$ .....	3	125
Драгунов И.Е. (см. Журавлев А.В.) .....	3	31
Дьяченко А.И. (см. Бойченко В.А.) .....	2	54
Ефименко А.Ю. (см. Дзензерский В.А.) .....	3	79
Жихарев И.В. (см. Бережная Л.В.) .....	3	87
Жихарев И.В. (см. Троицкая Е.П.) .....	2	37
Журавлев А.В., Драгунов И.Е. Четырехспиновый комплекс с анизотропным планарным обменным взаимодействием .....	3	31
Завдоев А.В. (см. Пашинская Е.Г.) .....	3	113
Зимица С.В. (см. Алексеев А.Д.) .....	1	122
Иванов В.А. (см. Дзензерский В.А.) .....	3	79
Исламгалиев Р.К. (см. Ситдилов В.Д.) .....	4	77
Каганова И.И. (см. Коршунов А.И.) .....	4	103
Казаха Ю.И. (см. Дзензерский В.А.) .....	3	79
Каменев В.И. (см. Довгий В.Т.) .....	3	125
Кичанов С.Е. (см. Труханов А.В.) .....	4	70
Клепо В.В. (см. Демчук В.Б.) .....	2	95
Клепо В.В. (см. Колупаев Б.Б.) .....	1	79
Коварский В.Л. Кинетические уравнения для псевдоспиновой модели с барьером .....	1	14
Козленко Д.П. (см. Труханов А.В.) .....	4	70
Колупаев Б.Б. (см. Демчук В.Б.) .....	2	95
Колупаев Б.Б., Клепо В.В., Лебедев Е.В., Колупаев Б.С. Влияние давления в $T$ - $p$ -режипе на тепловые свойства поливинилхлорида, полвинилбутирала и полистирола .....	1	79
Колупаев Б.С. (см. Колупаев Б.Б.) .....	1	79
Коротченкова И.В. (см. Коршунов А.И.) .....	4	103
Коршунов А.И., Смоляков А.А., Кравченко Т.Н., Коротченкова И.В., Каганова И.И. Механические свойства титанового сплава Ti–6Al–4V ELI после РКПУ и комплексной термомеханической обработки .....	4	103
Коршунов Л.Г. (см. Эфрос Н.Б.) .....	2	110



<b>Котко А.В.</b> (см. Березина А.Л.) .....	4	111
<b>Кравченко Т.Н.</b> (см. Коршунов А.И.) .....	4	103
<b>Кралюк М.А., Пашинская Е.Г., Власенко Н.Н., Тищенко И.И.</b> Физические процессы, влияющие на формирование микроструктуры и свойств меди при интенсивной холодной пластической деформации .....	1	99
<b>Краснюк И.Б.</b> (см. Мельник Т.Н.) .....	2	70
<b>Краснякова Т.В.</b> (см. Бережная Л.В.) .....	3	87
<b>Кузнецова В.В.</b> (см. Шелест В.В.) .....	3	7
<b>Кузовлев Ю.Е.</b> (см. Николаенко Ю.М.) .....	4	61
<b>Лебедев Е.В.</b> (см. Демчук В.Б.) .....	2	95
<b>Лебедев Е.В.</b> (см. Колупаев Б.Б.) .....	1	79
<b>Левченко Г.Г.</b> (см. Бережная Л.В.) .....	3	87
<b>Левченко Г.Г.</b> (см. Терехов С.А.) .....	3	69
<b>Линник А.И.</b> (см. Довгий В.Т.) .....	3	125
<b>Линник Т.А.</b> (см. Довгий В.Т.) .....	3	125
<b>Магомедов М.Н.</b> О самодиффузии в кристалле железа при больших давлениях .....	3	97
<b>Малашенко В.В.</b> Влияние примесей на динамический предел теку- чести наноматериалов .....	3	47
<b>Медведев Ю.В.</b> (см. Николаенко Ю.М.) .....	4	61
<b>Мельник Т.Н., Краснюк И.Б., Таранец Р.М., Юрченко В.М.</b> По- верхностно-индуцированные самоподобные пространственно-времен- ные структуры в высокотемпературных сверхпроводниках II рода .....	2	70
<b>Метлов Л.С., Варюхин В.Н.</b> Моделирование законов упрочнения при ИПД объемных твердых тел методами неравновесной эволюци- онной термодинамики. I. Зависимости от параметров задачи .....	2	7
<b>Михайлов В.И.</b> (см. Довгий В.Т.) .....	3	125
<b>Моисеева И.В.</b> (см. Дехтяр А.И.) .....	4	90
<b>Молчанов А.Н.</b> (см. Алексеев А.Д.) .....	1	122
<b>Монастырская Т.А.</b> (см. Березина А.Л.) .....	4	111
<b>Мухин А.Б.</b> (см. Николаенко Ю.М.) .....	4	61
<b>Надточий В.А., Уколов А.И., Нечволод Н.К.</b> Формирование нано- структур в Ge при условии дислокационно-поверхностной диффузии ....	3	54
<b>Надутов В.М., Ващук Д.Л., Волосевич П.Ю., Белошенко В.А.,</b> <b>Спусканюк В.З., Давиденко А.А.</b> Структура и свойства инварного ГЦК-сплава Fe–35% Ni после комбинированной пластической де- формации гидроэкструзией и волочением .....	2	125
<b>Назирова З.Ф.</b> (см. Вовк Р.В.) .....	2	88
<b>Невдача В.В.</b> (см. Дехтяр А.И.) .....	4	90
<b>Нечволод Н.К.</b> (см. Надточий В.А.) .....	3	54
<b>Николаенко Ю.М., Кузовлев Ю.Е., Медведев Ю.В., Мухин А.Б.,</b> <b>Прудников А.М.</b> Теплопроводность многослойной пленочной струк- туры на основе $\text{La}_{0.7}\text{Sr}_{0.3}\text{MnO}_3$ .....	4	61



<b>Пашинская Е.Г.</b> (см. Кралюк М.А.) .....	1	99
<b>Пашинская Е.Г., Завдоев А.В.</b> Применение прокатки со сдвигом и традиционного волочения для формирования структуры и свойств малоуглеродистых сталей .....	3	113
<b>Петренко А.Г.</b> (см. Вовк Р.В.) .....	2	88
<b>Пилипенко Е.А.</b> (см. Троицкая Е.П.) .....	2	37
<b>Пичка Т.В.</b> (см. Алексеев А.Д.) .....	1	122
<b>Подрезов Ю.Н., Даниленко В.И.</b> Феноменология модуля пластичности сильнодеформированных материалов .....	4	47
<b>Прудников А.М.</b> (см. Николаенко Ю.М.) .....	4	61
<b>Саввакин Д.Г.</b> (см. Дехтяр А.И.) .....	4	90
<b>Сидоров С.Л.</b> (см. Довгий В.Т.) .....	3	125
<b>Ситдинов В.Д., Александров И.В., Исламгалиев Р.К.</b> Рентгеноструктурный анализ сплава Ti Grade 4, подвергнутого РКПУ-К .....	4	77
<b>Смоляков А.А.</b> (см. Коршунов А.И.) .....	4	103
<b>Спусканюк В.З.</b> (см. Березина А.Л.) .....	4	111
<b>Спусканюк В.З.</b> (см. Надутов В.М.) .....	2	125
<b>Спусканюк В.З., Гангало А.Н., Давиденко А.А., Денисов Е.Н.</b> Верхняя оценка давления равноканального углового прессования биметаллических заготовок .....	1	113
<b>Таранец Р.М.</b> (см. Мельник Т.Н.) .....	2	70
<b>Тарасов С.В.</b> (см. Дзензерский В.А.) .....	3	79
<b>Таренков В.Ю.</b> (см. Бойченко В.А.) .....	2	54
<b>Таренков В.Ю.</b> (см. Довгий В.Т.) .....	3	125
<b>Терехов С.А., Букин Г.В., Левченко Г.Г., Gaspar A.B., Real J.A.</b> Спинный переход в 2D-координационном соединении $\text{Fe}(\text{3-Clpy})_2\text{Pd}(\text{CN})_4$ , индуцированный давлением при постоянной (комнатной) температуре .....	3	69
<b>Терехов С.В.</b> Универсальность синергетических законов. I. Общие характеристики масштабных уровней .....	1	33
<b>Терехов С.В.</b> Универсальность синергетических законов. II. Поверхность раздела фаз .....	2	22
<b>Тищенко И.И.</b> (см. Кралюк М.А.) .....	1	99
<b>Ткаченко Г.В.</b> (см. Урюков Б.А.) .....	1	89
<b>Ткачук Е.Н.</b> (см. Шкатуляк Н.М.) .....	1	107
<b>Тодрис Б.М.</b> (см. Довгий В.Т.) .....	3	125
<b>Троицкая Е.П., Чабаненко В.В., Жихарев И.В., Горбенко Е.Е., Пилипенко Е.А.</b> Квадрупольное взаимодействие в динамике решетки сжатых кристаллов инертных газов в модели деформируемых атомов. 2. Упругие свойства и соотношение Коши в сжатом неоне .....	2	37
<b>Труханов А.В., Козленко Д.П., Чан Т.А., Труханов С.В., Кичанов С.Е., Васильев А.Н.</b> Исследование кристаллической и магнитной структур манганита $\text{Pr}_{0.7}\text{Ba}_{0.3}\text{MnO}_3$ под высоким давлением .....	4	70

<b>Труханов С.В.</b> (см. Труханов А.В.) .....	4	70
<b>Уколов А.И.</b> (см. Надточий В.А.) .....	3	54
<b>Ульянова Е.В.</b> (см. Алексеев А.Д.) .....	1	122
<b>Урюков Б.А., Ткаченко Г.В.</b> Метод получения объемных наноматериалов при высокоскоростном соударении металлических частиц с мишенью .....	1	89
<b>Хачатуров А.И., Блощицкий В.П., Хачатурова Т.А.</b> Влияние давления на дифференциальную проводимость туннельных контактов с ферромагнитным электродом .....	3	63
<b>Хачатурова Т.А.</b> (см. Хачатуров А.И.) .....	3	63
<b>Христов А.В.</b> (см. Шелест В.В.) .....	3	7
<b>Чабаненко В.В.</b> (см. Троицкая Е.П.) .....	2	37
<b>Чан Т.А.</b> (см. Труханов А.В.) .....	4	70
<b>Шелест В.В., Христов А.В., Кузнецова В.В.</b> Некоторые аспекты термодинамики устойчивости в флуктуационном представлении .....	3	7
<b>Шкатуляк Н.М., Ткачук Е.Н.</b> Влияние внутреннего циклического давления на текстуру и разрушение трубы из низколегированной стали .....	1	107
<b>Эфрос Б.М.</b> (см. Эфрос Н.Б.) .....	2	110
<b>Эфрос Н.Б., Коршунов Л.Г., Эфрос Б.М., Давиденко А.А., Варюхин В.Н.</b> Контактная прочность нанокристаллических структур поверхностей трения высокоазотистых аустенитных сплавов .....	2	110
<b>Юрченко В.М.</b> (см. Мельник Т.Н.) .....	2	70

## Правила оформления рукописей для авторов журнала «ФИЗИКА И ТЕХНИКА ВЫСОКИХ ДАВЛЕНИЙ»

Редакция журнала просит авторов при подготовке статей руководствоваться изложенными ниже правилами. Материалы, оформленные без соблюдения последних, к рассмотрению не принимаются.

В журнале публикуются статьи на русском, украинском и английском языках.

В редакцию направляются 2 экземпляра рукописи (включая все ее элементы), набранной шрифтом типа Times размером 14 п.т. через 1,5 интервала на одной стороне листа формата А4.

Поля: левое – не менее 3, верхнее и нижнее – 2, правое – 1,5 см. Все страницы необходимо пронумеровать.

Рукопись должна быть вычитана и подписана автором (соавторами).

Необходимо предоставление электронной версии статьи на цифровом носителе либо передача электронной почтой по адресу:

E-mail: ftvd@fti.dn.ua.

### Комплектность рукописи

Рукопись должна содержать текст статьи, аннотацию, ключевые слова, реферат, список литературы, подрисуночные подписи, комплект рисунков, сведения об авторах.

**1. Текст статьи.** На первой странице указываются:

- классификационный индекс по системе PACS;
- инициалы и фамилии авторов;
- название статьи;
- полный почтовый адрес учреждения, в котором выполнена работа.

*Название статьи должно быть кратким, но информативным. Не допустимо применение в нем сокращений, кроме самых общепринятых (ВТСП, ГЦК, ЯМР и др.). Используемые авторами аббревиатуры необходимо расшифровать при первом их упоминании.*

*Размерности физических величин (в системе СИ) по всей рукописи должны быть на английском языке. В десятичных числах перед десятичными следует ставить точку.*

**2. Таблицы** должны быть напечатаны на отдельных страницах и иметь заголовки. Обязательно указание единиц измерения величин.

**3. Формулы** следует набирать в редакторе уравнений. *Все индексы должны быть на английском языке.* Экспоненту следует обозначать как «ехр», а не как «е» в степени.

**4. Рисунки (иллюстрации)** требуется предоставить в черно-белом варианте отдельными файлами. Рисунок, помещаемый на всю ширину страницы, должен иметь размер по горизонтали 14 см, на ½ страницы – 7 см. Для рисунков в растровых (bitmap) форматах допустимое разрешение – не менее 300 dpi. При этом в файле размер изображения по горизонтали, включая подписи по осям, должен быть не менее 800 пикселей для рисунка на ½ ширины страницы и 1600 пикселей – на всю ширину. *Все надписи на рисунках должны быть на английском языке, а их число сведено к минимуму.*

**5. Аннотация** (не более 15 строк) должна содержать цель работы, метод ее достижения, основные результаты. В редакцию представляется текст аннотации (с указанием авторов и названия статьи) на русском, украинском (для граждан Украины) и английском языках (на отдельных страницах).

**6. Ключевые слова** (не более 10 терминов) на русском, украинском и английском языках должны отражать суть статьи. Не допускается использование аббревиатур.

**7. Реферат** статьи (объемом не более одной страницы размером шрифта 14 п.т. через 1,5 интервала) на русском и английском языках.

**8. Список литературы** приводится в конце статьи в порядке упоминания в тексте. В библиографическом описании указываются инициалы и фамилии всех авторов, а далее:

а) для книги – названия книги, издательства и города, год издания (в круглых скобках):

*А.Ф. Иоффе*, Физика кристаллов, ГИЗ, Москва (1929).

б) для статьи в журнале – название, том, номер журнала, номер первой страницы статьи, год издания (в круглых скобках):

*С.А. Фирстов, Ю.Н. Подрезов, Н.И. Даниленко, Е.М. Борисовская, Н.В. Миных*, ФТВД **13**, № 3, 36 (2003).

**9. Подписуточные подписи** должны содержать текст, объясняющий рисунок; представляются на русском и английском языках. Описание элементов рисунка (иллюстрации) желательно выносить в подписуточную подпись.

**10. Сведения об авторах** необходимо представить на отдельной странице, где указываются:

- полные имя, отчество и фамилия авторов;
- их служебные адреса и телефоны.

Следует указать, с кем из авторов предпочтительно поддерживать связь при работе над статьей.

*Совокупность названия статьи, аннотации, рисунков и подписуточных подписей должна давать ясное представление о сути работы.*

*Обращаем внимание авторов* на то, что, начиная с 2002 г., журнал ФТВД реферируется и индексируется реферативным журналом Chemical Abstracts, Украинским реферативным журналом «Джерело».

Полная версия журнала размещена на сайте: <http://www.donphti.ac.donetsk.ua/zhurnal.htm>.

**ИНФОРМАЦИЯ О ПОДПИСКЕ  
НА ЖУРНАЛ «ФИЗИКА И ТЕХНИКА ВЫСОКИХ ДАВЛЕНИЙ»**

Журнал «Физика и техника высоких давлений» включен в Каталог периодических изданий Украины на 2013 год (подписной индекс 74528). Кроме того, подписаться на журнал можно непосредственно в редакции журнала.

Журнал выходит раз в 3 месяца (4 номера в год).

**Стоимость подписки (без учета стоимости пересылки), грн.:**

– для физических лиц	на 3 месяца – 20
	на 6 месяцев – 40
	на 12 месяцев – 80
– для юридических лиц	на 3 месяца – 40
	на 6 месяцев – 80
	на 12 месяцев – 160

Для оформления подписки в редакции необходимо в ее адрес выслать письмо-заказ на подписку с указанием банковских реквизитов и точного адреса.

**Адрес редакции журнала:**

Украина, 83114, г. Донецк, ул. Р. Люксембург, 72

За дополнительной информацией следует обращаться по телефону 0 (62) 311–22–02.

**Индекс 74528**

Научный редактор *Я.Е. Бейгельзимер*  
Редакторы: *С.С. Фомина, Т.Н. Алехова*  
Компьютерный набор *В.И. Колывайло*  
Компьютерная верстка *В.А. Василенко*

Национальная академия наук Украины  
Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАН Украины  
«Физика и техника высоких давлений»

Издатель: ДонФТИ НАН Украины  
ул. Р. Люксембург, 72, г. Донецк, 83114, Украина  
Св. № 1908, сер. КВ, 04.12.1995 г.

Изготовитель: ООО «Цифровая типография»  
ул. Челюскинцев, 291а, г. Донецк, Украина  
Св. № 193, сер. ДК, 20.09.2000 г.

Подп. в печать 10.12.2012 г. Формат 70х108/16. Бумага офс. Офсетная печать.  
Усл. печ. л. 10.25. Уч.-изд. л. 11.12. Тираж 100 экз. Зак. № 86-12. Цена 20 грн.