

ПЕРСПЕКТИВНЫЕ МАТЕРИАЛЫ И ТЕХНОЛОГИИ

Брест, 27-31 мая 2019 года

Материалы международного симпозиума





Витебск

Национальная академия наук Беларуси

Министерство образования Республики Беларусь

Белорусский республиканский фонд фундаментальных исследований

Межгосударственный координационный совет по физике прочности и пластичности материалов

УО «Брестский государственный технический университет»

УО «Витебский государственный технологический университет»

ГНУ «Институт технической акустики НАН Беларуси»

МЕЖДУНАРОДНЫЙ СИМПОЗИУМ

«ПЕРСПЕКТИВНЫЕ МАТЕРИАЛЫ И ТЕХНОЛОГИИ»

Материалы симпозиума

(Брест, 27-31 мая 2019 года)

Витебск
2019

УДК 539.2
ББК 22.25
П-27

Под редакцией члена-корреспондента НАН Беларуси В.В.Рубаника

Перспективные материалы и технологии: материалы международного симпозиума, Брест, 27 -31 мая 2019 г. / под. ред. чл.-корр. Рубаника В.В. - Витебск: УО «ВГТУ», 2019. – 716 с.

ISBN 978-985-481-608-1

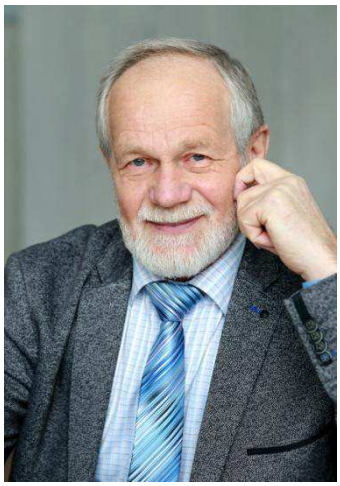
В сборнике материалов международного симпозиума опубликованы результаты новейших исследований в области перспективных конструкционных и функциональных материалов. Значительное число докладов посвящено вопросам практического применения этих материалов, технологий и устройств.

Сборник предназначен для широкого круга специалистов: научных работников, инженеров, а также преподавателей, аспирантов и студентов, специализирующихся в области материаловедения и физики конденсированного состояния

Тексты набраны с авторских оригиналов.

УДК 539.2
ББК 22.25
© ИТА НАН Беларуси
ISBN 978-985-481-608-1
© УО «ВГТУ», 2019

РУБАНИК ВАСИЛИЙ ВАСИЛЬЕВИЧ
(к 70-летию со дня рождения)



9 мая 2019 года исполнилось 70 лет известному ученому в области ультразвуковой обработки материалов, члену-корреспонденту НАН Беларуси, доктору технических наук **Рубанику Василию Васильевичу**

Василий Васильевич родился в 1949 г. в д. Бутово, Витебской области. В 1971 году окончил Минский радиотехнический институт (в настоящее время Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники). После окончания служил на Краснознаменном Тихоокеанском флоте в центре спутниковой связи. Уже в эти годы проявилось его стремление к исследовательской работе. И вот уже более 40 лет он работает в НАН Беларуси, где прошел путь от старшего инженера до директора института! В 1978 году был приглашен на работу в филиал Института физики твердого тела и полупроводников, созданный в конце 1975 г. (с 1994 г. Институт технической акустики НАН Беларуси), в котором работал в качестве руководителя группы, младшего научного сотрудника, старшего научного сотрудника, ведущего научного сотрудника, заведующего лабораторией, заместителя директора по научной работе, директора института.

В 1984 году успешно защитил кандидатскую, в 2005 году – диссертацию на соискание ученой степени доктора технических наук. В 2014 году был избран членом-корреспондентом НАН Беларуси.

Рубаник В.В. является известным ученым в области физического материаловедения, ультразвуковой обработки материалов. Им создана научная школа по термоупругим фазовым превращениям при внешних высокоэнергетических воздействиях. Исследования термомеханического поведения сплавов с эффектом памяти формы при ультразвуковом воздействии позволили обнаружить «аномальный» эффект Блага-Лангенекера и впервые осуществить инициирование эффектов памяти формы с помощью ультразвуковых колебаний. Под его руководством исследованы и разработаны новые способы генерации реактивных механических напряжений и задания памяти формы с помощью ультразвуковых колебаний. Фундаментальные исследования легли в основу для разработки передовых технологий обработки сплавов никелида титана, позволяющих получать полуфабрикаты для изготовления изделий технического и медицинского назначения. Созданы научные основы и методы использования мощного ультразвука в различных технологических процессах: пластического деформирования, термической обработки, прессования порошковых материалов, сварки различных материалов и др.

За время научной деятельности Рубаником В.В. опубликовано свыше 700 научных работ, в том числе получено 65 авторских свидетельств на изобретения и патентов, издано 16 монографий и 9 учебных пособий. Под его научным руководством защищены 4 кандидатские и 1 докторская диссертации. Он является членом специализированного совета по защите кандидатских диссертаций при УО «Витебский государственный технологический университет» (ВГТУ), членом Общего собрания НАН Беларуси, научного совета БРФФИ, экспертного совета ВАК Беларуси «Машиностроение и металлургия», членом редакционной коллегии ряда материаловедческих журналов Беларуси и России. На общественных началах

руководит совместной с ВГТУ лабораторией «Перспективные материалы и технологии».

Рубаник В.В. является заместителем председателя и руководителем по Беларуси Межгосударственного координационного Совета (МКС) по физике прочности и пластичности материалов, под эгидой которого ежегодно выступает председателем организационного комитета проводимых на базе ИТА НАН Беларуси научно-технических мероприятий:

– Международной конференции «Актуальные проблемы прочности» (2007, 2010, 2012 и 2018 гг.);

– Международного симпозиума «Перспективные материалы и технологии» (2008, 2009, 2011, 2013, 2015, 2017 и 2019 гг.);

– Международной научной конференции «Сплавы с эффектом памяти формы» (2014 г.).

– Международной научной конференции «Техническая акустика: разработки, проблемы, перспективы» (2016 г.).

Рубаник В.В. имеет тесные творческие научные связи в области физического материаловедения, физики прочности и пластичности с ведущими академическими и учебными институтами стран СНГ, зарубежными научными центрами (США, Португалия, Германия, Турция, Литва, Китай, Индия, Вьетнам, Южная Корея, Египет и др.). Является руководителем ряда научных тем, выполняемых в рамках государственных программ научных исследований, БРФФИ, региональной программы «Инновационное развитие Витебской области» и хозяйственных договоров; председателем научно-технического совета по РНТП «Инновационное развитие Витебской области». Реализация программы обеспечивает создание новых производств на действующих предприятиях, способствует технологическому обновлению предприятий, активизации их инновационной деятельности, а также расширению участия академической, вузовской и отраслевой науки в решении первоочередных проблем региона.

В 2014 году за многолетний плодотворный труд, достижение высоких творческих показателей, значительный личный вклад в развитие научной деятельности Рубаник В.В. был награжден государственной наградой - медалью Франциска Скорины. Также является лауреатом премии Национальной академии наук Беларуси (2008 г. и 2017г.), награждался Почетной грамотой Совета Министров Республики Беларусь, памятным знаком «В честь основания Национальной академии наук Беларуси», Почетной грамотой Национальной академии наук Беларуси, Почетными грамотами различных министерств и ведомств, Дипломом Международного Алфёровского фонда поддержки образования и науки. В 2018 году стал первым белорусом, награжденным Почетной Медалью им. академика Г.В. Курдюмова «За выдающиеся заслуги в области физического металловедения».

В Рубанике В.В. гармонично сочетаются качества талантливого организатора и ученого, педагога. Ему всегда присущ высокий профессионализм, эрудиция, трудолюбие, доброжелательность к людям и высокая требовательность к себе!

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ МАЛОЦИКЛОВОЙ УСТАЛОСТИ ОБРАЗЦОВ ИЗ СПЛАВА IN718 ПРИ ВЫСОКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ

Бабенцова Л.П., Анциферова И.В.
Пермский национальный исследовательский политехнический университет

Аннотация
В данной работе представлены экспериментальные данные, полученные по результатам испытаний на малоцикловую усталость (МЦУ) образцов из сплава Inconel 718, полученных методом селективного лазерного спекания на установке Eosint M280.
Ключевые слова: Малоцикловая усталость (МЦУ), сплав Inconel 718, селективное лазерное спекание (СЛС).

ВВЕДЕНИЕ

Порошок IN718 является одним из перспективных сплавов для изготовления как корпусных деталей малоэмиссионных камер сгорания газовой турбины, так и смесителей фронтового устройства, поэтому, сегодня так остро стоит вопрос о его применении в машиностроении. Порошок NickelAlloy Inconel 718 (IN718) является тепло- и коррозионностойким никелевым сплавом фирмы EOS. Характеризуется хорошей прочностью на растяжение, усталость, ползучесть и разрыв при температурах до 700°C (1290 °F)[1-4].

Цель работы - провести экспериментальные исследования по оценке долговечности и прочности образцов, полученных селективным лазерным спеканием в условиях малоцикловой усталости в интервале рабочих температур.

МЕТОДИКА ИСПЫТАНИЙ

Заготовки были получены методом селективного лазерного спекания на установке EOSINT M280 из сплава Inconel 718 и выращивались в направлении, перпендикулярном слоям. Заготовки прошли термообработку по режиму: закалка при (980±10) °C , выдержка 1ч., охлаждение на воздухе (аргон); старение при (720±10) °C , выдержка 8ч., охлаждение с печью до 620°C 2ч., далее выдержка при (620±10) °C , 8ч, охлаждение на воздухе (аргон).

Образцы для испытаний были получены из заготовок посредством механической обработки и полирования. Длина образца 60 мм, диаметр заготовки 12 мм (рис.1).



Рисунок 1 - Гладкий образец круглого сечения тип II для испытаний на МЦУ

Образцы были испытаны на МЦУ при осевом нагружении («жесткий» цикл - с контролируемой деформацией в цикле) при температурах: 20, 450, 650 и 700 °C.

Испытания на МЦУ были проведены на высокотемпературном экстензометре LFMZ-50 с базой 12.5 мм в соответствии с ГОСТ 25.502, ASTM E606.

Для нагрева образцов использовали штатные печи электросопротивления. Режимы нагружения имели следующие параметры: форма цикла - синусоидальная; частота f=0,6 Гц; контролируемые параметры цикла - минимальная $\varepsilon_{мин.}$ и максимальная $\varepsilon_{макс}$ деформации в цикле. Разделение образца на части считалось его разрушением и испытание прекращалось. Для построения кривых МЦУ (по размаху деформации Δ_ε в цикле) обработка экспериментальных данных происходила в соответствии с рекомендациями [5].

ПОЛУЧЕННЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

В результате испытаний образца (при заданных значениях температуры T, коэффициента асимметрии цикла R_ε и размаха деформации в цикле Δ_ε) определялось число циклов до разрушения *Nf* для каждого цикла нагружения, по которым затем определялись значения напряжений $б(N)_{макс}$/ и $б(N)_{мин}$/ в цикле с номером *N= Nf/2.*

На рисунках 2, 3 и 4 показаны экспериментальные данные и кривые МЦУ как зависимость числа циклов до разрушения *Nf* от размаха деформации в цикле Δ_ε.

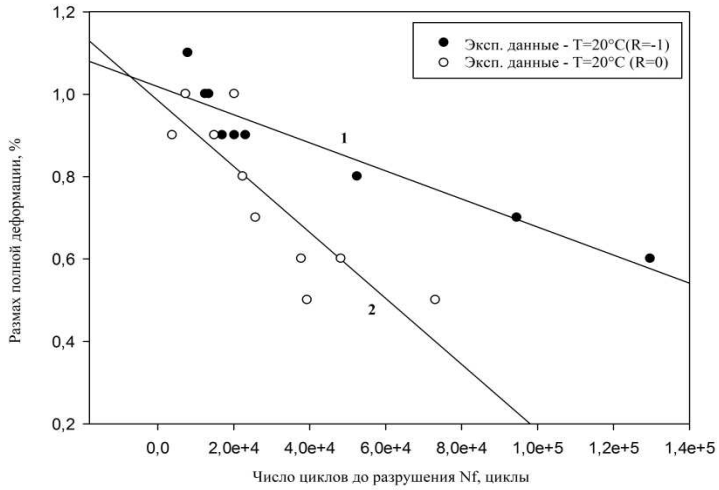


Рисунок 2 - Зависимость числа циклов до разрушения *Nf* от размаха деформации в цикле Δ_ε. T=20°C (1 - R_ε=-1; 2 - R_ε=0)

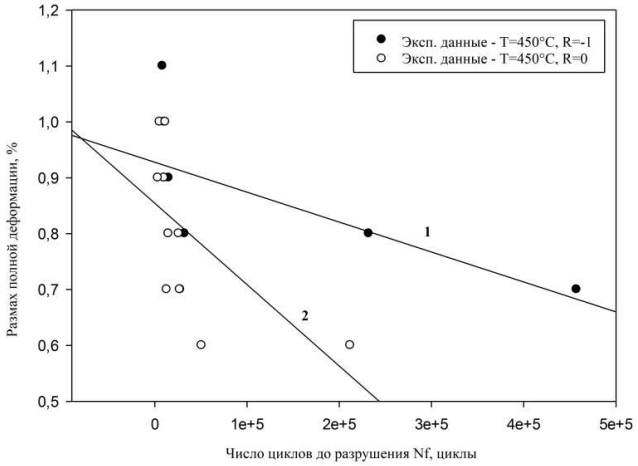


Рисунок 3 - Зависимость числа циклов до разрушения *Nf* от размаха деформации в цикле Δ_ε. T=450°C (1 - R_ε=-1; 2 - R_ε=0)

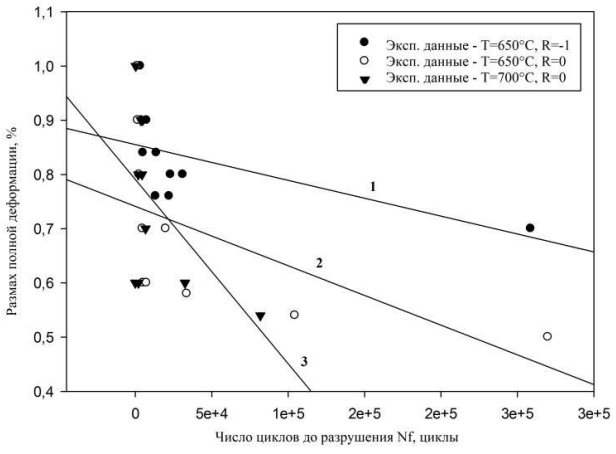


Рисунок 4 - Зависимость числа циклов до разрушения *Nf* от размаха деформации в цикле Δ_ε. T=650°C (1 - R_ε=-1; 2 - R_ε=0); T=700°C (3 - R_ε=0)

Как следует из рисунков 2, 3 и 4 разрушение образца при симметричном цикле (R_ε=-1) происходит при более высоких значениях размаха деформации в цикле Δ_ε при температурах 20°С, 450°С и 650°С, чем при испытаниях с коэффициентом асимметрии R_ε=0 при температуре 700°С. Образование трещины и начало разрушения при циклическом нагружении характеризуется резким нестабильным падением значения максимальной приложенной нагрузки и снижением напряжения.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

На основании испытаний образцов, полученных селективным лазерным спеканием, на малоцикловую усталость в условиях осевого нагружения при различных температурах 20 °С (с коэффициентом асимметрии цикла R_ε= -1, R_ε=0), 450 °С (R_ε= -1, R_ε=0), 650 °С (R_ε= -1, R_ε=0) и 700 °С (R_ε=0) установлено:

1. Разрушение образца при симметричном цикле (R_ε=-1) происходит при более высоких значениях размаха деформации в цикле Δ_ε при температурах 20°С, 450°С и 650°С, чем при испытаниях с коэффициентом асимметрии R_ε=0 при температуре 700°С.
2. Сплав IN718 обладает высокими механическими свойствами при статическом и циклическом деформировании, что обеспечивает долговечность и надежность конструкции в условиях циклической нагрузки при различных рабочих температурах.

СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. А.М.Кулиш, А.И.Мисюров. Изучение особенностей формирования структуры и свойств образцов из сплава in718 при выращивании методом коаксиального лазерного плавления. Всероссийская научно-техническая конференция студентов Студенческая научная весна 2016: Машиностроительные технологии.
2. Zemin Wang, Kai Guan, and Ming Gao. The microstructure and mechanical properties of deposited-IN718 by selective laser melting // Journal of Alloys Compounds, 513 (2012), 518–523.
3. K.N. Amato, S.M. Gaytan, and L.E. Murr. Microstructures and mechanical behavior of Inconel 718 fabricated by selective laser melting.// Acta Materialia, 60 (2012), 2229–2239.
4. I.V. Antsiferova, L.P. Babentsova, S.V. Komarov. Research of the quality of obtaining stocking from stainless steel by selective laser sintering// Research Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences. - 2018. - №9(3). - P. 162-171
5. Методические рекомендации по определению расчетных значений характеристик конструкционной прочности металлических материалов. - М., Авиаиздат, 2013, 38с [Advisory Circular AVIAREGISTER IAC - № RC- AP-33.15-1].

Сведения об авторах

1. Анциферова Ирина Владимировна, доктор технических наук, профессор кафедры менеджмент и маркетинг, профессор кафедры материалов, технологий и конструирования машин Пермского национального исследовательского политехнического университета.

E-mail: iranciferova@yandex.ru. Тел.: 89128810067

2. Бабенцова Людмила Павловна, аспирант кафедры материалов, технологий и конструирования машин Пермского национального исследовательского политехнического университета.

E-mail: lydmila.babencova@yandex.ru. Тел.: 89082401403

ОБОСНОВАНИЕ СОСТАВА ТЕРМОСТОЙКОГО ПРОВОДНИКОВОГО АЛЮМИНИЕВО-ЦИРКОНИЕВОГО СПЛАВА С ПОВЫШЕННЫМ СОДЕРЖАНИЕМ Fe и Si

Белов Н.А., Короткова Н.О.
НИТУ «МИСиС, Москва, Россия, nikolay-belov@yandex.ru

В связи с постоянным ростом потребления электроэнергии, связанным с увеличением доли применения автоматического оборудования и электронных устройств, в том числе в бытовых условиях, имеется потребность в увеличении пропускной способности воздушных линий электропередач (далее ВЛ). На данный момент для повышения пропускной способности ВЛ используются низколегированные алюминиевые сплавы с добавкой циркония [1,2], которые обладают более высокой термической стабильностью, чем традиционные марки проводниковых алюминиевых сплавов (А5Е, 8076, АВЕ, 6201 и др.). Назначение добавки циркония (0,2–0,4 масс.%) состоит в том, чтобы сформировать в конечной структуре наночастицы фазы Al_3Zr ($L1_2$), которые позволяют резко повысить температуру рекристаллизации [3]. При этом концентрация циркония в алюминиевом твердом растворе (далее (Al)) должная быть минимальной (это относится и ко всем другим элементам, которые входят в состав проводниковых сплавов), что достигается за счет оптимизации режима деформационно-термической обработки (далее ДТО). Следует отметить, что проводниковые сплавы имеют существенные ограничения по примесям, что не позволяет использовать для их производства вторичное сырье, за исключением лома и отходов по ГОСТ Р 54564-2011 групп А1, А2, А3, А4 (в виде строительных профилей и конструкций из сплавов 6063 и 6061). А поскольку вторичное сырье позволяет существенно снизить себестоимость готовой продукции, то изучение возможностей его использования для проводниковых Al-Zr сплавов представляется весьма актуальным. Ключевым вопросом при решении этой задачи является научное обоснование связывания примесей (в частности, Fe и Si) в фазы с благоприятной (не игольчатой) морфологией и минимизация их концентраций в (Al). Другой проблемой применительно к проводниковым сплавам является повышение их прочностных свойств при сохранении достаточной удельной электропроводности (УЭП). Для решения этой задачи целесообразно рассмотреть более сложные системы легирования, что требует анализа соответствующих фазовых диаграмм.

В данной работе расчетным и экспериментальным путем проведен количественный анализ фазового состава сплавов системы Al-Zr-Fe-Si, что позволило выявить концентрации, при которых достигается минимальная легированность (Al). Анализ политермического разреза, рассчитанного при 1% Fe и 0,3% Zr (рис.1а), показывает, что полное связывание железа в фазу Al_8Fe_2Si, обладающей наилучшей морфологией среди железистых фаз, реализуется при 0,2-0,5%% Si.

Для экспериментального изучения результатов расчетного моделирования фазового состава было выбрано 20 модельных сплавов, содержащих постоянную концентрацию железа (1%) и переменные концентрации кремния (до 1%) и циркония (до 0,7%). На примере модельных сплавов этой четверной установлена зависимости УЭП от концентраций Si и Zr при разных режимах ДТО. Обнаружено положительное влияние кремния в количестве 0,2-0,3 мас. % на сочетание УЭП и твердости Al-Zr сплавов после термической обработки в интервале 400-450 ^oC. Это позволило обосновать технологические режимы литья и ДТО сплавов системы Al-Fe-Si-Zr, позволяющие изготавливать деформированные полуфабрикаты прокаткой и волочением со структурой, содержащей алюминиевую матрицу с содержанием кремния до 0,1 мас. % и равномерно распределенными частицами фазы Al_8Fe_2Si со средним поперечным размером не более 1 мкм.

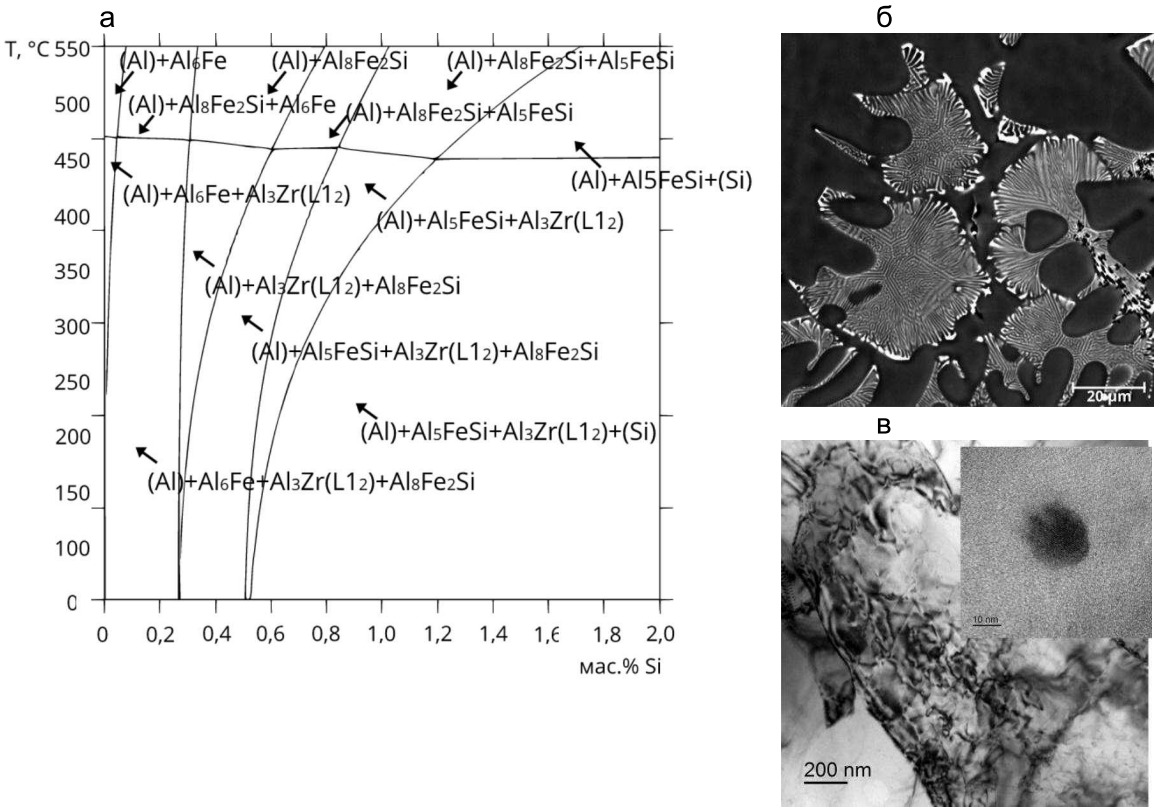


Рисунок 1- Фрагмент политермического сечения системы Al-Fe-Si-Zr при 1% Fe и 0,3%Zr (а), структура литого сплава Al-1%Fe-0,5%Si-0,3%Zr (б) и наночастицы Al_3Zr в горячекатаном листе этого сплава (б)

По результатам измерений УЭП и твердости, полученных на модельных сплавах, для более детального анализа были выбраны и получены экспериментальные образцы четырех сплавов системы Al-Fe-Si-Zr, химический состав которых приведен в табл.1. В лабораторном технологическом эксперименте участвовали образцы в трех последовательных состояниях – литом, после горячей деформации и после холодной деформации. Все три состояния моделировали каждое в отдельности: литую заготовку трапецеидального сечения, катанку и проволоку. Целью эксперимента являлось моделирование производственного процесса получения проволоки в лабораторных условиях и изучение влияния температурного и деформационного параметров на физико-механические свойства литых и деформированных полуфабрикатов.

Таблица 1- Химический состав отобранных экспериментальных сплавов Al-Fe-Si-Zr

№ п/п	Обозначение	Концентрация элемента, мас.%			
		Zr	Si	Fe	Al
1	103000	0,28	0,11	0,87	Основа
2	103025	0,18	0,28	1,06	
3	103050	0,18	0,52	1,05	
4	103100	0,37	1,11	1,13	

Проведенное экспериментальное исследование физико-механических свойств сплавов, приведенных в табл.1, показало, что добавка Zr около 0,2 мас.% в присутствии 0,3 мас. % Si позволяет достичь эффекта упрочнения сопоставимого со сплавом, легированным 0,3 мас.% Zr, при этом потеря прочности при нагреве до 300°С в течение 1 часа составляет менее 10%. Также методом МРСА выявлено, что при введении 0,3 мас.% Si его содержание в (Al) составляет менее 0,1 мас. %. Добавка около 0,5 мас. % Si приводит к большей легированности (Al), что приводит к снижению

УЭП. По совокупности полученных данных в сплавах с повышенным содержанием Fe в оптимальная концентрация кремния составляет 0,2-0,3 масс.%., По результатам ПЭМ в структуре горячекатаного образца, имитирующего катанку, выявлены частицы фазы Al_3Zr модификации $L1_2$ в состоянии отжига при температуре 400 ^oC в течение 1 часа (рис.1в,г).

По результатам проведенных экспериментальных исследований был выбран и приготовлен сплав следующего состава: Al-1%Fe-0,3%Zr-0,25%Si (АЖ0,3ЦК). При выборе данного состава и режима ДТО исходили из того, чтобы полностью связать железо и кремний в фазу Al_8Fe_2Si которая обладает благоприятной морфологией, (рис.1б), а цирконий – в наночастицы фазы $L1_2$ (рис.1в). Из сплава АЖ0,3ЦК был получен слиток диаметром 60 мм, а из него методом радиально-сдвиговой прокатки – пруток диаметром 9 мм, что соответствует типичному диаметра катанки, используемой на кабельных заводах. Из данного прутка была получена проволока, диаметром 1 мм, свойства которой приведены в табл.2.

Таблица 2 - Свойства проводниковых сплавов АЖ0,3ЦК и (проволока)

Сплав	УЭП		Механические свойства[1]		
	МСм/мм	IACS	$\sigma_в$, МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ, %
АЖ0,3ЦК	32,3	56	179	162	6
Al-0,3%Zr	34,2	58	172	150	6

[1]после нагрева при 300^0C в течение 1 часа

С учетом того, что доля фазы Al_8Fe_2Si в сплаве АЖ0,3ЦК составляет около 4 об.%, то значение УЭП близко к максимально возможному уровне. По механическим свойствам и термостойкости сплав АЖ0,3ЦК не уступает алюминиево-циркониевым сплавам, приготовленных на первичном алюминии. Таким образом, показана принципиальная возможность создания термостойких алюминиевых сплавов с повышенным содержанием железа и кремния, что позволяет использовать для их производства достаточно большую долю вторичного сырья.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. ГОСТ Р МЭК 62004-2014. Проволока из термостойкого алюминиевого сплава для провода воздушной линии электропередачи. М.: Стандартинформ, 2015.

2. T. Knych, M. Piwowarska, P. Uliasz. Studies on the process of heat treatment of conductive AlZr alloys obtained in various productive processes. Archives of metallurgy and materials. - 2011. - Vol. 56.- P. 685-692.

3. N. A. Belov, A. N. Alabin, I. A. Matveeva, D. G. Eskin Effect of Zr additions and annealing temperature on electrical conductivity and hardness of hot rolled Al sheets. Trans. Nonferrous Met. Soc. China. – 2015. -No 25. - P. 2817-2826.

4. Белов Н.А. Фазовый состав промышленных и перспективных алюминиевых сплавов. – М.: МИСиС, 2010.

СТРУКТУРА ЭЛЕКТРОВЗРЫВНОГО ПОКРЫТИЯ СИСТЕМЫ CuO-Ag

Московский С.В., Романов Д.А., Громов В.Е.
Сибирский государственный индустриальный университет, Новокузнецк, Россия,
psk-svm@yandex.ru

Безопасность работы энергосистем, снижение потерь электроэнергии и экономия материальных ресурсов во многом определяется надежностью электрических контактов. Надежность электрических контактов обуславливает эффективность эксплуатации энергетического и промышленного оборудования, и в целом мировой энергосистемы. Из-за некачественных контактов происходит их нагрев, возрастают потери электроэнергии и возникают аварийные ситуации. По данным национальной ассоциации спасательных и экологических организаций 50% возгораний на промышленных предприятиях и в жилом фонде происходит из-за неисправности электроустановок, при этом 50% пожаров электрооборудования обусловлено отказами электрических контактов.

Объектом исследований являлись медные контакты контактора КПВ-604, на контактных поверхностях которых электровзрывным методом было сформировано системы CuO-Ag. В качестве взрываемого токопроводящего материала была использована фольга серебра массой 250 мг, на поверхность которой в область взрыва помещалась навеска порошка CuO массой 120 мг. Время воздействия плазмы на поверхность образца ~100 мкс, поглощаемая плотность мощности на оси струи ~5,5 ГВт/м^2, давление в ударно-сжатом слое вблизи облучаемой поверхности ~12,5 МПа, остаточное давление газа в рабочей камере ~100 Па; температура плазмы на срезе сопла ~10^4 К, толщина зоны термического влияния ≈50 мкм. Структуру и морфологию покрытия и прилегающего слоя подложки анализировали методами сканирующей (прибор Carl Zeiss EVO50) с приставкой для рентгеноспектрального анализа EDAX и атомно-силовой микроскопии (прибор Solver NEXT). Испытания на электроэрозионную стойкость покрытий в условиях дуговой эрозии проводили на контактах электромагнитных пускателей марки CJ20 при переменном токе и индуктивной нагрузке в соответствии с требованиями режима испытаний АС-3 на коммутационную износостойкость при работе в трехфазной цепи со значением низкого напряжения 400/230 В, частотой 50 Гц для током до 320 А и cosφ = 0,35 и числе коммутационных циклов 6000.

Методами сканирующей электронной микроскопии проведены исследования структуры и элементного состава поперечного шлифа системы «покрытие/подложка» сформированной электровзрывным методом. Анализ полученных результатов показывает, что сформированное покрытие является однородным по структуре композиционным материалом. По морфологии структуры и контрасту травления формирующееся покрытие состоит из светлой серебряной матрицы и темных включений CuO с размерами, изменяющимися в пределах от 0,3 до 0,5 мкм. Элементный состав покрытия анализировали методами микрорентгеноспектрального анализа. Анализируя результаты можно отметить, что концентрации меди, кислорода и серебра в покрытии незначительно изменяются по его толщине. Этот факт также свидетельствует о структурной однородности полученного покрытия.

Атомно-силовую микроскопию проводили в слое покрытия, расположенном на расстоянии 10 мкм от поверхности покрытия, а также на границе раздела между покрытием и медной подложкой. Поскольку электровзрывное покрытие образовано серебряной матрицей и расположенными в ней частицами порошка CuO, то мелкие частицы порошка CuO могут выкрашиваться из матрицы при приготовлении шлифа. В этом случае на месте выпавших частиц образуются поры глубиной от 30 до 100 нм и шириной от 2 до 5 нм. Частицы CuO диспергируется до 2…5 нм в процессе электрического взрыва при формировании импульсной плазменной струи продуктов электрического взрыва проводников.

Также выявляются отдельные крупные частицы различной формы с размерами от 10 до 15 нм. Эти частицы CuO не выкрашиваются из серебряной матрицы при

приготовлении шлифа, резко выделяются цветом (они более светлые по сравнению с матрицей). Они хаотически расположены в серебряной матрице. Крупные частицы имеют сложное строение. Характерными структурными единицами, из которых они состоят являются сферы (глобулы) диаметром от 2 до 5 нм (это мелкие сферические частицы, описанные выше). Соотношение серебряной матрицы, крупных и мелких частиц порошка CuO составляет 0,6:0,15:0,25. Если учесть, что крупные частицы CuO состоят из более мелких глобулярных частиц CuO, то соотношение серебряной матрицы и включений порошка CuO составляет 0,6:0,4. Это соотношение пропорционально содержанию порошка CuO и серебряной фольги, используемых для электровзрывного напыления. Средняя шероховатость профиля поверхности покрытия системы CuO-Ag составляет 100 нм.

Таким образом удалось выявить важный структурный элемент – глобулу CuO, частицу сферической формы диаметром от 2 до 5 нм. Налицо многоуровневая иерархическая структура покрытия системы CuO-Ag в основе которой лежат однотипные сферические частицы CuO диаметром от 2 до 5 нм. Единая структурная единица, из которой состоят включения CuO, расположенные в серебряной матрице – очень важный аргумент в пользу фрактального механизма формирования электровзрывного покрытия. Такие частицы составляют первый иерархический уровень структуры электровзрывного покрытия системы CuO-Ag. Второй иерархический уровень составляют глобулы крупные частицы различной формы с размерами от 10 до 15 нм, которые в свою очередь, формируют седимент частицы микронных размеров неправильной формы, выявленные методом сканирующей электронной микроскопии.

На границе раздела между покрытием и медной подложкой различимы темные впадины размером от 10 до 15 нм. Из них выкрошились крупные частицы CuO, о которых речь шла выше. Кроме того на границе раздела покрытие/подложка в серебряной матрице возникают поверхностные периодические структуры (ППС). Секущая, проведенная перпендикулярно данным структурным образованиям дает основание утверждать, что длинна волны в них составляет в среднем 3 нм. Структуры представляют собой остаточный нанорельеф поверхности. После окончания воздействия импульсной плазменной струи продуктов электрического взрыва проводников на подложку и остывания поверхности наведенный рельеф закрепляется в виде ППС. Конкретными процессами их образования могут быть испарение, оплавление поверхности и вытеснение расплава избыточным давлением паров, термокапиллярные явления и термохимические реакции, термические деформации, возникновение и развитие различных неустойчивостей, таких как Релея-Тейлора, Кельвина-Гельмгольца, Марангони и др. В целом явление носит универсальный характер и представляет собой пример самоорганизации в системе, где изначально отсутствуют выделенные направления и структуры. Энергетические режимы получения ППС соответствуют нагреву материала до температуры, примерно равной температуре плавления (нижний предел), но не выше температуры развитого испарения. Именно такой режим был использован при электровзрывном напылении в настоящей работе.

Профилометрия поверхности показала, что параметр шероховатости электровзрывного покрытия системы CuO-Ag составляет 73 нм. Максимальный выступ профиля в этом случае достигает значения 536,85 нм, а впадина – 497,5нм. Сравнивая параметры шероховатости на границе электровзрывного покрытия с подложкой со значением параметра шероховатости в слое покрытия, расположенном на расстоянии 10 мкм можно отметить, что они отличаются на 28 %. На рис. 3, *а* 35 % фотографии занимает подложка, а 65 % – покрытие. Это дает основание заключить, что шероховатость подложки ниже шероховатости покрытия. Это является закономерным, поскольку из-за выпавших из серебряной матрицы включений CuO параметр шероховатости покрытия увеличивается.

Механизм сборки такого сложного многоуровневого CdO в серебряной матрице можно представить следующим образом. Единый размер r_1 сферических частиц CdO первого уровня иерархии может быть объяснен в рамках модели диффузионно-лимитированной агрегации по механизму диффузионно-лимитируемой агрегации

«частица-кластер». В кластер, который превратится затем в сферу диаметром от 2 до 5 нм, собираются плазменные компоненты многофазной струи продуктов электрического взрыва проводников, распределенные в некотором эффективном объеме на некотором эффективном пространстве интерфейса подложки того же размера. Следует отметить, что размер эффективного объема, в котором происходит образование заготовок сферических частиц первого уровня иерархии, будет зависеть от состава взрываемых проводников и температуры. Образование кластеров CdO происходит только на начальной стадии воздействия импульсной плазменной струи на подложку. На следующей стадии роста механизм агрегации «частица-кластер» перестает действовать, но размеры кластеров увеличиваются. Рост начинается одновременно и заканчивается синхронно по исчерпании нахождения CdO в плазменном состоянии, кластеры превращаются в частицы практически одинаковых размеров (при обсуждаемых условиях это сферы диаметром от 2 до 5 нм). Размеры частиц недостаточно велики, чтобы гравитационные силы могли доминировать. Иными словами: имеет место метастабильное состояние, в котором сферы диаметром от 2 до 5 нм поддерживаются во взвешенном состоянии в основном за счет броуновского движения и сил межмолекулярного взаимодействия с другими компонентами расплавленного металла. Под действием броуновских сил сферы продолжают хаотическое движение, которое стимулирует их агломерацию. Самосборка частиц первого иерархического уровня приводит к образованию второго иерархического уровня глобул размером r_2 от 10 до 15 нм. Образование этого иерархического уровня происходит в основном по кластер-кластерному механизму. Далее такие глобулярные частицы могут укрупняться за счет слипания в частицы микрометрового диапазона.

Таким образом, предложен механизм образования иерархических уровней структуры электровзрывных покрытий системы CuO-Ag. Путем сопоставления изображений атомно-силовой микроскопии поверхности слоев электровзрывных покрытий системы CuO-Ag установлены типичные размеры первого и второго иерархических уровней структуры, которые при использованных условиях напыления составляли от 2 до 5 нм и от 10 до 15 нм соответственно. Механизм самосборки иерархических наноструктур основан на теоретических представлениях образования и эволюции фрактальных агрегатов при диффузионно-лимитируемой и кластер-кластерной агрегациях. Такие электровзрывные покрытия используются для создания контактов переключателей мощных электрических сетей.

На границе покрытие/подложка обнаружены поверхностные периодические структуры с длинной волны в среднем 3 нм. Они представляют собой остаточный нанорельеф поверхности, возникший после окончания воздействия импульсной плазменной струи продуктов электрического взрыва проводников на подложку и остывания поверхности.

Исследование выполнено при поддержке гранта Российского научного фонда (проект № 18-79-00013).

ЭЛЕКТРОВЗРЫВНЫЕ ПОКРЫТИЯ СИСТЕМЫ Ag-W ДЛЯ ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ КОНТАКТОВ СИЛОВОГО ШАХТНОГО ОБОРУДОВАНИЯ

Романов Д.А., Московский С.В., Громов В.Е.
Сибирский государственный индустриальный университет, Новокузнецк, Россия, romanov_da@physics.sibsiu.ru

Электрической эрозии, то есть разрушению токопроводящего материала под действием электрических разрядов, подвержены многие металлические контакты. Как известно, величина эрозионного разрушения падает с возрастанием температуры плавления материала. Нанесение покрытий из тугоплавких материалов на контакты позволяет вместе с сохранением электропроводности защитить их от электрической эрозии, тем самым продлевая срок службы данных изделий.

В настоящее время ученые располагают различными методами нанесения покрытий с помощью концентрированных потоков энергии: нанесение гальванических покрытий, газотермический метод, метод электронно-лучевого испарения–конденсации в вакууме метод нанесения защитных покрытий плазменным распылением, метод ионноплазменного нанесения покрытий и др.

Немалую роль в современном развитии методов формирования защитных покрытий играет электровзрывное напыление. Электровзрывное напыление – это метод нанесения упрочняющих покрытий из продуктов электрического взрыва фольги и порошковых навесок на поверхность материалов. Этот метод позволяет получать на металлической подложке модифицированный материал с повышенными прочностными, дюрометрическими и трибологическими свойствами. Упрочнение достигается за счет формирования покрытий с образованием мелкодисперсных фаз в вязкой металлической матрице.

Таким образом, целью данной работы является изучение покрытий системы Ag-W, полученных с помощью электровзрывного напыления на медных контактах.

В данном исследовании на подложку из меди (контакты КПВ-604) были нанесены композиционные покрытия системы Ag-W методом электровзрывного напыления на электровзрывной установке ЭВУ 60/10 (Сибирский государственный индустриальный университет, г. Новокузнецк). Электровзрывная установка имеет следующие параметры плазмы, формирующейся при электрическом взрыве серебряной фольги с навеской порошка вольфрама: время воздействия плазмы ~ 100 мкс, поглощаемая плотность мощности на оси струи ~ 8,2 ГВт/м^2, давление в ударно-сжатом слое вблизи поверхности ~18,8 МПа.

Была применена торцевая схема взрыва, для того чтобы повысить интенсивность теплового воздействия на поверхность материала до ее оплавления и обеспечить этим условия для напыления. Серебряная фольга массой 0,2463 г зажималась между коаксиальными электродами, на которые через вакуумный разрядник подавалось регулируемое напряжение. На серебряную фольгу насыпался порошок вольфрама массой 0,434 г. Покрытия нанесены при тепловом воздействии, вызывающем нагрев поверхности подложки до температуры плавления при трех различных режимах энергетического воздействия, отличающихся значениями поглощающей плотности мощности на коаксиальных электродах: U_1 = 2,4 кВ, U_2 = 2,5 кВ, U_3 = 2,6 кВ. При разряде емкостного накопителя периферийная область фольги, прилегающая к внешнему электроду-соплу, становится источником конденсированной фазы продуктов взрыва, а участок фольги над центральным электродом, куда засыпается порошок вольфрама, работает как источник ионизированного пара.

После проведенного электровзрывного напыления полученные при различных режимах образцы были исследованы на микротвердость по методу Виккерса (микротвердомер HVS-1000A). Нагрузка была постоянной для всех режимов и составляла 0,05 HV. Исследование структуры прямых шлифов было проведено на металлографическом микроскопе Olympus GX-51. Исследование пористости покрытия и зоны термического влияния образцов производили на атомно-силовом микроскопе NT-MDT Solver «NEXT.

С помощью программы Image Analysis 3.5, встроенной в интерфейс программного обеспечения атомно-силового микроскопа был проведен анализ шероховатости покрытия, слоя с измененным состоянием и материала подложки (меди), изучено распределение высоты рельефа поверхности прямого шлифа в зависимости от расстояния.

При анализе структуры на металлографическом микроскопе поперечного сечения всех трех образцов, выявлено формирование многослойной структуры, которая состоит из низкопористого покрытия, незначительно варьирующей толщины, слоя жидкофазного легирования и слоя термического влияния. Толщина покрытия равна 49,04 ± 0,7 мкм для режима 1, 68,5 ± 0,9 мкм для режима 2 и 61,26 ± 0,6 мкм для образца 3. Измерение толщины покрытий произведено с помощью метода вертикальных секущих.

Покрытия при режимах 2 и 3 получились более однородные по ширине, чем при режиме 1, что может быть объяснено, соответственно, более высокой температуры струи и, значит, скорость диффузии покрытия с подложной до охлаждения оказалась выше.

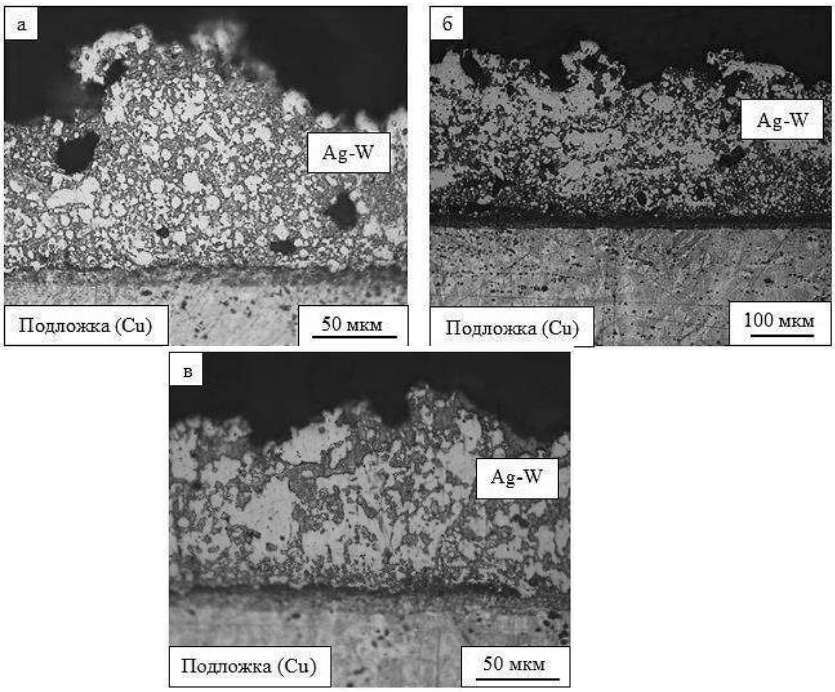


Рисунок 1 - Структура поперечных сечений электровзрывных покрытий системы Ag-W-Cu, полученных при различных режимах обработки (а – режим 1, б – режим 2, в – режим 3)

Из рисунка 1 видно, что при первом режиме обработки в покрытии имеются поры размером от 3-х до 30 мкм. При режиме обработки 2 размер пор уменьшается, по сравнению с режимом 1. Среднее значение размера пор при втором режиме составляет 16 мкм. При третьем режиме обработки средний размер пор составляет 8 мкм. Таким образом, с увеличением поглощающей плотности мощности средний размер пор в покрытии системы Ag-W уменьшается.

Среднее значение толщины слоя с измененным состоянием между покрытием и подложкой равно 14 мкм для режима 1, 18,5 мкм для режима 2 и 20 мкм для режима 3. Ширина слоя измененного состояния между подложкой и покрытием растет по мере увеличения значений поглощающей плотности мощности на коаксиальных электродах.

Анализ переходного слоя между покрытием и подложкой показал, что граница не является ровной. Формируется зона взаимного смешивания покрытия с подложкой. Анализируя данные сравнительной гистограммы, можно сделать вывод о том, что режим обработки № 2 имеет максимальное среднее значение микротвердости слоя покрытия, по сравнению с другими исследуемыми режимами. Оно составляет 457,5 ± 55,2. В подложке значения микротвердости меньше, по сравнению со слоем

покрытия, и составляют 119,4 ± 2,5 HV и 122,0 ± 3,3 HV на расстоянии 5 и 40 мкм от покрытия, соответственно.

Также важно отметить, что среднее значение микротвердости на расстоянии 5 мкм от покрытия при всех режимах обработки меньше, чем среднее значение микротвердости на 40 мкм от покрытия. Можно сделать предположение, что причиной этому является термическое влияние, которое реализуется при нанесении покрытия системы Ag-W методом элетровзрывного легирования.

Заключительным этапом комплексного исследования закономерностей формирования электровзрывных электроэрозионностойких покрытий системы Ag-W стала атомно-силовая микроскопия покрытия, полученного при оптимальном режиме воздействия.

Атомно-силовое изображение позволило установить, что нанесение методом электровзрывного напыления покрытий системы Ag-W на медный контакт при оптимальном режиме обработки приводит формированию структуры, состоящей из покрытия, слоя измененного состояния и материала подложки. Среднее значение толщины слоя с измененным состоянием, расположенного между покрытием и подложкой, составляет 16 мкм, что коррелирует с данными, полученными при металлографическом анализе.

Высота профиля покрытия выше высоты подложки, а также слоя с измененным состоянием. Наибольшее значение высоты рельефа достигается при 40 мкм. Среднее значение высоты в данной точке равно 661,5 нм – эта точка соответствует границе перехода от слоя с измененным состоянием к слою покрытия.

Изучение шероховатости покрытия, слоя с измененным состоянием и материала подложки (меди) при режиме 2 выявило следующие значения шероховатости. Среднее значение шероховатости подложки равно 25,397 нм. Среднее значение шероховатости слоя с измененным состоянием равно 52,563 нм. Среднее значение шероховатости покрытия равно 75,412 нм. Таким образом, анализ атомно-силового изображения показал, что среднее значение шероховатости покрытия, больше средних значений шероховатости подложки и слоя с измененным состоянием на 50,015 и 22,849 нм, соответственно.

В ходе данной работы по исследованию электровзрывных покрытий системы Ag-W, сформированных на медных контактах КПВ-604, были подобраны режимы напыления и массы навесок порошка Ag-W, нанесены покрытия методом электровзрывного напыления на медные контакты при различных режимах, проведены металлографические исследования, испытания на микротвердость и атомно-силовая микроскопия полученных покрытий.

Результаты проведения микроиндентирования позволили выявить оптимальный режим напыления (U_2 = 2,5 кВ), при котором слой покрытия имеет наибольшее среднее значение микротвердости, по сравнению с другими исследуемыми режимами. Это значение составляет 457,5 ± 55,2 HV, что в 3,8 раз превышает среднее значение микротвердости в медной подложке. Анализ шероховатости поперечного шлифа при режиме 2 показал, что среднее значение шероховатости покрытия больше средних значений шероховатости подложки и слоя с измененным состоянием на 50,015 нм и 22,849 нм, соответственно.

Таким образом, нанесение покрытий системы Ag-W на медные контакты способствует повышению их механических и физических свойств. Изученные режимы обработки позволяют значительно увеличить микротвердость поверхностного слоя контактов, а также повысить их электроэрозионностойкость за счет наличия в покрытии частиц вольфрама, а также сохранить необходимую электропроводность, чему способствует наличие частиц серебра.

Исследование выполнено при финансовой поддержке Гранта Президента Российской Федерации для государственной поддержки молодых российских ученых – докторов наук МД-89.2019.2.

СТРУКТУРА ПОКРЫТИЯ СИСТЕМЫ ТИТАН-ЦИРКОНИЙ, СФОРМИРОВАННОГО ЭЛЕКТРОВЗРЫВНЫМ МЕТОДОМ НА ПОВЕРХНОСТИ ТИТАНОВЫХ ИМПЛАНТАТОВ

Соснин К.В., Романов Д.А., Громов В.Е.
Сибирский государственный индустриальный университет, Новокузнецк, Россия, k.sosnin@mail.ru

В качестве подложки использовали дентальный имплантат из сплава титана марки ВТ6. Формирование покрытия осуществляли методами электровзрывного легирования с использованием электровзрывной установки ЭВУ 60/10М. С этой целью электрическому взрыву подвергали ниобиевую фольгу массой 850 мг. Продукты взрыва, проходя через графитовое сопло формировали импульсную плазменную струю, которая обеспечивала на поверхности напыляемого образца поглощаемую плотность мощности 2,0 ГВт/м^2. Фронт плазменной струи нагревал поверхность образца до температуры плавления, а конденсированные частицы формировали на ней покрытие. При указанных параметрах воздействия толщина покрытия составляла ≈ 50 мкм. Исследование элементного состава и морфологии структуры поверхности и поперечного шлифа покрытия осуществляли методами сканирующей электронной микроскопии (прибор LEO EVO 50 фирмы Zeiss, Германия). Состояние дефектной субструктуры покрытия изучали методами просвечивающей электронной микроскопии тонких фольг (прибор JEM 2100F JEOL). Фазовый состав и состояние кристаллической решетки покрытия изучали методами рентгеноструктурного анализа (дифрактометр XRD 6000). Физико-механические и трибологические свойства покрытия характеризовали твердостью, модулем Юнга, параметром износа и коэффициентом трения. Трибологические испытания проводили на приборе TRIBOtester (фирма TRIBOtechnic, Франция). Схема испытаний: «диск-палец»; условия испытаний: нагрузка на индентор 8 Н, скорость вращения образца 25 мм/с, длина пути испытания 30 м, радиус трека 2 мм, индентор шарик из твердого сплава ВК8 диаметром 6 мм, испытания проводили при комнатной температуре.

Методами сканирующей электронной микроскопии проведены исследования структуры и элементного состава поперечного шлифа системы «покрытие/подложка» сформированной электровзрывным методом. По морфологии структуры и контрасту травления формирующееся покрытие можно условно разделить на два подслоя. Вблизи границы раздела подслой №1 имеет столбчатое строение; подслой №2 – дендритное строение. Можно предположить, что подслой №2 был сформирован в результате плавления и последующей скоростной кристаллизации поверхностного слоя подложки (сплав на основе титана), инициированным налетающим потоком плазмы, образовавшейся в результате электрического взрыва титановой фольги с распложенным на ней порошком циркония. Подслой №1 является собственно покрытием системы Ti-Zr.

Элементный состав покрытия анализировали методами микрорентгеноспектрального анализа. Микрорентгеноспектральный анализ элементного состава по точкам выявил присутствие, наряду с атомами титана и циркония, атомов других элементов. Наряду с элементами, характерными для сплава на основе титана, в покрытии присутствуют атомы углерода и кислорода. Характерно, что атомы углерода выявлены исключительно в поверхностном слое, а атомы кислорода присутствуют по всей глубине покрытия. Основываясь на результатах элементного анализа можно предположить, что сформированное покрытие является многофазным и должно содержать, наряду со сплавом Ti-Zr, карбидные и оксидные фазы.

Фазовый состав поверхностного слоя покрытия изучали методами рентгеноструктурного анализа. Выполненные исследования выявили присутствие в поверхностном слое покрытия трех фаз: основной является α-модификация сплава TiZr (81,3 объемных %), в существенно меньшем объеме присутствуют оксид циркония ZrO (9,5 объемных %) и карбид титана TiC (9,2 объемных %). Таким образом, полученные методом рентгенофазового анализа результаты хорошо согласуются с

результатами микрорентгеноспектрального анализа. Присутствие в поверхностном слое покрытия оксидной и карбидной фаз обусловлено, очевидно, техническим вакуумом рабочей камеры установки электровзрывного легирования и применением графитового электрода.

Дефектную субструктуру покрытия исследовали методами просвечивающей электронной микроскопии тонких фольг. Фольги готовили методами ионного распыления пластинок, вырезанных из объема образца в поперечном сечении покрытия. Такое расположение фольги позволяло провести анализ структуры материала на различном расстоянии от поверхности покрытия. Слой, формирующий поверхность покрытия, имеет нанокристаллическую структуру, размеры кристаллитов которой изменяются в пределах от 20 нм до 100 нм. Нижележащий слой толщиной до 30 мкм имеет субмикрокристаллическую структуру. Размер кристаллитов, формирующих данный подслой изменяется в пределах от 200 нм до 450 нм. Слой, расположенный на большем удалении от поверхности покрытия, имеет бимодальную структуру. Наряду с кристаллитами, размеры которых изменяются в пределах 200-300 нм, присутствуют кристаллиты, размеры которых составляют десятки нанометров. По мере приближения к зоне контакта покрытия с подложкой относительное содержание наноразмерных кристаллитов увеличивается. Можно предположить, основываясь на результатах микрорентгеноспектрального анализа элементного состава покрытия, что наноразмерные кристаллиты являются окисными фазами на основе титана и циркония.

Физико-механические и трибологические свойства сформированного покрытия характеризовали, определяя твердость, модуль Юнга, параметр износа (величина, противоположная, износостойкости материала) и коэффициент трения. Для электровзрывного покрытия Ti-Zr параметр износа составил 5,5 10^{-4}, $мм^3/Н•м$, коэффициент трения 0,572, твердость 3730 ± 0,495 МПа, модуль Юнга 73,8 ± 6,19 ГПа. Для образца без покрытия параметр износа составил 6,5 10^{-4}, $мм^3/Н•м$, коэффициент трения 0,376, твердость 3630 ± 260 МПа, модуль Юнга 84,3 ± 7,62 ГПа. Формирование покрытия состава Ti-Zr сопровождается незначительным (на 18 %) снижением параметра износа (повышением износостойкости) поверхностного слоя, повышением коэффициента трения в 1,5 раза, незначительным (на 3%) повышением твердости и снижением модуля Юнга на 14 %.

Таким образом, электровзрывным методом на поверхности дентального имплантата из сплава на основе титана сформировано покрытие состава Ti-Zr толщиной не менее 50 мкм. Установлено, что покрытие является многоэлементным и многофазным. Показано, что наряду с твердым раствором на основе Ti-Zr, в покрытии присутствуют карбидная и оксидная фазы. Обнаружено, что покрытие, сформированное электровзрывным методом, обладает субмикро-нанокристаллической структурой. Выявлено, что формирование покрытия состава TiZr сопровождается (относительно подложки без покрытия) незначительным (на 18 %) снижением параметра износа (повышением износостойкости) поверхностного слоя, повышением коэффициента трения в 1,5 раза, незначительным (на 3%) повышением твердости и снижением модуля Юнга на 14 %.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-32-00075 мол_а.

ИССЛЕДОВАНИЕ БИОИНЕРТНЫХ ЭЛЕКТРОРАЗРЫВНЫХ ПОКРЫТИЙ СИСТЕМЫ Ti-Ta ДЛЯ МЕДИЦИНСКИХ ИМПЛАНТАТОВ

Соснин К.В., Романов Д.А., Громов В.Е.
Сибирский государственный индустриальный университет, Новокузнецк, Россия, k.sosnin@mail.ru

Современные тенденции в области нанесения биопокрытий на поверхность металлических имплантатов заключаются в поиске оптимального набора параметров покрытий, обеспечивающего наибольшую механическую и биологическую совместимость или инертность с костной тканью.

В настоящее время активно развивается подход получения композиционных покрытий с применением перспективной и технологичной методики электровзрывного напыления, позволяющей формировать композиционные покрытия с различной структурой. Варьируя электрофизические параметры электровзрывного напыления и изменяя материал обрабатываемого изделия, можно управлять свойствами, структурой и составом формируемых покрытий. В настоящем исследовании реализован новый подход, заключающийся в синтезе биоинертных электровзрывных покрытий систем Ti-Ta, свойства которых отвечают эксплуатационным требованиям, на поверхности экономичных медицинских имплантатов. Электровзрывные покрытия обладают уникальным комплексом физико-химических и биологических свойств.

Получение биоинертных покрытий системы Ti-Ta реализовано при помощи перспективной методики электровзрывного напыления. Выбраны такие режимы электровзрывного напыления, которые позволят получить минимальную степень шероховатости их поверхности, гомогенизацию и наноструктурирование, повысить износостойкость и получить модуль упругости, сопоставимый с костной тканью человека. Наноструктурирование (размер кристаллитов до 100 нм) поверхностного слоя толщиной в десятки микрометров осуществляться в условиях импульсного переплавления поверхности тартановых имплантатов и покрытия с последующим высокоскоростным охлаждением путем отвода тепла в объем интегрально холодного образца - имплантата. Биоинертные покрытия выбранных системы Ti-Nb нанесены на титановые имплантаты (сплав ВТ1-0) методом электровзрывного напыления на электровзрывной установке ЭВУ 60/10М (Сибирский государственный индустриальный университет, г. Новокузнецк) с использованием титановой фольги (сплав ВТ1-0), а также порошка ниобия с размером частиц 0,1…1,0 мкм. Биоинертные покрытия нанесены в условиях, когда поверхность облучения испытывает оплавление и перемешивание материала имплантата с компонентами многофазной плазменной струи, сформированной из продуктов электрического взрыва фольг и частиц порошковых навесок. Рассматриваемый подход получения биоинертных покрытий является экологически чистым (все процессы протекают в вакуумной камере установки), новым и будет реализован благодаря использованию перспективной методики электровзрывного напыления, позволяющей формировать покрытия с различной структурой. Исследование физической природы и свойств биоинертных покрытий будет на современном оборудовании. Успешное решение сформулированной в проекте фундаментальной задачи требует использования междисциплинарного подхода.

Фундаментальная новизна обусловлена разработкой комплекса физико-математических моделей различных процессов, протекающих при формировании и эксплуатации покрытий. Успешное решение сформулированной в проекте фундаментальной задачи требует использования междисциплинарного подхода. В настоящем исследовании решены следующие основные задачи.

1. В рамках математического моделирования на основе решения граничных задач для системы уравнений Навье-Стокса установлены критические значения параметров напыления, обеспечивающих формирование структуры биоинертных покрытий системы Ti-Ta. Создана математическая модель сформированных биоинертных покрытий системы Ti-Ta в условиях эксплуатации титановых имплантатов в костной ткани.

2. С позиций физики плазмы и электрофизики, опираясь на результаты математического моделирования, проведена оптимизация режимов работы используемой в проекте электрофизической установки, генерирующей потоки плазмы с параметрами, обеспечивающими термокинетические условия для получения биоинертных покрытий системы Ti-Ta с регламентированной структурой.

3. В рамках физического материаловедения выявлены и проанализированы закономерности электровзрывного напыления биоинертных покрытий системы Ti-Ta, проведены исследования структурно-фазовых состояний покрытий, формирующихся в широком интервале значений параметров внешнего воздействия (поглощаемой плотности мощности и состава напыляемого покрытия). Методами металлографии, сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии, рентгеноструктурного анализа проведены исследования фазового и элементного состава, дефектной субструктуры покрытий и переходного слоя между покрытиями и имплантатом.

4. С позиций механики деформируемого твердого тела проведен комплексный анализ физико-механических и трибологических свойств композиционных покрытий (микро- и нанотвердость, модуль Юнга, коэффициент трения, износостойкость в условиях сухого трения), обоснованы критерии выбора практически значимых композиций на основе системы металлов Ti-Ta и оптимизированы режимы электровзрывного напыления.

По результатам выполнения междисциплинарного проекта теоретически и экспериментально выявлены закономерности и вскрыта физическая природа формирования эксплуатационных свойств биоинертных покрытий системы Ti-Ta методом электровзрывного напыления, а также разработаны рекомендации по практическому использованию полученных результатов. Титановые имплантаты с покрытиями систем Ti-Ta испытаны в условиях медицинской клиники.

Полученные покрытия имеют низкий модуль упругости, сопоставимый с костной тканью ~ 15-30 ГПа, что позволит успешно эксплуатировать имплантат длительное время. Кроме того покрытие имеет физико-механические свойства, существенно (в 3–5 раз) превышающие соответствующие свойства материала основы и размытую границу раздела с ней. Последнее определяет полную совместимость покрытия с материалом имплантата и обеспечивает его высокую стойкость к внешнему воздействию. До настоящего времени в мировой литературе отсутствовали сведения о методах и подходах к формированию биоинертных покрытий системы Ti-Ta методом электровзрывного напыления, данные об их структурно-фазовых состояниях и реализуемых свойствах. Следовательно, предлагаемые в проекте методы и подходы являлись оригинальными, а полученные результаты новыми, не имеющими отечественных и мировых аналогов.

Исследование выполнено при финансовой поддержке Гранта Президента Российской Федерации для государственной поддержки молодых российских ученых – кандидатов наук МК-3766.2019.2.

РАЗРАБОТКА ЭКОЛОГИЧЕСКИ ЧИСТОЙ ТЕХНОЛОГИИ ФОРМИРОВАНИЯ ЭЛЕКТРОЭРОЗИОННОСТОЙКИХ КОМПОЗИТНЫХ ПОКРЫТИЙ КОНТАКТОВ ПЕРЕКЛЮЧАТЕЛЕЙ МОЩНЫХ ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ СЕТЕЙ, СОЧЕТАЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОВЗРЫВНОЕ НАПЫЛЕНИЕ И ЭЛЕКТРОННО-ИОННО-ПЛАЗМЕННОЕ МОДИФИЦИРОВАНИЕ

Будовских Е.А., Романов Д.А., Московский С.В., Громов В.Е.
Сибирский государственный индустриальный университет, Новокузнецк, Россия, budovskikh@mail.ru

Одной из составляющих национальной безопасности РФ до 2020 года (утверждена Указом Президента РФ от 12.05.2009 г. № 537) является обеспечение энерго-экологической безопасности. Повышение пожаробезопасности, надежности и экономичности электроустановок и, в частности, их электрических контактов является одним из приоритетных направлений обеспечения энергетической безопасности. Таким образом, разработка новых материалов для электрических контактов является важной проблемой. К перспективным методам формирования таких покрытий относится электровзрывное напыление импульсными многофазными плазменными струями. В связи с вышеизложенным проблема представляется актуальной.

Перспективным направлением развития способа электровзрывного напыления композиционных материалов является модифицирование покрытий высокоинтенсивными электронными пучками. Образование в поверхностном слое неравновесных структурно-фазовых состояний при электронно-пучковом облучении в субмиллисекундном диапазонах времени воздействия определяется сверхвысокими скоростями нагрева (до 10^6 К/с) тонкого поверхностного слоя материала (10^{-4} – 10^{-3} мм) до температур плавления и формирование предельных градиентов температуры (до 10^7 – 10^8 К/м), обеспечивающих охлаждение поверхностного слоя за счет теплоотвода в основной объем материала со скоростью 10^4 – 10^6 К/с. По сравнению с мощными ионными пучками, которые также могут быть использованы для модификации поверхности материалов, низкоэнергетические (< 30 кэВ) плотные электронные пучки генерируются с существенно более высоким коэффициентом полезного действия (более 90%) в частотно-импульсном (~10 $с^{-1}$) режиме при меньших (на порядок величины) ускоряющих напряжениях и не требуют создания специальной радиационной защиты, т.к. сопутствующее рентгеновское излучение экранируется стенками рабочей вакуумной камеры. Высокая энергетическая эффективность, более высокая однородность плотности энергии по сечению потока, хорошая воспроизводимость импульсов и высокая частота их следования выгодно отличают импульсные электронные пучки также и от импульсных потоков низкотемпературной плазмы при потенциальном использовании тех и других в технологических целях. Международный приоритет в области разработки импульсных электронно-пучковых устройств на основе плазменных катодов, в том числе и для обработки поверхности материалов, принадлежит ФГБУН «Институт сильноточной электроники Сибирского отделения РАН» (ИСЭ СО РАН). В настоящее время ИСЭ СО РАН располагает самым современным комплексом научно-исследовательского оборудования для импульсного электронно-пучкового облучения материалов в широком (в том числе и неисследованном) диапазоне значений параметров облучения – комплексом уникальных электрофизических установок для эффективной электронно-ионно-плазменной модификации поверхности материалов и изделий «УНИКУУМ» (УНУ «УНИКУУМ»). Обладая международным приоритетом в области разработки импульсных электронно-пучковых устройств на основе плазменных катодов, имея высокий уровень профессионализма, широкий доступ к современному аналитическому оборудованию, значительный объем положительных результатов предварительно выполненных исследований по заявляемой тематике, коллектив исполнителей проекта полагает, что полученные в работе результаты будут являться оригинальными и обладать мировым уровнем новизны.

Настоящая работа будет выполнена в рамках общего направления развития научных исследований и практических разработок – защиты поверхности путем

напыления покрытий с использованием концентрированных потоков энергии. Целью работы является формирование электроэрозионностойких покрытий методом электровзрывного напыления и последующего электронно-пучкового миксинга (в том числе с использованием азотирования электровзрывных покрытий для формирования нитридов с целью упрочнения поверхностного слоя покрытия), изучение их структуры, фазового состава и свойств. Покрытия будут исследованы с помощью следующего оборудования: оптический микроскоп, растровый электронный микроскоп, просвечивающий электронный микроскоп, рентгеновский дифрактометр, оптический интерферометр. Будут проведены испытания покрытий на износостойкость и электроэрозионную стойкость, нанотвердость и модуль Юнга. В результате выполнения проекта будет установлена физическая природа формирования структуры и свойств электровзрывных электроэрозионностойких композиционных покрытий систем Ag-Ni, Ag-Cd, Ag-C и Ag-Co после электронно-пучкового миксинга, в том числе с использованием азотирования электровзрывных покрытий. Полученные в настоящем проекте результаты послужат стимулом для дальнейших исследований в области электровзрывного напыления и электронно-пучкового миксинга электроэрозионностойких покрытий.

В ходе выполнения программы будут выполнены следующие работы:

1. Аналитический обзор информационных источников, а именно, осуществлены патентные исследования по тематике проекта; проведен анализ российской и зарубежной научно-технической периодики за последние два десятилетия; выполнена сравнительная оценка эффективности и сделано обоснование выбора оптимального варианта направления исследований.

2. Сформированы электровзрывные электроэрозионностойкие покрытия систем Ag-Ni, Ag-Cd, Ag-C и Ag-Co на медных электрических контактах переключателей мощных электрических сетей различной номенклатуры.

3. Проведен электронно-пучковый миксинг на установке СОЛО УНУ «УНИКУУМ» в широком диапазоне параметров пучка (плотность энергии 10–40 Дж/см^2, длительность 50–200 мкс и количество 1–50 импульсов воздействия).

4. Проведен электронно-пучковый миксинг на установке КОМПЛЕКС УНУ «УНИКУУМ». В отличие от обработки на установке СОЛО будет осуществлено более длительное облучение (до 500 мкс в одном импульсе).

5. Проведена комбинированная, в едином вакуумном цикле (установка КОМПЛЕКС УНУ «УНИКУУМ»), обработка, сочетающая электронно-пучковый миксинг с последующим азотированием электровзрывных покрытий систем Ag-Ni, Ag-Cd, Ag-C и Ag-Co с целью упрочнения поверхностного слоя покрытия путем формирования нитридов и карбонитридов, а также пересыщенных твердых растворов. Вышеперечисленная в п. 3–5 обработка позволит снизить степень шероховатости, повысить твёрдость, износостойкость, электроэрозионную стойкость, гомогенизировать объем электровзрывных электроэрозионностойких покрытий систем Ag-Ni, Ag-Cd, Ag-C и Ag-Co.

Исследование выполнено при поддержке гранта Российского научного фонда (проект № 19-79-20007).

РАЗРУШЕНИЕ ПЛОСКОЙ КОМПОЗИТНОЙ ПАНЕЛИ С МНОЖЕСТВЕННЫМИ МЕЖСЛОЕВЫМИ ДЕФЕКТАМИ ПОД ДЕЙСТВИЕМ НЕСТАЦИОНАРНОЙ НАГРУЗКИ

Медведский А.Л.[1], Мартиросов М.И.[2], Хомченко А.В.[3]
[1] Московский физико-технический институт (государственный университет)
[2] Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)
[3] ПАО «Корпорация «Иркут», г. Москва, Россия,
khomchenkoanton@yandex.ru

Отличием полимерных композиционных материалов (ПКМ) от металлических материалов являются их пониженные пластические свойства и, следовательно, повышенная чувствительность к динамическим нагрузкам ударного характера. В результате эксплуатации и внешних воздействий в композитных пакетах могут возникать дефекты (под дефектом будем понимать каждое отдельное несоответствие изделия установленным требованиям), которые сопровождаются растрескиванием матрицы, разрушением волокон и монослоев, что оказывает влияние на прочность и несущую способность элементов конструкций из ПКМ.

ПКМ широко используются в современном авиастроении благодаря исключительному сочетанию конструкционных и специальных, в том числе физических, свойств. Дефекты у ПКМ могут иметь различную природу. Классическими дефектами являются: непроклей (нарушение адгезионной связи между монослоями после автоклавного формования) или расслоение (нарушение адгезионной связи между монослоями, вызванное ударными механическими воздействиями или внутренними напряжениями в изделии после формования или проведения сборочных работ). Такие дефекты относятся к внутренним, так как охватывают внутренние слои композитного пакета.

1. Постановка задачи

Рассматривается плоская прямоугольная панель длиной $a = 532\ мм$ и шириной $b = 282\ мм$ (рис. 1).

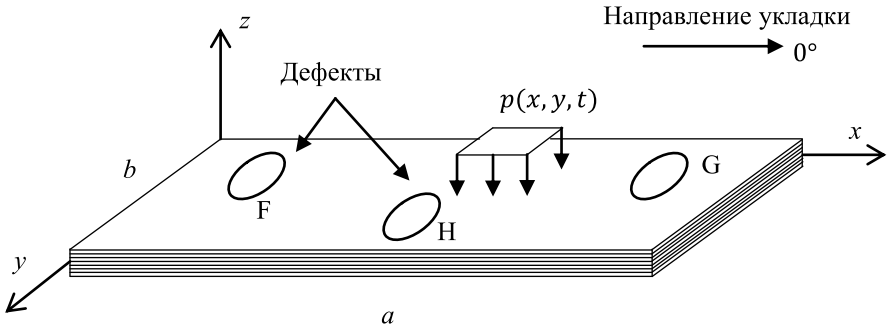


Рисунок 1 - Прямоугольная многослойная панель с дефектами

Панель представляет собой многослойную конструкцию, состоящую из 12 монослоёв, каждый из которых изготовлен из однородного упругого ортотропного материала. Укладка мнослоёв панели имеет вид: [+45°/–45°/90°/0°/+45°/–45°/–45°/+45°/0°/90°/–45°/+45°]. Предполагается, что в панели присутствуют множественные межслоевые дефекты эллиптической формы (рис. 2). Дефекты расположены по толщине в произвольном порядке. Материал панели – углепластик на основе препрега HexPly M21/34%/UD194/IMA-12K (углеродная лента IMA на основе высокопрочного волокна HexTow IMA-12K и эпоксидное модифицированное связующее M21) производства фирмы Hexcel Composites (США). Препрег представляет собой набор углеродных жгутов, собранных в ленту без утка. Лента пропитана связующим по технологии «Hot Melt», т.е. связующее в виде пленки совмещается с наполнителем с двух сторон и под давлением каландров при повышенной температуре сплавляется.

Лента по сравнению с тканью обладает лучшей сопротивляемостью однонаправленным нагрузкам, менее пориста, обладает большей прочностью и жесткостью, меньшей стоимостью сырья, но большей стоимостью производства.

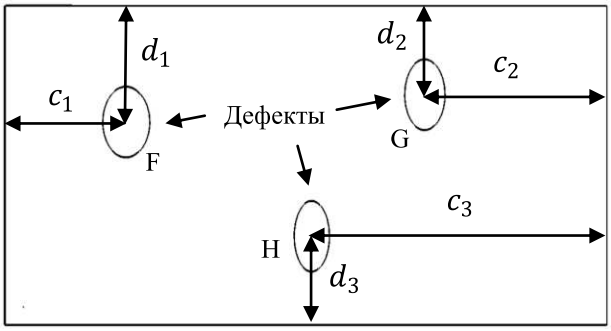


Рисунок 2 - Расположение дефектов в плоскости панели

Толщина монослоя h равна 0,19 мм. Жёсткостные характеристики монослоя: $E_1 = 175\ ГПа$, $E_2 = 8{,}5\ ГПа$, $G = 3{,}2\ ГПа$, $\mu_{12} = 0{,}32$, ρ = $1500\ кг/м^3$, где E_1 – модуль упругости в направлении оси x, E_2 – модуль упругости в направлении оси y, μ_{12} – коэффициент Пуассона, G – модуль упругости при сдвиге в плоскости листа, ρ – плотность. Расположение межслоевых дефектов указано на рис. 2, положения центров расслоений: d_1 = 102 мм, c_1 = 107 мм, d_2 = 78,5 мм, c_2 = 161 мм, d_3 = 78,5 мм, c_3 = 261 мм, дефекты имеют форму эллипса с соотношением осей F = 1,5, G = 1,75, H = 2,0 соответственно. Граничные условия на контуре панели соответствуют жёсткому защемлению. Задача решается численно методом конечных элементов (МКЭ).

2. Панель под действием нестационарной нагрузки

В качестве внешней нагрузки рассматривается поле нестационарного давления, которое изменяется по закону: $p(t) = p_0 H(t)$, где $H(t)$ – функция Хэвисайда.

Материал монослоя имеет следующие прочностные характеристики: $X_T = 3042\ МПа$, $X_C = 1246\ МПа$, $Y_T = 63\ МПа$, $Y_C = 217\ МПа$, $S_{12} = 96\ МПа$, где X_T – предел прочности в направлении оси x при растяжении, X_C – предел прочности в направлении оси x при сжатии, Y_T – предел прочности в направлении оси y при растяжении, Y_C – предел прочности в направлении оси y при сжатии, S_{12} – предел прочности при сдвиге в плоскости листа.

Решение получено с помощью программного комплекса LS–DYNA (разработчик Livermore Software Technology Corporation) с применением явной схемы интегрирования полной системы уравнений МКЭ. Слои панели моделируется с помощью элементов со свойствами типа Composite и соединены между собой клеевым контактом, что гарантирует равенство прогибов и углов поворотов, также в модели учитывается контакт в зоне расслоения.

Определяется распределение индексов разрушения f (разрушение наступает при f =1) в каждый момент времени [1-3]. Рассматриваются следующие критерии разрушения: maximum stress, maximum strain, Hill, Tsai-Wu, Tsai-Hill (Hill-Mises), Hankinson, Cowin, Hoffman, Puppo-Evensen, Norris, Fischer, Norris-McKinnon, DeAlia, Grant-Sanders, Puck, Hashin, Chang-Chang в случае действия давления $p_0 = 1{,}25\ МПа$. Проводится сравнение результатов, полученным по различным критериям разрушения.

В качестве примера, на рис. 3 представлено поле распределения индекса разрушения в слое №10 (90°) в момент времени 0,4 мс с использованием критерия Puck.

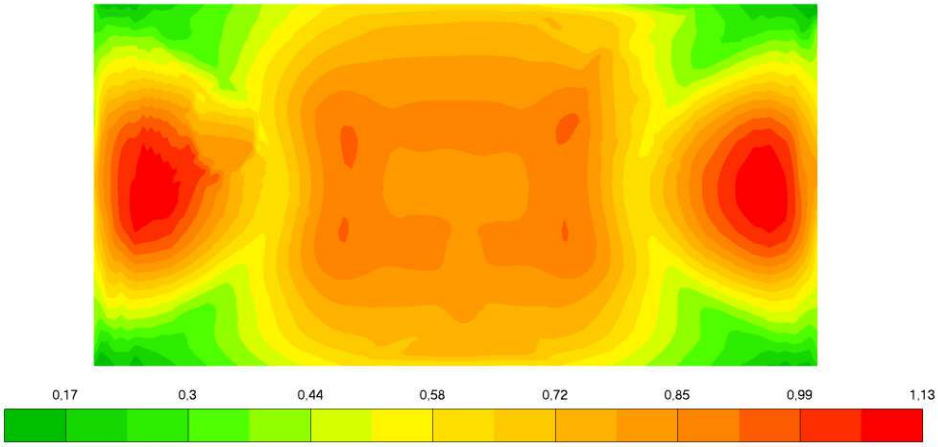


Рисунок 3 - Распределение индекса разрушения для критерия Puck

3. Заключение

Предложенная методика численного моделирования поведения плоских композитных панелей с учётом произвольно расположенных множественных межслоевых дефектов под действием нестационарных нагрузок может быть использована при проектировании элементов конструкций из ПКМ в различных отраслях машиностроения.

Литература

1. Медведский А.Л., Мартиросов М.И., Хомченко А.В. Напряженно–деформированное состояние многослойной композитной пластины при наличии межслоевых дефектов // Известия ТулГУ. Технические науки. - 2018. - Вып. 8. - С. 168–179.

2. Медведский А.Л., Мартиросов М.И., Хомченко А.В. Сравнительный анализ критериев разрушения многослойной композитной пластины при наличии межслоевых дефектов // Известия ТулГУ. Технические науки. - 2018. - Вып. 9. - С. 399–409.

3. Медведский А.Л., Мартиросов М.И., Хомченко А.В. Численное моделирование поведения пластины из полимерного композита под действием динамических нагрузок при наличии множественных дефектов между слоями // Известия ТулГУ. Технические науки. - 2018. - Вып. 10. - С. 271–278.

ТЕМПЕРАТУРНЫЙ ГИСТЕРЕЗИС ПОДВИЖНОСТИ ПРИ ДВИЖЕНИИ ГРАНИЦЫ ЗЕРНА

Сурсаева В.Г., Горнакова А.С.
Институт физики твердого тела, РАН, Черноголовка, Московская область, 142432, Россия
E-mail: sursaeva@issp.ac.ru

Движение индивидуальных границ зёрен изучают уже более пятидесяти лет. Однако неизученным явлением остаётся гистерезис зернограничной подвижности. Гистерезис зернограничной подвижности — неоднозначная петлеобразная зависимость зернограничной подвижности от обратной температуры при её циклическом изменении. Вне зоны гистерезиса, которая ограничена верхней и нижней точками смыкания петли гистерезиса, наблюдается совпадение значений зернограничной подвижности от обратной температуры. Чтобы использовать это явление на практике, надо знать физическую природу исследуемого гистерезиса. Чтобы понять её надо выяснить, что влияет на гистерезис. В данной статье мы выдвигаем гипотезу, что явление гистерезиса зернограничной подвижности инициируется отрывом движущейся границы зерна от примеси. Попытаемся обосновать достоверность этой гипотезы. Благодаря явлению адсорбции даже в самых чистых веществах содержание примеси на границах зёрен может быть достаточно большим и оказывать влияние на их свойства. Физическая основа взаимодействия границы зёрен с примесью состоит в следующем. При движении границы зёрен происходит диссипация свободной энергии системы в результате различных процессов, которые связаны с диффузией атомов примеси вслед за границей и перестройкой атомов самой границы. В предположении независимости протекания этих процессов, полная диссипация энергии в единицу времени

$$W = W_{гр} + \sum_i W_i \Gamma_i \quad , \tag{1}$$

где $W_{гр} = f_{гр} * V$ – диссипация энергии чистой границы; V – скорость движения границы.

$W_i = f_i * V$ диссипация энергии в результате диффузии атомов примеси i-го сорта,

$f_{гр}$ результирующая сила, тормозящая движение чистой границы,

f_i – сила диффузионного торможения атома примеси

Согласно уравнению Эйнштейна

$$f_i = \frac{VkT}{D_i}, \tag{2}$$

D_i - коэффициент диффузии атомов примеси i-го сорта.

Тогда

$$W_i = \frac{V^2 kT}{D_i} \tag{3}$$

и аналогично $W_{гр} = \frac{V^2}{A}$, (4)

где A подвижность чистой границы.

Диссипированная движущейся границей свободная энергия равна работе внешней движущей силы ΔF

$$W = \Delta F * V \tag{5}$$

Сравнивая уравнения (1) и (5) (с учётом (3) и (4)), получаем

$$\Delta F * V = \frac{V^2}{A} + \sum_i \frac{V^2 kT\Gamma_i}{D_i} \tag{6}$$

Откуда

$$V = \frac{\Delta F}{\frac{1}{A} + kT\sum_i \frac{\Gamma_i}{D_i}} \qquad (7)$$

Для простоты ограничимся рассмотрением одного сорта атомов примеси и случаем, когда A>>D/ГкТ (движение границы лимитируется движением примеси). Тогда получаем уравнение Люкке-Детерта

$$V = \frac{\Delta F}{\Gamma kT} \qquad (8)$$

С другой стороны, для движения примесного атома вслед за границей на него, согласно (2) должна действовать пропорциональная скорости сила f. Поскольку величина силы взаимодействия примеси с границей не может быть больше некоторого значения $f_{макс}$ (1),

то при скорости большей, чем $V_{крит} = f_{макс}\frac{D}{kT}$

примесь уже не сможет двигаться вслед за границей- произойдёт отрыв границы от облака адсорбированной примеси. Это явление может иметь лавинообразный характер. Однако если есть большой разброс в энергии взаимодействия примеси с границей, отрыв может происходить постепенно в некотором интервале параметров, которыми согласно (7) являются движущая сила, температура и количество примеси. Исследование явления отрыва движущейся границы от примеси является тонким инструментом изучения структуры границы и некоторых характеристик взаимодействия ее с примесью, таких, например, как: 1. Энергия связи примеси с границей. 2.Величины адсорбции примеси на границе. 3.Числа активных мест в границе.

В работе [1] проанализированы условия, при которых можно наблюдать отрыв движущейся границы от примеси и показано, что отрыв может реализоваться в среде с малым содержанием примесных атомов на высокоподвижной границе с низкой адсорбционной способностью. Этим условиям удовлетворяют особые границы, которые характеризуются большой долей совпадающих узлов обеих зёрен по границе. Впервые явление отрыва границы зёрен от примесной атмосферы было экспериментально установлено на одиночных особых границах в Al и Zn [1-7]. В низкотемпературной области подвижность границы изменяется активационно. При некоторой температуре (для каждой границы своя) подвижность границы резко, практически скачкообразно, возрастает. После чего при дальнейшем повышении температуры растёт активационно, но уже с другой, меньшей энергией активации (рис.1.). В точке перехода скорость миграции границы возрастает в 20 раз. При снижении температуры наблюдается температурный гистерезис при переходе с верхнего уровня на нижний. Авторы считают, что наблюдаемый гистерезис вызывается примесным торможением границы. Как показано экспериментально авторами [2], на температурных зависимостях подвижности границ наклона (111) с углом разориентации 38° и разным содержанием примеси в Al, гистерезис не наблюдается в очень чистом материале и достаточно грязном. В Al с промежуточным количеством примеси гистерезис наблюдается.

Эффект отрыва наблюдался и в Zn на границе наклона $<11\bar{2}0>$ с углом разориентации 86° [1,5-7]. При низких температурах движение активационное, затем в достаточно узком температурном интервале происходит рост подвижности на 1-2 порядка. После чего подвижность не меняется вплоть до температуры плавления. Движение границы становится безактивационное.

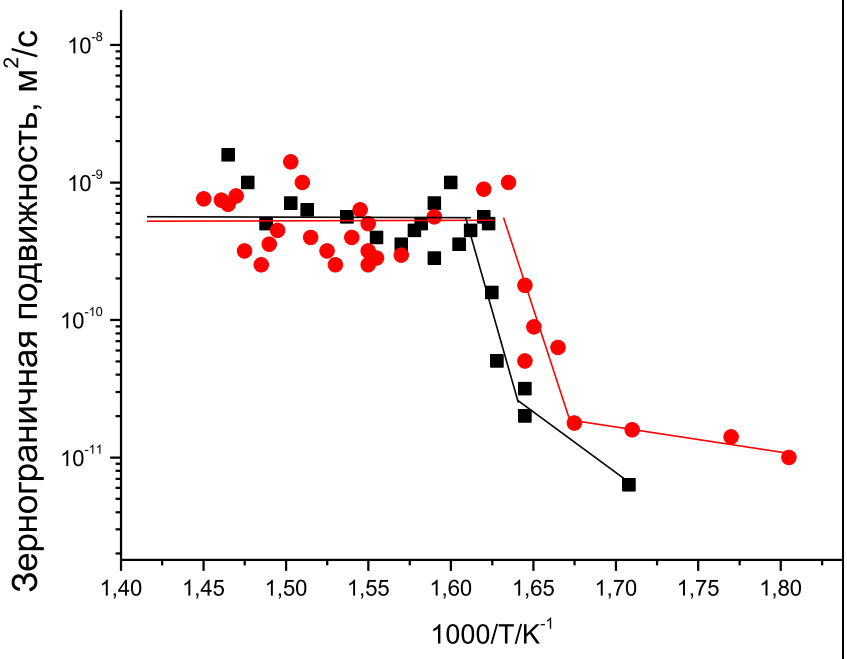


Рисунок 1 -Температурная зависимость подвижности границы наклона <11-20> с углом разориентации 86° [7]

Вывод.

Примесь способствует появлению гистерезиса, но причиной его скорее является изменение структуры границы в ходе фазового перехода от упорядоченной структуры границы к неупорядоченной.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке РФФИ (грант № 19-03-00168)

Литература.

1. В.Ю.Аристов, Ч.В.Копецкий, В.Г.Сурсаева, Л.С.Швиндлерман. Эффект отрыва движущейся границы зерна от адсорбированной примеси. Доклады Академии наук СССР. – 1975. - Т.225, № 4. – С.804 806.

2. V. Yu.Aristov, Ch.V.Kopezky, L.S.Shvindlerman. Breakaway of a grain boundary from adsorbed impurity in the aluminium bicrystals of gifferent purity. Scripta met. – 1977. – V.11. -pp. 109-111,.

3.В.Ю.Аристов, Ч.В.Копецкий, Д.А.Молодов, Л.С.Швиндлерман. Кинетические и адсорбционные свойства 36,5°[111] границы наклона в сплавах Al-Fe/ Физика твёрдого тела. – 1980. –Т.22,№11. –С. 3247-3253.

4. В.Ю.Аристов, В.Е. Фрадков, Л.С.Швиндлерман. Эффект отрыва мигрирующей зернограничной полупетли от облакак адсорбированной примеси. Физика твёрдого тела. – 1980. – Т. 22, вып. 6. -С. 1817-1823.

5.Ч.В.Копецкий, Л.С.Швиндлерман. Миграция индивидуальной границы зерна в плотноупакованных металлах. Влияние примесного и ориентационного факторов. Металлы высокой чистоты. Изд. «Наука», 1976. - С. 73-104.

6. Ч.В.Копецкий, В.Г.Сурсаева, Л.С.Швиндлерман. Концентрационная зависимость эффекта отрыва границы зерна от адсорбированной примеси. - ФТТ. – 1977. - № 19. - С.604-606.

7. Б.Б. Страумал, В.Г.Сурсаева, Л.С.Швиндлерман. Зависимость скорости безактивационного движения границы зерна от ориентации. - ФММ. – 1980. –Т.49, вып.5. –С. 1021-1026.

ТЕМПЕРАТУРНЫЙ ГИСТЕРЕЗИС ЗЕРНОГРАНИЧНОЙ ФОРМЫ ПРИ ДВИЖЕНИИ ГРАНИЦЫ ЗЕРНА

Сурсаева В.Г.
Институт физики твердого тела, РАН, Черноголовка, Московская область, 142432, Россия
E-mail: sursaeva@issp.ac.ru

Исследованию фазовых переходов на индивидуальных границах зёрен в металлах в последнее время посвящена целая серия экспериментальных работ. В основном они посвящены фасетированию формы движущейся границы. Известно также, что на границах возможен фазовый переход из неупорядоченной структуры границы к упорядоченной. При изменении структуры границы меняются её свойства, поэтому фазовый переход должен сказаться на изменении свойств. Точное значение температуры фазового перехода косвенно определить с высокой точностью не удаётся, так как при фазовых переходах свойства демонстрируют гистерезис по температуре. При изучении роста зёрен можно ожидать проявления гистерезиса как на температурной зависимости подвижности, так и на температурной зависимости формы движущейся границы. В работе [1] представлены экспериментальные результаты проявления гистерезиса зернограничной подвижности при изучении движения индивидуальной границы. Гистерезис наблюдается в чистых материалах с ограниченным количеством примеси. Поэтому примесь способствует появлению гистерезиса, а причиной, вызывающей гистерезис, является фазовое превращение упорядоченной структуры границы в неупорядоченную структуру. В этой работе представлены косвенные доказательства структурного фазового перехода от неупорядоченной структуры границы к упорядоченной посредством изучения изменения формы и подвижности движущейся некогерентной двойниковой границы.

Естественно, что структурные фазовые переходы будут проявлять себя на специальных границах с совершенной структурой, поэтому в качестве объекта исследования была выбрана в цинке двойниковая граница из-за хорошо известной и воспроизводимой кристаллогеометрии. Двойники деформации получали при приложении к плоскому (10*200*1мм) монокристаллу концентрированной нагрузки. Двойник в виде тонкой прослойки прорастал насквозь монокристалла. На плоской поверхности монокристалла полученные деформацией двойники имели вид узкой полупетли с двумя параллельными когерентными плоскими границами и некогерентной плоской границей в вершине (рис.1). Изучали движение и форму некогерентной границы двойника под действием постоянной движущей силы, возникающей в результате сокращения когерентных участков границы [2]. Изотермические отжиги проводились в температурном интервале 177–410°С в высокотемпературной приставке к микроскопу в атмосфере аргона. Наблюдение *in situ* [3] за смещением и формой границы в ходе изотермических отжигов велось с помощью оптического микроскопа с использованием поляризованного света. Если это фазовый структурный переход, то он должен проявить себя и на температурной зависимости подвижности границы. Движение границы с высокой плотностью узлов совпадения должно характеризоваться низкой энтальпией активации, а движение границы с низкой плотностью узлов совпадения – высоким значением энтальпии активации. Что и мы наблюдаем на рис.4. [3] При низких температурах 177-340С структура двойниковой границы упорядоченная, при высоких 340-412С разупорядоченная Изучение движения некогерентной двойниковой границы в температурном интервале позволило установить, что энтальпия активации миграции меняется скачком от нуля в температурном интервале 177-340С до постоянной величины в температурном интервале 340-412С. Температурный ход зависимости зернограничной подвижности можно объяснить следующим образом. В температурном интервале 177-340С, в

котором граница имеет упорядоченную структуру, движение границы происходит путём кооперативного бездиффузионного перемещения атомов, подстраивающихся под решётку растущего зерна, при этом каждый атом смещается на расстояние менее межатомного [4]. Энтальпия активации такого движения мала или практически равна нулю. Выше 340С имеет место фазовый переход структуры из упорядоченной в разупорядоченную. Высокотемпературный интервал характеризуется монотонной зависимостью зернограничной подвижности от обратной температуры с постоянной энтальпией активации 1.14 эВ. На рис.4 представленные полученные экспериментально данные температурной зависимости подвижности двойниковой некогерентной границы для 15 двойников, ширина которых меняется в пределах 10-25 мкм. Участок безактивационного движения для некоторых двойников распространяется от 177С до 380С. Однако для большинства двойников наблюдается активационное движение лишь от 340С.

Гистерезис зернограничной формы — неоднозначная петлеобразная зависимость формы границы от обратной температуры при её циклическом изменении. Вне зоны гистерезиса, которая ограничена верхней и нижней точками смыкания петли гистерезиса, наблюдается совпадение значений формы от обратной температуры Температурная зависимость положения движущейся границы двойника показана на рис.3. Каждая указанная точка отвечает равновесному состоянию системы. Точки1-7 соответствуют значениям положения движущегося участка границы, полученным при изотермических отжигах по схеме ступенчатого охлаждения. Исходное значение соответствует точке 1. При 412 С угол составляет 73°, а при 400 С 54°. Такое изменение положения происходит за счёт образования ступенек на границе (рис.2). Сначала образуется одна ступенька, затем каждая ступенька дробится еще на две и так продолжается, пока граница не становится гладкой под углом 54° к когерентной границе при наблюдении в оптический микроскоп. Дальнейшее снижение температуры отжига до 340С не приводит к изменению положения границы. При отжигах 7-17 по схеме ступенчатого нагрева наблюдается постепенное увеличение угла от 54° при отжиге при 340С до 73° градусов при отжиге до 360С. Если ступенчатое охлаждение сменить ступенчатым нагревом, видно, что линия положения границы идёт не так круто, как при ступенчатом охлаждении. Линии изменения положения границы, полученные по схеме ступенчатого нагрева и охлаждения, смещены по температуре на 60 градусов (340С-400С). Мы предполагаем, ступенчатое охлаждение от 412 С началось выше температуры фазового перехода и закончилось при 340С ниже температуры фазового перехода. Вероятно, что в области 340С 412С имеет место фазовый переход упорядоченной структуры в неупорядоченную, что приводит к увеличению энергии границы. Чтобы полная энергия системы не увеличивалась, граница должна сократить свою длину, например, за счёт изменения угла подхода к когерентной границе. Как известно, зернограничная энергии слабо меняется с температурой, поэтому нагрев от 365С до 410С не приводит к изменению положения границы

Выводы.

Мы сделали предположение, что фазовый переход из неупорядоченного положения границы в упорядоченное происходит в интервале 340 – 380С. Точное значение температуры фазового перехода таким косвенным способом определить нельзя из-за существования гистерезиса как формы, так и зернограничной подвижности некогерентной двойниковой границы.



Рисунок 1- Изображение движущегося фронта некогерентной двойниковой границы под углом 54° к когерентной границе. Ширина двойника 70 мкм



Рисунок 2 - Изображение движущегося фронта некогерентной двойниковой границы в процессе перестройки структуры границы. Ширина двойника 70 мкм. Т=390С

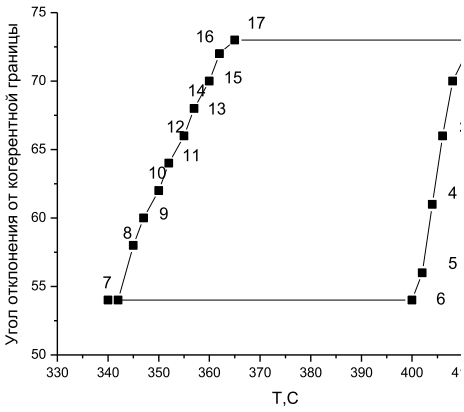


Рисунок 3 - Температурная зависимость угла между положением плоского движущейся и неподвижной когерентной двойниковой границами. Ширина двойника 70 мкм

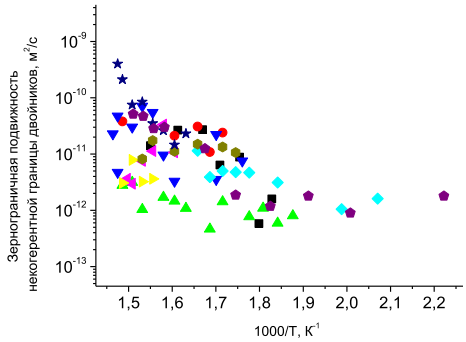


Рисунок 4 - Температурная зависимость подвижности некогерентной двойниковой границы в цинке для 15 двойников, ширина которых менялась в пределах 10-25 мкм

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке РФФИ (грант № 19-03-00168)

Литература.

1. Сурсаева В.Г. Горнакова А.С. Гистерезис подвижности при движении границы. В сборнике трудов Международного симпозиума перспективные материалы и технологии, 27-31 мая 2019, Брест.

2. Сурсаева В.Г. Влияние структурного фазового перехода на движение некогерентной двойниковой границы в цинке. Деформация и разрушение материалов.- 2010. -№10. - С.10-14

3. Sursaeva V.G. Effect of faceting on twin grain boundary motion in zinc. Materials Letters. – 2010. Т.64. –С.105-107.

4. Сурсаева В.Г. Изучение кинетики исчезновения двойников деформации в цинке при отжиге. Деформация и разрушение материалов. – 2006. -№10. – С.16-20.

5. Б.Б. Страумал, В.Г.Сурсаева, Л.С.Швиндлерман. Зависимость скорости безактивационного движения границы зерна от ориентации. – ФММ. -1980.- Т.49,вып.5. –С. 1021-1026.

ПРИМЕНЕНИЕ КАРБИДОКРЕМНИЕВОЙ КЕРАМИКИ ДЛЯ СБОРНЫХ ПОДЛОЖЕК ОПТИЧЕСКИХ ЗЕРКАЛ

Ильющенко А.Ф., Бабура Д.В., Осипов В.А.
Государственное научное учреждение «Институт порошковой металлургии имени академика О.В. Романа», г. Минск, Республика Беларусь,
Babura.dima@mail.ru

Научно-технические достижения последнего времени в области астрономии, космической и лазерной технологии для изучения космического пространства и мониторинга состояния атмосферы Земли и ее поверхности стали возможными благодаря появлению новых высокоточных оптических наземных и космических телескопов с оптическими зеркалами, размеры которых постоянно увеличиваются.

В отличие от зеркал наземных телескопов, условия эксплуатации космических зеркал принципиально отличаются вследствие воздействия невесомости, космических тел, резких перепадов температур. К зеркалам космических телескопов предъявляются повышенные требования по жесткости, сохранению формы и размеров в процессе эксплуатации, возможность соединения их с несущими конструкциями телескопа. Кроме того, зеркала космических телескопов ограничены по размерам и массе, так как выводятся на орбиту с помощью спутника.

Для уменьшения массы зеркал необходимо применять материалы с низкой плотностью. Однако они должны обладать необходимым комплексом механических и теплофизических свойств.

Одним из самых перспективных материалов для крупногабаритных облегченных зеркал является карбидокремниевая керамика. Обладая невысокой плотностью (3,2 г/см^3), карбид кремния имеет необходимые физико-механические характеристики для изготовления подложек зеркал. Превосходя стеклообразные материалы, которые применяют в настоящее время для изготовления оптических зеркал, на два порядка по теплопроводности, он даже при относительно высоких значениях ТКЛР обладает приемлемым значением коэффициента термодеформаций $a/\lambda_т$, сочетает удельную жесткость бериллия с температурной стабильностью лучших сверхнизкорасширяющихся материалов. [1].

Одним из вариантов получения крупногабаритных подложек зеркал сложной формы из карбидокремниевого материала, в тех случаях, когда методом прессования изготовить такие изделия не представляется возможным, является разработанная в Институте порошковой металлургии технология пайки отдельных элементов, названная «реакционной пайкой».

Сущность технологического процесса заключается в соединении простых по форме деталей в изделия сложной конфигурации с применением паст специальных составов и последующим реакционным спеканием таких изделий по определённому режиму.

Использование составной конструкции подложки зеркала была вызвана трудностью изготовления из керамических материалов крупногабаритных заготовок (площадью более 350 см^2) с использованием имеющегося прессового и термического оборудования.

Отдельные элементы из карбидокремниевой керамики получали методом прессования на гидравлическом прессе и последующего реакционного спекания. Такая технология приемлема для получения из керамических материалов изделий площадью не более 300 см^2.

В работе составную конструкцию подложки зеркала получали пайкой семи шестигранных элементов размером 70 мм (рис. 1).



Рисунок 1 – Сборная конструкция подложки зеркала и отдельный шестигранный элемент подложки

Для изготовления шестигранных элементов из карбидокремниевой керамики, предназначенных для получения сборной конструкции использовалась порошки карбида кремния марки 64С и технический углерод, который вводили в количестве 15 мас. %. Предварительное спекание шестигранных элементов и реакционная пайка этих элементов в сборную конструкцию осуществлялись в высокотемпературной вакуумной печи ВС-16-22У.

Для оценки возможности использования сборной конструкции оптического зеркала из карбидокремниевой керамики в условиях нагрузок, возникающих при доставке изделия на околоземную орбиту и эксплуатации его в условиях космоса, проведены испытания на определение усилия и характера разрушения опытного образца при статическом нагружении по центру изделия. Испытания проводились на поверенной универсальной машине «Tinius Olsen H150 KU» по согласованной с Заказчиком схеме статического нагружения. Нагрузка прикладывалась со стороны полостей в шестигранных элементах, что создавало высокую концентрацию сжимающих напряжений с одной стороны и растягивающих - с другой.

Учитывая весьма сложную схему нагружения и напряжений, возникающих в такой конструкции при внешнем воздействии, полученное абсолютное значение усилия разрушения может быть интерпретировано как прочность конструкции. Такие испытания могут свидетельствоваться о характере разрушения конструкции, а также о возможных мерах по оптимизации формы и размеров составных элементов и конструкции в целом.

Характер разрушения сборной конструкции, подвергнутой статическому сжатию центрального шестигранного элемента, показал (рис. 2), что три шестигранных элемента выдержали нагрузку без разрушения, разрушение происходит по телу спаиваемых карбидокремниевых элементов, а не по паяному шву, усилие разрушения при этом составило 14000 Н.

Таким образом, разработанная технология пайки отдельных элементов позволяет использовать ее для получения масштабных подложек оптических зеркал из карбидокремниевой керамики.

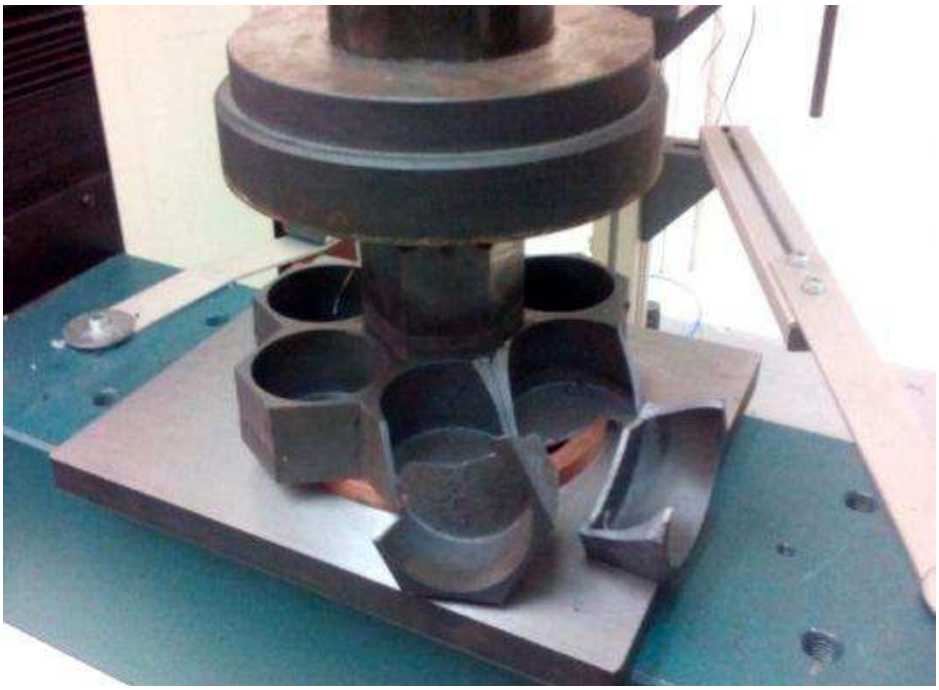


Рисунок 2 – Сборная конструкция подложки зеркала из шестигранных карбидокремниевых элементов после нагружения

Литература

1. Алтухов, С.В. Перспективные конструкционные материалы космических телескопических систем. [Текст]/ С.В.Алтухов, В.С.Тульев, И.В.Тетерина, А.Г. Флейшер. // Сб. трудов III конференции «Будущее оптики».- СПб., 30 марта - 2 апреля 2015 г. -С.10-11.

ДИНАМИКА МОРФОЛОГИИ ПОВЕРХНОСТИ ФОЛЬГ МЕТАЛЛИЧЕСКОГО СТЕКЛА $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$ ПОД ДЕЙСТВИЕМ НАГРУЗКИ

Обидов Б.А., Корсуков В.Е., Анкудинов А.В., Бетехтин В.И., Бутенко П.Н., Гиляров В.Л., Корсукова М.М., Нарыкова М.В.
ФТИ им. А, Ф. Иоффе, г. Санкт-Петербург, Россия
Vjacheslav.Korsukov@mail.ioffe.ru

Роль поверхности в зарождении деформационных дефектов, развитии деформации и разрушения металлических стекол (МС) является предметом многочисленных исследований [1–5]. Известные из литературы экспериментальные и теоретические данные о поведении поверхностных слоев в процессе деформации и разрушения этих материалов являются часто противоречивыми и носят дискуссионный характер. В связи с этим, исследования трансформации рельефа поверхности в поле механических сил является актуальной задачей.

Цель работы: изучение морфологии и статистических характеристик поверхности лент МС в процессе растяжения и установление признаков предстоящего разрыва.

Объекты и методы исследования: ленты МС $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$ (промышленная марка 2HCP), полученные методом спиннингования. Применялась сканирующая туннельная микроскопия (СТМ), атомно-силовая микроскопия (АСМ), оптическая микроскопия (ОМ) и сканирующая электронная микроскопия (СЭМ). Исследовалась контактная (по отношению к диску) поверхность ленты; одноосное растягивающее напряжение прикладывалось в диапазоне 0 – 2.7 GPa. В результате определялись мультифрактальные характеристики поверхности с помощью метода фрактального поверхностного анализа (методика «Box Counting») [6] и метода мультифрактального формализма [7, 8].

Результаты. Под действием растягивающей нагрузки проявляются следующие эффекты на поверхности образцов: (рис. 1) появление линейных дефектов, перпендикулярных оси действия нагрузки и линейных дефектов под углом 45° к оси действия нагрузки, кроме того происходит частичное заглаживание рельефа, проявляются полосы сброса, поверхностные трещины. Эти эффекты наблюдались и в более ранних работах [1, 2].

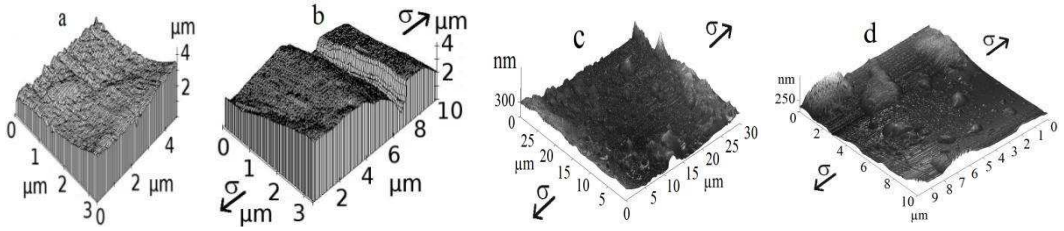


Рисунок 1 - Изображения поверхности МС $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$: a – без нагрузки, b – σ = 2.3 GPa (метод СТМ), c - σ = 0.2 GPa, d - σ = 2.5GPa (метод АСМ)

По данным СТМ были рассчитаны значения фрактальной размерности (D_f) и по зависимостям $f(\alpha) \sim \alpha$ ширины спектра сингулярностей (Γ) в зависимости от приложенного напряжения (рис.2). Видно, что фрактальная размерность перед разрывом образца растет, а значения ширин спектра сингулярностей ведут себя не однозначно. В одной области образца эти значения перед разрывом образца уменьшается (случай 2), а в другой - увеличиваются (случай 1).

Анализ предыдущих работ показал, что по изменению фрактальной размерности поверхности в образцах при их растяжении нельзя однозначно судить о

предстоящем разрыве [1]. Если система мультифрактальна, то D_f, измеренная на площадке малого размера поверхности, может сильно отличаться от D_f, измеренной от той же поверхности, но на площадке большого размера [1]. В работе было зафиксировано

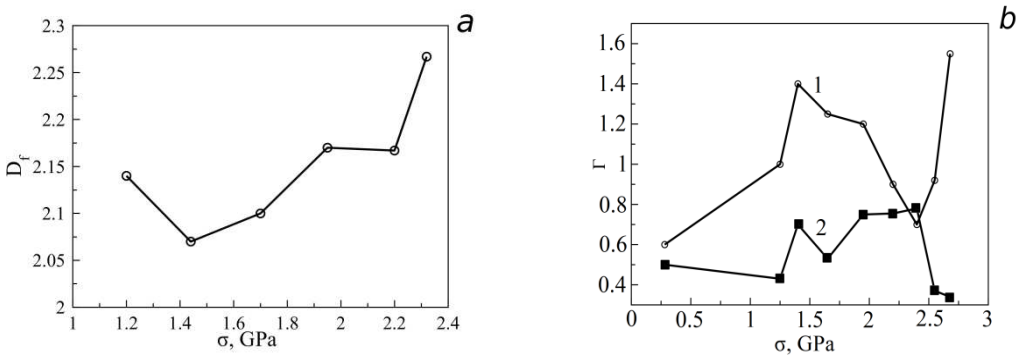


Рисунок 2- Рассчитанные по данным СТМ зависимости фрактальной размерности (a) и ширины спектра сингулярностей (b) от величины внешнего напряжения.

различие в поведении коэффициента Гельдера *H* и ширины спектра сингулярностей *Г* в предразрывном состоянии для разных областей поверхности образца. Тем не менее, опираясь на возможное негативное влияние на результаты расчетов, связанное с недостаточной статистикой в работе [1], в настоящей работе мы расширили область сканирования до 512 x 512 точек (вместо 200 x 200).

Также нами были рассчитаны зависимости $f(\alpha) \sim \alpha$ при различных напряжениях (рис. 3), приложенных к образцу по данным АСМ. Здесь применен алгоритм расчета спектров сингулярностей в двумерном случае [8]. Ниже мы будем сравнивать результаты, полученные методами СТМ и АСМ (одномерный и двумерный случаи); для этого необходимо иметь схожие размеры площадок. Выбирали площадки размерами 10 x 10μm.

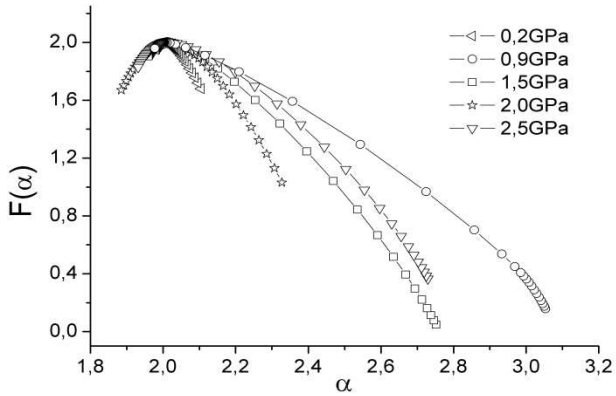


Рисунок 3 - Рассчитанные из АСМ-топограмм спектры сингулярностей для площадок 100μm^2 при различных напряжениях

Из рис. 3 видно, что рельеф поверхностей сильно зависит от нагрузки, как и в случае метода СТМ. Кроме того, значения функции $f(\alpha_{min}) > f(\alpha_{max})$ для всех кривых. Согласно [8] это означает, что на поверхности число возвышенностей преобладает над числом впадин и степень мультифрактальности высокая. Также отмеченное неравенство может быть связано с аппаратными особенностями эксперимента, например, игла зондового микроскопа может легко подняться над поверхностью, но проникнуть в глубокую крутую впадину ей значительно сложнее.

На рис. 4(a) показана зависимость фрактальной размерности от напряжения, полученная из АСМ-топограмм и находится в хорошей корреляции с кривой, полученными из СТМ топограмм. Однако, нас больше интересует зависимость ширины спектра сингулярностей поверхности от внешнего напряжения (рис.4b), т. к. она получена при относительно большой статистике и здесь реализован двумерный случай расчета. Данный график показывает стремление поверхности к монофрактализации,

что может служить признаком предстоящего разрыва образца. Таким образом, при увеличении внешней нагрузки перед разрывом образца ширина спектра сингулярностей уменьшается.

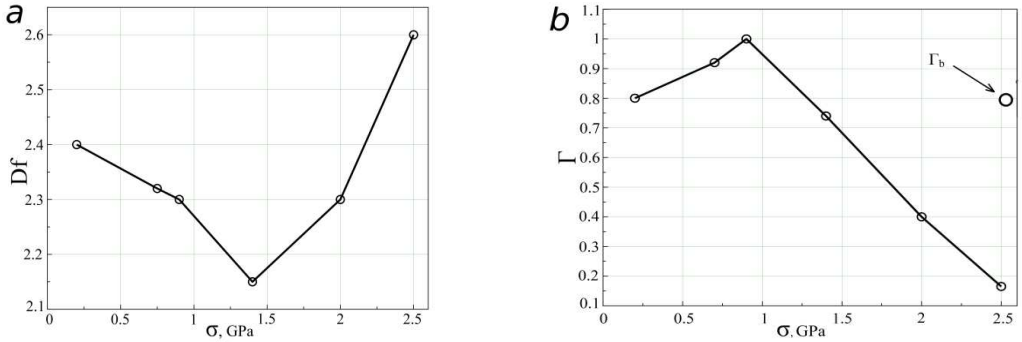


Рисунок 4 - Рассчитанные из АСМ-топограмм - зависимости фрактальной размерности (a) и значения ширин спектра сингулярностей (b) при различных напряжений

С помощью методов ОМ и СЭМ мы получили изображения исследуемой поверхности именно в той области, где *Γ* меняется на уменьшение (изображения не приводятся). Действительно, в этой области начинает формироваться трещина, а перед ее вершиной происходит частичное разглаживание поверхности, таким образом, система может переходить в монофрактальное состояние.

Для подтверждения данной гипотезы мы сняли топограммы АСМ у разорванного образца вблизи к поверхности разрыва для площадок 10 x 10μm. Оказалось, что величина ширины спектра сингулярностей для разорванного образца составляет Γ_b = 0.8, что фактически совпадает с величиной *Γ* для исходной поверхности, (см. рис. 4b) при том, что в этом случае напряжение фактически равно нулю. Это означает, что гипотеза о вкладе вершины магистральной трещины в поведении ширин спектров сингулярностей, достаточно весома.

Выводы. Топологические и статистические характеристики геометрии поверхности образцов, подвергнутых одноосному растяжению, изменяются немонотонно. С приближением разрушения, наблюдается тенденция перехода поверхности от мультифрактального к монофрактальному состоянию, которое в ряде случаев осложняется влиянием вершины магистральной трещины.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-08-00360.

Литература.

1. V. L. Hilarov, V. E. Korsukov, P. N. Butenko, V. N. Svetlov. Physics of the Solid State, Vol. 46, No. 10, 1868 (2004).

2. V. Korsukov, P. Butenko, A. Chmel. EPL 90, 26007 (2010).

3. W. Guo, Y. Meng, X. Zhang, V. Bedekar, H. Bei, at al. Acta Materialia 152, 107 (2018).

4. L. Zhang, M.Q. Tang, Z.W. Zhu, H.M. Fu, H.W. Zhang, A.M. Wang, H. Li, H.F. Zhang, Z.Q. Hu. Journal of Alloys and Compounds 638, 349 (2015).

5. G. E. Abrosimova, A. S. Aronin. Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques Vol. 12, No. 3, 492 (2018).

6. N. Sarkar, B. Chaudhuri. IEEE Trans. Syst. Man Cybern. 24, 115 (1994).

7. R.P. Yadava, S. Dwivedib, A.K. Mittala, M. Kumarc, A.C. Pandey. Appl. Surf. Sci. 261, 547 (2012).

8. M. Nasehnejad, M. Cholipour Shahraki, G. Nabiyouni. Appl. Surf. Sci. 389, 735 (2016).

МЕХАНИЧЕСКАЯ АКТИВАЦИЯ И ФОРМИРОВАНИЕ ВЫСОКОНАПОЛНЕННЫХ ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ ПОРОШКОВ, СОДЕРЖАЩИХ НИТРИД БОРА

Ковалева С.А.[1], Жорник В.И.[1], Григорьева Т.Ф.[2], Витязь П.А.[1], Ляхов Н.З.[2]
[1]Объединенный институт машиностроения НАН Беларуси, Минск, Беларусь
sveta_kovaleva@tut.by
[2]Институт химии твердого тела и механохимии СОРАН, Новосибирск, Россия,
grig@solid.nsc.ru

Перспективным способом получения композиционных порошков наполненных полимеров является технология твердофазного деформационного смешения, реализуемая в высокоэнергетических планетарных шаровых мельницах. Механическая активация (МА) полимера приводит к его модифицированию за счет изменений надмолекулярной структуры и молекулярного строения (процессов разрыва внутримолекулярных связей и процессов сшивки). Однако основополагающую роль в формировании композита в условиях МА играют фазовое состояние и степень дисперсности наполнителя, что в значительной мере определяет характер его взаимодействия с полимером и распределение в матрице.

Композиционные материалы сверхвысокомолекулярного полиэтилена (СВМПЭ) и ультрадисперсного политетрафторэтилена (УПТФЭ), наполненные дисперсными частицами карбида или нитрида бора, а также металлов (железо, вольфрам), находят различное применение как радиационно-защитные, обладающие комбинированными свойствами по защите от γ-, нейтронного и электромагнитного излучений, так и триботехнического назначения для изготовления узлов трения технических средств, эксплуатируемых в условиях холодного климата.

Целью работы является исследование влияния механической активации на формирование структурно-фазового состояния высоконаполненных композиционных порошков СВМПЭ/BN, УПТФЭ/BN, СВМПЭ/Fe/BN, УПТФЭ/Fe/BN.

В работе использовали порошки: СВМПЭ марки GUR 4120 производства Ticona GMbH с молекулярной массой $4 \cdot 10^6$ г/моль и размером частиц 100–160 мкм; УПТФЭ с размером 0.1-1.0 мкм; нитрид бора гексагональный (*h*BN) марки ГМ; железо карбонильное с размером частиц 2-5 мкм и механокомпозит состава Fe/50мас.%BN.

Были получены композиты составов СВМПЭ+90мас.%BN, УПТФЭ+90мас.%BN, СВМПЭ+90мас%Fe/BN, УПТФЭ+90мас.%Fe/BN. Механическую активацию проводили в планетарной шаровой мельнице АГО-2 в среде аргона, с водяным охлаждением. Навеска обрабатываемой смеси 10 г, скорость вращения водила 1000 об/мин. Длительность синтеза - 2 мин.

Рентгеноструктурный анализ выполнен на дифрактометре D8 Advance (Bruker, Германия) с использованием характеристического излучения CuK_α. ИК исследования проведены с использованием ИК-Фурье спектрометра Nicolet iS10 (ThermoScientific) методом нарушенного полного внутреннего отражения на кристалле алмаза в диапазоне 4000-400 $см^{-1}$.

Интенсивная механическая обработка гексагонального нитрида бора *h*BN с железом (Fe+50%BN) уже при МА 2 мин приводит к изменению фазового состава. Помимо исходных фаз Fe и *h*BN регистрируется появление кубической модификации *c*BN, а также фаз нитрида железа $FeN_{0.056}$ и борида железа Fe_2B (рис. 1, а). Появление фаз $FeN_{0.056}$ и Fe_2B указывает на значительные структурные изменения у BN. Резкое снижение интенсивности линий (002) *h*BN может быть обусловлено и его частичной аморфизацией. При использование мягких и пластичных полимеров СВМПЭ, УПТФЭ и крупных порошков *h*BN кубический нитрид бора не образуется (рис. 1, б). В тоже время в образцах УПТФЭ/BN регистрируется появление намола железа.

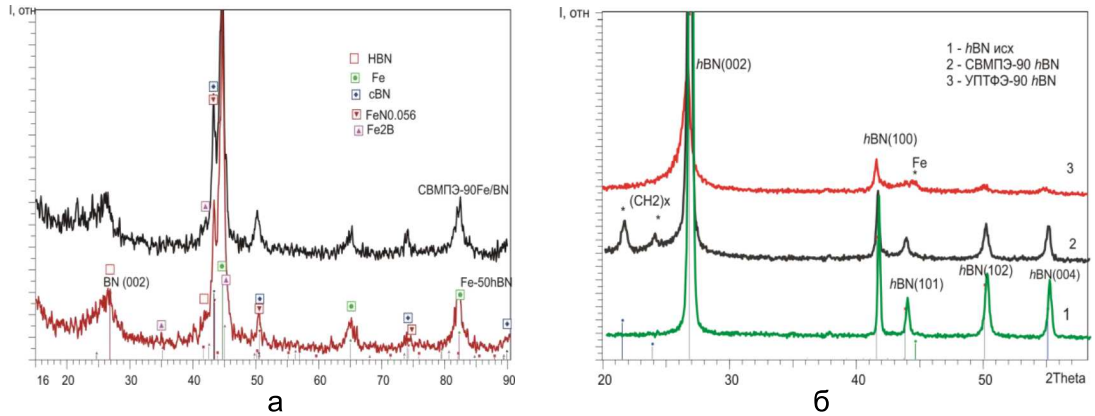


Рисунок 1 – Дифрактограммы композитов в системах: а – Fe-50% *h*BN и СВМПЭ-90% Fe/BN, б – УПТФЭ-90% *h*BN и СВМПЭ-90% *h*BN; МА 2 мин, Ar

Рентгеноструктурный анализ показал увеличение параметра *c* кристаллической решетки *h*BN в системах с железом (табл. 1). Использование пластичных полимеров приводит к замедлению измельчения кристаллитов нитрида бора. Так, размер кристаллитов L_{hBN} в композите с СВМПЭ оказывается порядка 63 нм, в то время как при использовании УПТФЭ L_{hBN} находится на уровне 12 нм.

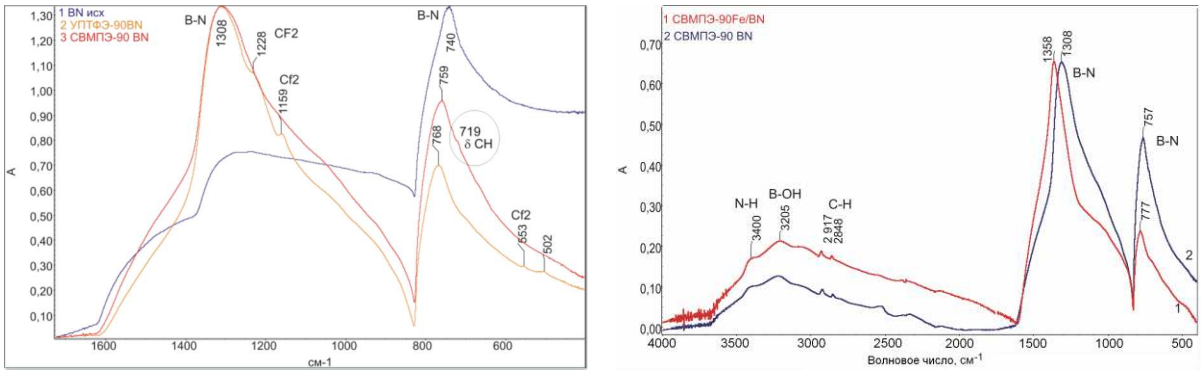
Особенностью структуры *c*BN в композитах СВМПЭ/Fe/BN и УПТФЭ/Fe/BN является увеличенный параметр кубической решетки a_{cBN} =0.3618-0.3619 нм, при этом увеличивается и размер кристаллитов с ~25 нм до ~45 нм. Формирование фазы *c*BN характерно для порошков с содержанием Fe. Можно предположить, что именно железо является катализатором перехода гексагональной фазы в кубическую [1]. Также переходу может способствовать и железо, получаемое в результате намола.

Таблица 1- Рентгеноструктурный анализ композитов на основе *h*BN после МА 2 мин

ASTM	Fe/BN	СВМПЭ/ Fe/BN	УПТФЭ/ Fe/BN	УПТФЭ/BN	СВМПЭ/BN
BN, P63/mmc *a* 0.2504 нм *c* 0.6656 нм L, нм	 0.24891 0.67206 6	 0.24845 0.67741 7	 0.24856 0.678 5	 0.24931 0.66694 12	 0.2506 0.6666 63
BN, F-43m *a* 3.6158 нм L, нм	 0.3615 24	 0.3618 41	 0.3619 45	 -	 -
Fe, Im-3m *a* 2.8664 нм L, нм	 0.28664 23	 0.2872 14	 0.2875 14	 0.2918 9	 -

Для FT-IR спектра *h*BN в области 4000-400 $см^{-1}$ характерны полосы B–N внутриплоскостных асимметричных колебаний при 1380 $см^{-1}$ и полоса межплоскостных колебаний атомов B–N–B при 817 $см^{-1}$. В полученных образцах наблюдаются ассиметричные полосы поглощения гексагонального нитрида бора с максимумом 1308 $см^{-1}$ и 757 $см^{-1}$, а также широкая полоса 1000-1100 $см^{-1}$, характерная для B_nN_m фрагментов в sp^3-гибридизации [2]. Большая ширина полосы указывает на то, что фрагменты связаны в трехмерную сетку.

Появление полос поглощения в области 3400-3000 см-^{1} указывает на наличие групп OH^- в структуре BN, что обусловлено его повышенной химической активностью по отношению к воде при аморфизации [3]. Полоса в диапазоне 3300-3200 $см^{-1}$ принадлежит валентным колебаниям B–OH, а полоса 3400 $см^{-1}$ – валентным колебаниям N–H [5].



а б

Рисунок 2 – ИК-Фурье спектры композитов: а – УПТФЭ-90% BN, СВМПЭ-90% BN, б – СВМПЭ-90% BN и СВМПЭ-90% Fe/BN; МА 2 мин, Ar

При измельчении *h*BN в процессе МА увеличиваются частоты колебаний внутриплоскостных и межплоскостных колебаний связей B-N по сравнению с исходным *h*BN, что может быть связано с усилением связи за счет увеличения содержания бора.

Значительное влияние на формирование композиционных частиц и изменение надмолекулярной структуры полимеров оказывают количество наполнителя и его дисперность. Так, при использовании крупных порошков, например *h*BN с размером частиц ~40 мкм, структура полимеров преимущественно сохраняется (в том числе и конформационная регулярность), несмотря на высокое содержание наполнителя (90 мас.%). Высокая степень наполнения полимеров приводит к небольшому сдвигу частот валентных колебаний, например для ν_{as} C−F УПТФЭ с 1209 $см^{-1}$ до 1228 $см^{-1}$, что указывает на межмолекулярное взаимодействие с наполнителем. Интегральные полосы поглощения полимера в области деформационных колебаний полностью перекрываются интенсивными полосами поглощения дисперсного наполнителя. Регистрируемые полосы кристалличности могут указывать на увеличение степени кристалличности полимеров в условиях МА и их пластичности, что приводит к наблюдаемому росту частиц чешуйчатой формы в широком размерном диапазоне 50-400 мкм с равномерным распределением в них частиц наполнителя. Окислительная деструкция в полимерах не наблюдается. Применение дисперсных порошков Fe/BN приводит к увеличению содержания групп OH^- в образце.

Работа выполнена в рамках совместного проекта БРФФИ-РФФИ при финансовой поддержке гранта БРФФИ №Т18Р-187 и гранта РФФИ № 18-53-00029.

Список литературы

1. Шульженко А.А., Боримский И.А., Боримский А.И., Соколов А.Н., Белявина Н.Н., Тимофеева И.И., Быков А.И., Ткач В.М. Влияние интенсивности механической активации на структуру гексагонального нитрида бора// Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применени . – Вып. 14. - С.370-376

2. Чуканов Н.В., Чикалин В.И., Гуров С.В., Дубовицкий Ф.И. Структурные искажения в ультрадисперсном нитриде бора // Докл. АН СССР. -1989. - Т. 307, N. 6. - С. 1376-1380.

3. Стрелецкий А. Н., Перменов Д. Г., Стрелецкий К. А. и др. Механохимия гексагонального нитрида бора. 1. Разрушение и аморфизация при механической обработке // Коллоидный журнал. - 2010. –Т.72, № 4. - С. 532–541.

ВЛИЯНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ ДВУХФАЗНОГО СПЛАВА ВТ6 НА МОДУЛЬ ЮНГА

Горнакова А.С.[1], Прокофьев С.И.[1], Страумал Б.Б. [1], Головин Ю.И. [2], Тюрин А.И.[2]

1 - Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Россия

2 - НИИ «Нанотехнологии и наноматериалы» ТГУ имени Г.Р. Державина, Тамбов, Россия, alenahas@issp.ac.ru

Введение

В настоящее время активно исследуется связь между механическими свойствами сплава ВТ6 (Ti-6Al-4V) и его микроструктурой, в частности, это связано с сильным влиянием морфологии и дисперсности фаз α и β на механические характеристики. Так например, в работах [1-3] изучалась связь модуля Юнга с размером зерна, продолжительностью отжига и содержанием ванадия в β-фазе. Однако, в настоящее время в литературе практически отсутствуют систематические данные о зависимости модуля Юнга элементов микроструктуры сплава в двухфазной области (α+β) от соотношения и дисперсности фаз α и β.

В данной работе проведено исследование влияния микроструктуры сплава ВТ6 после длительных изотермических отжигов в двухфазной области (α+β) и последующей закалки на модуль Юнга (*E*), измеренный при комнатной температуре. Целью работы была экспериментальная проверка наличия связи между химическим составом элементов микроструктуры и модулем Юнга.

Методика эксперимента

Пруток сплава диаметром 25 мм был нарезан на шайбы толщиной 5 мм, а они, в свою очередь, на четвертинки. После механической шлифовки и полировки для удаления поврежденного поверхностного слоя, образцы сплава запаивались в вакуумированные (~ $4 \cdot 10^{-4}$ Па) кварцевые ампулы и отжигались. Отжиги производились в области (α+β) при температурах: 660°C (720 час.), 670°C (840 час.), 680°C (840 час.), 700°C (672 час.), 730°C (840 час.), 760°C (744 час.), 790°C (792 час.), 800°C (840 час.), 820°C (840 час.), 840°C (720 час.) и 860°C (720 час.). После отжига образцы закаливались в воде комнатной температуры. Для выявления микроструктуры образцы механически полировали и травили в 1 % водном растворе HF.

Микроструктура образцов и определение химического состава образцов, а также присутствующих в них зерен фаз, проводились с помощью сканирующего электронного микроскопа, оснащенного энерго-дисперсионным спектрометром. Приведенные исследования показали, что сплав содержит (89,83 ± 0,07) масс.% Ti, (6,21 ± 0,05) масс.% Al, (3,92 ± 0,06) масс.% V и (0,04 ± 0,02) масс.% Fe. Модуль Юнга определяли методами микро- и наноиндентирования [4-8] с использованием нанотрибоиндентометра TI-950 Triboindenter, оснащенного индентором Берковича. Исследования проводились при комнатной температуре и постоянной нагрузке (5 мН) которая выбиралась исходя из размеров и твердости структурных составляющих сплава.

Результаты и обсуждение

На рис. 1 приведена РЭМ микрофотография сплава ВТ6 после отжига при *T*=860°C. На изображении можно видеть темные и светлые области. В результате охлаждения (закалки) эти области замещают, соответственно, зерна (αTi) и (βTi), образовавшиеся в процессе отжига. Вследствие распада растворов (αTi) и (βTi) при охлаждении эти области являются гетерофазными. Это подтверждается тем, что средний химический состав темных областей ("зерен" A на рис. 1) соответствует составу (αTi), а средний состав светлых областей ("зерен" B) - составу (βTi). РЭМ-наблюдения показывают, что "зерна" A и B состоят из колоний ламелей (αTi) и (βTi). Колонии ламелей (αTi) и (βTi) в "зернах" B можно видеть на рис. 1. В зернах A колонии

ламелей значительно более дисперсные, и поэтому не выявляются на РЭМ-изображениях при использованном увеличении.

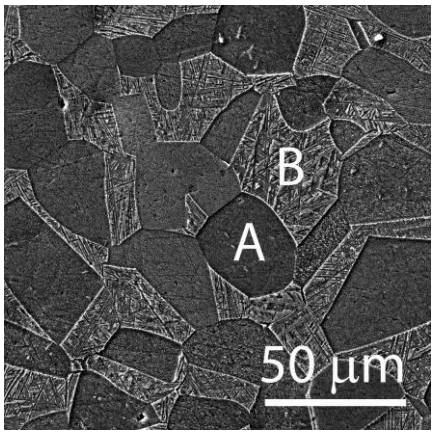


Рисунок 1 - РЭМ изображение микроструктуры сплава ВТ6 после отжига при 860°С в течение 720 часов, где светлые области - это "зерна" В, а темные – "зерна" А

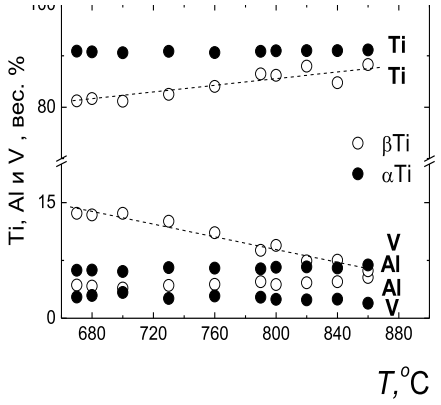


Рисунок 2 - Температурная зависимость химического состава в фазах (αTi) (черные кружки) и (βTi) (белые кружки) в сплаве ВТ6

На рис. 2 представлены зависимости концентрации компонент (титана, ванадия и алюминия) в фазах (αTi) и (βTi) от температуры отжига сплава. Полученные данные показывают, что в фазе (αTi) концентрация компонентов сплава не зависит от температуры отжига, а в (βTi) от температуры зависят только концентрации титана и ванадия. Определение числовых значений модуля Юнга (*E*) отдельных «зерен» исследованных образцов проводили по методике Оливера-Фарра [4-8] на основе характерных *P*(*h*) диаграмм. Типичная *P*(*h*) диаграмма, полученная при индентировании «зерна» А в сплаве ВТ6 (860ºС, 720 часов), представлена на рис. 3. На каждом образце для каждого типа исследуемых «зерен» проводили до 20 независимых измерений. Исследование зависимости модуля Юнга "зерен" А и В от температуры отжига показало (см. рис. 4), что в пределах разброса получаемых значений величины *E* не зависят от температуры и равны 131,4±2,6 и 119,1±4,1 ГПа для «зерен» А и В, соответственно.

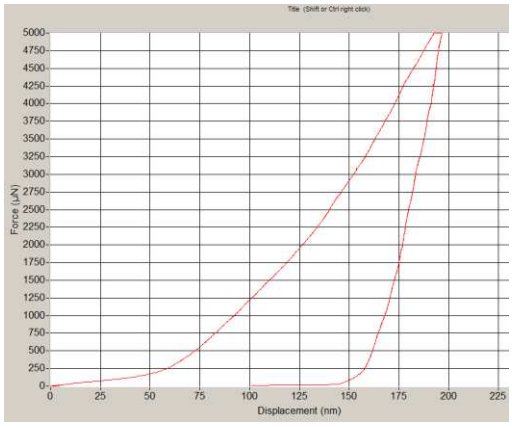


Рисунок 3 - Диаграмма сила (*P*) - деформация (*h*), полученная при индентировании «зерна» А в сплаве ВТ6 (860ºС, 720 часов)

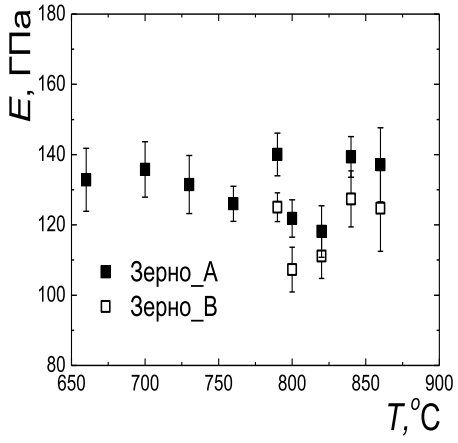


Рисунок 4 - Зависимости модуля Юнга в «зернах» А и В от температуры отжига сплава ВТ6

Также из рис. 4 видно, что средняя величина модуля Юнга в «зернах» В меньше средней величины модуля Юнга в «зернах» А. Это может быть связано с несколько большим содержанием (αTi) в «зернах» А. Действительно, в работе [2] было показано, что модуль Юнга (αTi) на 22 % выше, чем модуль Юнга (βTi). Кроме того, на различие

модулей Юнга «зерен» A и B могут влиять межфазные границы (αTi)/(βTi). Так как в «зернах» A ламели фаз (αTi) и (βTi) дисперснее, чем в «зернах» B, то в них плотность межфазных границ (αTi)/(βTi) выше. Поэтому ожидаемый вклад межфазных границ (αTi)/(βTi) в величину модуля Юнга в «зернах» A больше, чем в «зернах» B.

К сожалению, сильный разброс экспериментальных данных не позволил нам более надежно выявить в «зернах» B вероятную зависимость модуля Юнга от концентрации ванадия, см. Рис. 2.

Выводы

Показано, что модули Юнга «зерен» A и B сплава ВТ6 после длительных отжигов при 660-860°C, т.е. в двухфазной области (α+β) фазовой диаграммы, и последующей закалки в воде, в пределах разброса экспериментальных данных, не зависят от температуры отжига и составляют 131,4±2,6 и 119,1±4,1 ГПа в «зернах» A и B, соответственно. Это различие может быть обусловлено с большей долей (αTi) в «зернах» A, а также возможным влиянием межфазных границ (αTi)/(βTi).

Благодарность

Авторы выражают глубокую благодарность А.Н. Некрасову (ИЭМ РАН) за съемку микроструктуры образцов и определение состава фаз. Подготовка образцов и проведение микроструктурных исследований выполнены при поддержке гранта РФФИ (проект 16-03-00285). Проведение исследований локальных физико-механических свойств выполнено при поддержке гранта РФФИ (проект № 17-48-680817).

Литература

1. Мурзинова М.А., Жеребцов С.В., Салищев Г.А. ЖЭТФ, 149 (4), 815 (2016).
2. Трофимов Е.А., Шаяхметов Р.У., Лутфуллин Р.Я. Перспективные материалы, S15 (2013).
3. Lutfullin R.Ya., Trofimov E.A., Kashaev R.M., Sitdikov V.D., Lutfullin T.R. Letters on materials, 7(1), 12 (2017).
4. Oliver W.C., Pharr G.M. J. Mater. Res. 19(1), 3 (2004).
5. Головин Ю.И. Наноиндентирование и его возможности. М.: Машиностроение, 2009.
6. Головин Ю.И. ФТТ, 50(12), 2113 (2008).
7. Golovin Yu.I., Tyurin A.I., Aslanyan E.G., Pirozhkova T.S., Vorobev M.O. Measurement Techniques. 59(9), 911 (2016).
8. Головин Ю.И., Тюрин А.И., Асланян Э.Г., Пирожкова Т.С., Васюков В.М. ФТТ, 59(9), 1778 (2017).
9. Murray J.L. Bull. Alloy Phase Diagr. 3, 74 (1982).

ВЛИЯНИЕ НАПРЯЖЕННО-ДЕФОРМИРОВАННОГО СОСТОЯНИЯ НА СТРУКТУРУ И ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА МЕДИ М0Б ПОСЛЕ РАЗЛИЧНЫХ СХЕМ РАВНОКАНАЛЬНОГО УГЛОВОГО ПРЕССОВАНИЯ

Сенникова Л.Ф., Волкова Г.К., Ткаченко В.М., Гангало А.Н.
Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина, Донецк, Украина, sennikova_lf@ukr.net

В современном материаловедении одним из развивающихся направлений является получение объемных наноструктурных материалов. На данный момент для трансформации исходной крупнокристаллической структуры в ультрамелкозернистую развит целый ряд технологий [1]. Особое внимание уделяется технологиям, основанным на способах создания в материалах больших пластических деформаций, в результате чего в материале формируется ультрамелкозернистая структура, которая позволяет получить высокие физико-механические свойства [2, 3].

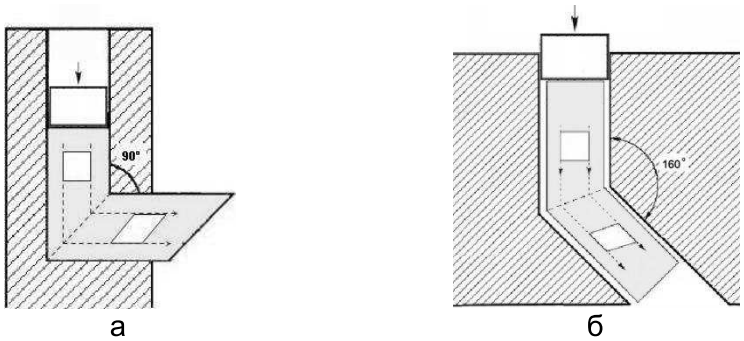
Одним из наиболее известных методов интенсивной пластической деформации является равноканальное угловое прессование (РКУП).

Предполагается, что накопление больших значений суммарной деформации с малыми разовыми степенями вносит меньше деформационных повреждений в материале, чем обычно применяемые большие разовые деформации, что позволит повысить прочностные свойства материала.

Поэтому, в работе были использованы схемы равноканального углового прессования, позволяющие деформировать материал при сдвиговой деформации в дробном режиме, $e < 1$ и при традиционной деформации, $e \geq 1$.

Целью настоящей работы являлось оценить степень напряженно-деформированного состояния меди М0б после указанных схем РКУП, исследуя влияние деформации на прочность, деформационную пористость и тонкую структуру материала.

Исходным материалом служили заготовки меди М0б, отожженные при температуре 600˚С в течение 2 часов. Деформационную обработку образцов осуществляли при комнатной температуре по двум схемам РКУП, представленным на рис.1 а, б. Первая схема обработки заключалась в продавливании заготовки через каналы деформирующей матрицы с углом пересечения каналов $\Theta = 90^\circ$. Разовая эквивалентная деформация за один цикл прессования составляла $e = 1$. При второй схеме обработки использовалась деформирующая матрица с углом пересечения каналов $\Theta = 160^\circ$. Разовая эквивалентная деформация за один цикл прессования составляла $e = 0.2$. В обеих схемах обработки после каждого цикла прессования осуществлялся поворот заготовки на 180˚. Накопленная суммарная деформация образцов в первом и во втором случаях была одинакова.

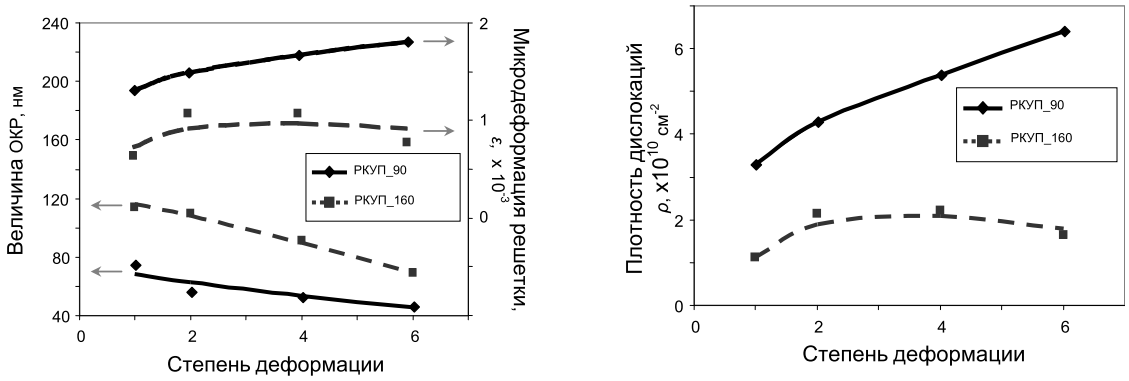


а б

Рисунок 1- Схемы деформационной обработки заготовок методом РКУП с разными углами пересечения каналов Θ (а - $\Theta = 90^\circ$, б - $\Theta = 160^\circ$)

Рентгеноструктурные исследования тонкой структуры показали, что при больших накопленных деформациях в случае применения дробного режима, уровень микродеформации решетки меди и плотность хаотично расположенных дислокаций меньше на порядок по сравнению с образцами после традиционного РКУП (рис.2), а

значит и уровень разуплотнения решетки меньше. В тоже время наблюдается интенсивное измельчение блоков мозаики, исходная их величина – 117 нм.



а б

Рисунок 2 - Данные рентгеноструктурного анализа для меди, деформированной разными режимами РКУП: а - величина ОКР и микродеформаций решетки, б – плотность дислокаций в меди в зависимости от степени деформации

При деформировании наряду с микронапряжениями в кристаллической решетке возникают макронапряжения I рода. Результаты расчетов макронапряжений (табл. 1) после деформации по разным схемам РКУП свидетельствуют о том, что после обеих схем деформации в тонком приповерхностном слое все остаточные напряжения (ОН) одного знака – сжимающие, но разные по абсолютной величине.

Таблица 1- Величина макронапряжений в меди после деформации РКУП

Степень деформации, e	Остаточные напряжения $\sigma_{ост}$, МПа	
	РКУП ($\theta = 90^0$)	РКУП ($\theta = 160^0$)
1	- 36,7	- 277,0
2	- 347,0	- 277,0
4	- 623,2	- 277,0
6	- 574,8	0
15	- 287,0	-

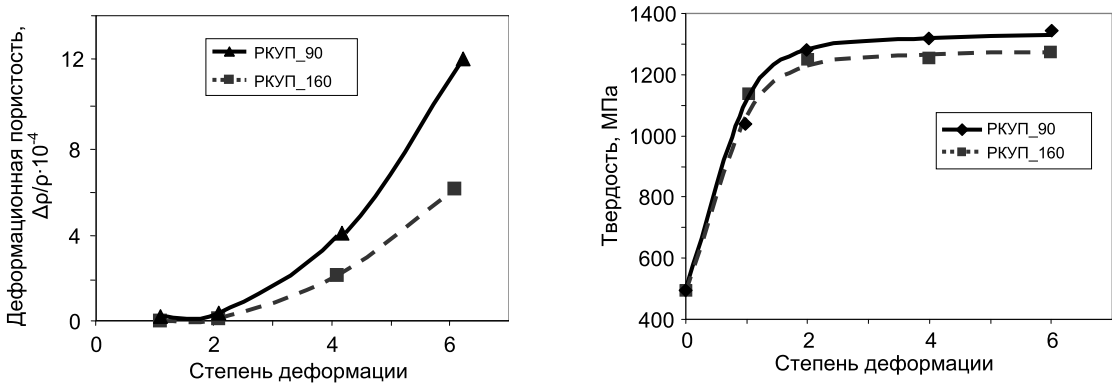
Деформирование в дробном режиме ($e < 1$) с пересекающимися каналами под углом 160˚ сопровождается одинаковым уровнем остаточных напряжений во всех образцах, за исключением образцов где $\Sigma e = 6$. Кажущееся отсутствие ОН в приповерхностном, тонком слое указывает на то, что в соседнем, глубь лежащем слое, присутствуют напряжения равные по модулю, но противоположные по знаку.

Следовательно, деформация по этому режиму идет сравнительно однородно, чего нельзя сказать о деформации по схеме с углом 90˚ ($e \geq 1$). В этом случае кривая зависимости величины остаточных напряжений от степени деформации носит немонотонный характер. Максимальные сжимающие напряжения присутствуют в образцах после деформации с суммарной степенью $e = 4$ и $e = 6$, а минимальные - в образцах после деформации $e = 1$. Обращает на себя внимание тот факт, что в образцах после 2 проходов ($\Sigma e = 2$) остаточные напряжения почти на порядок больше, чем после одного прохода. То есть, при такой схеме деформирования уровень остаточных напряжений распределяется неравномерно, что может сказываться на увеличении деформационной пористости материала.

Установлено, что при деформации РКУП с большой суммарной степенью, но в дробном режиме ($e < 1$), деформационная пористость меди меньше по сравнению с традиционным РКУП, где $e \geq 1$ (рис. 3а).

Сравнительный анализ физико-механических свойств образцов, полученных по двум разным схемам РКУП, показал, что плотность образцов при сдвиговой деформации в дробном режиме ($e = 0.2$) немного выше, а твердость, как и для других

методов ИПД [4], интенсивно повышается в пределах деформации до Σe~2, а далее меняется незначительно (рис. 3б).



а б

Рисунок 3 - Влияние степени деформации РКУП на деформационную пористость (а) и твердость (б) меди после различных схем обработки

Проведенный анализ напряженно-деформированного состояния образцов после деформации РКУП по традиционному и дробному режимам свидетельствует о том, что все структурно- чувствительные характеристики тонкой структуры – блоки мозаики, микро- и макронапряжения, плотность дислокаций, твердость и деформационная пористость являются взаимозависимыми и взаимосвязанными друг с другом и с дислокационной структурой.

Экспериментально показано, что деформация РКУП в дробном режиме является более предпочтительной с точки зрения дефектной структуры, так как обеспечивает менее напряженное состояние кристаллической структуры при достаточно высокой твердости материала.

Список литературы

1. Валиев, В.З., Александров И.В.. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией.- М. : «Логос». - 2000. - 272 с.

2. Рыбин В.В. Большие пластические деформации и разрушение металлов. – М.: «Металлургия». – 1986. – 223 с.

3. Черемской П.Г., Слезов В.В., Бетехтин В.И. Поры в твердом теле. – М.: Энергоатомиздат, 1990. – 376 с

4. Влияние больших пластических деформаций на структуру и свойства меди М0б / Л.Ф.Сенникова, А.А.Давиденко, В.М.Ткаченко, Л.С.Метлов // Вопросы материаловедения. – 2017. – Т. 89, № 1. – С. 92-98.

ПРОЧНОСТЬ И МЕХАНИЗМ СТАТИЧЕСКОГО РАЗРУШЕНИЯ ТИТАНОВОГО СПЛАВА ВТ8М-1 С УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОЙ СТРУКТУРОЙ, ПОЛУЧЕННОЙ ПУТЕМ РОТАЦИОННОЙ КОВКИ

Клевцов Г.В.[1], Валиев Р.З.[2], Семенова И.П.[2], Клевцова Н.А.[1], Мерсон Е.Д.[1], Линдеров М.Л.[1], Пигалева И.Н.[1]

[1)] Тольяттинский государственный университет, Тольятти, Россия, Klevtsov11948@mail.ru

[2)] НИИ Физики перспективных материалов УГАТУ, Уфа, Россия, rzvaliev@outlook.com

Объемные металлические материалы с УМЗ структурой, полученные путем интенсивной пластической деформации (ИПД), обладают высокой твердостью и прочностными характеристиками при растяжении [1, 2]. Это способствует внедрению их в различные области техники, в первую очередь, связанные с работой в экстремальных условиях. Кроме указанных прочностных свойств, важны и другие характеристиками конструктивной прочности, в первую очередь, трещиностойкость материала.

Целью настоящей работы является установление закономерности влияния УМЗ структуры, полученной путем ротационной ковки (РК), на статическую трещиностойкость и механизм разрушения титанового сплава ВТ8М-1.

Материал и методики исследования. В качестве материала исследовали титановый сплав ВТ8М-1 (табл. 1). Пруток диаметром 70 мм и длиной 1000 мм подвергали термообработке (ТО) путем нагревания сплава до температуры 940°С, последующей закалки в воде, отжига в течение часа при 700^0С и охлаждения на воздухе для получения глобулярно-пластинчатой структуры. УМЗ состояние было получено путем последующей ротационной ковки (РК) при температуре 750 ^{0}С, e ≈ 1,7, $V_{деф.}$ выше 300 мм $с^{-1}$.

Таблица 1 – Химический состав титанового сплава ВТ8М-1 (в % по массе)

Al	Mo	Zr	Sn	Fe	Ti
5,7	3,8	1,2	1,3	0,1	Основа

Исследование тонкой структуры сплава проводили с использованием растровой сканирующей электронной микроскопии (РЭМ) и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) JEOL JEM-2100.

Испытания сплава на твердость проводили на твердомере ТН 300. Статическое растяжение цилиндрических образцов диаметром 3 мм при температурах 20 и -196 ^{0}С проводили на универсальной испытательной машине Н50КТ согласно ГОСТ 1497-84 и ГОСТ 22706-77. Скорость растяжения составляла 5 мм/мин. Испытание сплава на статическую трещиностойкость ($К_{1С}$) проводили на призматических образцах толщиной 10 мм по схеме трехточечного изгиба, согласно ГОСТ 25.506-85, в среде жидкого азота с помощью специально разработанного дюара. Микрофрактографические исследования изломов проводили в РЭМ SIGMA фирмы «ZEISS», а также с помощью конфокального лазерного сканирующего микроскопа (КЛСМ) Lext OLS4000.

Результаты исследования и их обсуждение. В исходном состоянии титановый сплав ВТ8М-1 имеет смешанную глобулярно-пластинчатую структуру. Средний размер первичной α-фазы составляет 5 мкм, а толщина α ламелей - 0,2 мкм.

Микроструктура после последующей термообработки (ТО) представляла собой глобулярно-пластинчатую структуру, состоящую из ламелей α-фазы толщиной 0,12 мкм, разделенных β-фазными прослойками, и 25% глобулярной первичной α-фазы со средним размером глобул 2,7 мкм. После ТО и ротационной ковки (РК) пластинчатая составляющая сплава ВТ8М-1 практически полностью трансформируется в глобулярную. При этом средний размер глобулярных зерен первичной α-фазы после

деформации составил около 3 мкм. Исследование тонкой структуры сплава показало, что деформация структурных составляющих протекала неоднородно. В структуре образца после РК средний размер субзерен в результате деформации и фрагментации пластин α-фазы был заметно меньше и варьировался от 0,2 до 0,3 мкм. При этом зерна первичной α-фазы были фрагментированы новыми субзеренными границами.

Из таблицы 2 видно, что термическая обработка + ротационная ковка по вышеуказанным режимам повышает твердость сплава ВТ8М-1 в 1,1 раза, прочностные свойства при растяжении – в 1,2 раза; при этом пластичность снижается в 1,4 раза. Понижение температуры испытания до -196 ^{0}С дополнительно повышает прочностные свойства сплава и незначительно снижает пластические свойства сплава в УМЗ состоянии.

Таблица 2 – Размер зерна и механические свойства сплава ВТ8М-1

Материал	Состояние	Т, ^{0}С	$d_{ср.}$, мкм	НВ	$\sigma_в$, МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ, %
ВК8М-1	Исходное (КЗ)	20	5	331	1017±20	949±25	15,7±0,4
		-196	-	-	1613±10	1505±20	13,5±1,7
	После РК (УМЗ)	20	0,2-0,3	352	1216±10	1137±15	11,0±2,0
		-196	-	-	1802±5	1685±10	10,1±0,8

Результаты испытаний образцов на $К_{1С}$ показали (табл. 3), что статическая трещиностойкость УМЗ сплава ВК8М-1 (после РК) в 1,4 раза ниже по сравнению с исходным КЗ состоянием. При этом, согласно ГОСТ 25.506-85, независимо от состояния сплава, все образцы разрушились в условиях плоской деформации (ПД) (табл. 3). Ровная, однородная поверхность и незначительные губы среза на поверхности изломов (не более 5%) (рис. 1 а, г) также свидетельствует [2] о том, что разрушение образцов произошло в условиях ПД, хотя поверхность изломов УМЗ сплава наклонена в среднем на 15-25^0 (рис. 1 г).

Таблица 3 – Статическая трещиностойкость ($К_{1С}$) сплава ВК8М-1 в различном состоянии и критерии реализации условий ПД по ГОСТ 25.506-85

Состояние	$К_{1С}$, МПа$\sqrt{м}$	$t/(К_{1С}/\sigma_{0,2})^2$	P_{max}/P_Q	$\varphi_с$, %
Исходное (КЗ) состояние	48±0,66	9,8	1,0	0,5
После РК (УМЗ)	34±0,68	24,6	1,0	0,0

Микрофрактографический анализ показал, что, независимо от состояния сплава, страгивание статической трещины (рис. 1 б, д) не сопровождалось формированием вязкой зоны сдвига θ [3]. Микрорельеф статических изломов титанового сплава ВК8М-1, как в исходном КЗ состоянии, так и после РК (в УМЗ состоянии) состоит из хаотично расположенных сравнительно гладких гребней, причем микрорельеф УМЗ сплава более мелкий, чем микрорельеф КЗ сплава (рис. 1 в, е). Аналогичный микрорельеф авторы ранее наблюдали при статическом разрушении титанового сплава ВТ6 [4] и ударном разрушении титана Grade 4 (ГПУ решетка) [2]. Морфология поверхности изломов титанового сплава ВК8М-1 в исходном состоянии и после РК, наблюдаемая в КЛСМ в 3D-формате, сильная локализация пластической деформации у поверхности изломов при отсутствии утяжки, а также наличие одной пластической зоны под поверхностью изломов (как показали результаты рентгеновских исследований), указывают на иной механизм образования таких гребней по сравнению с механизмом образования гребней при ямочном микрорельефе.

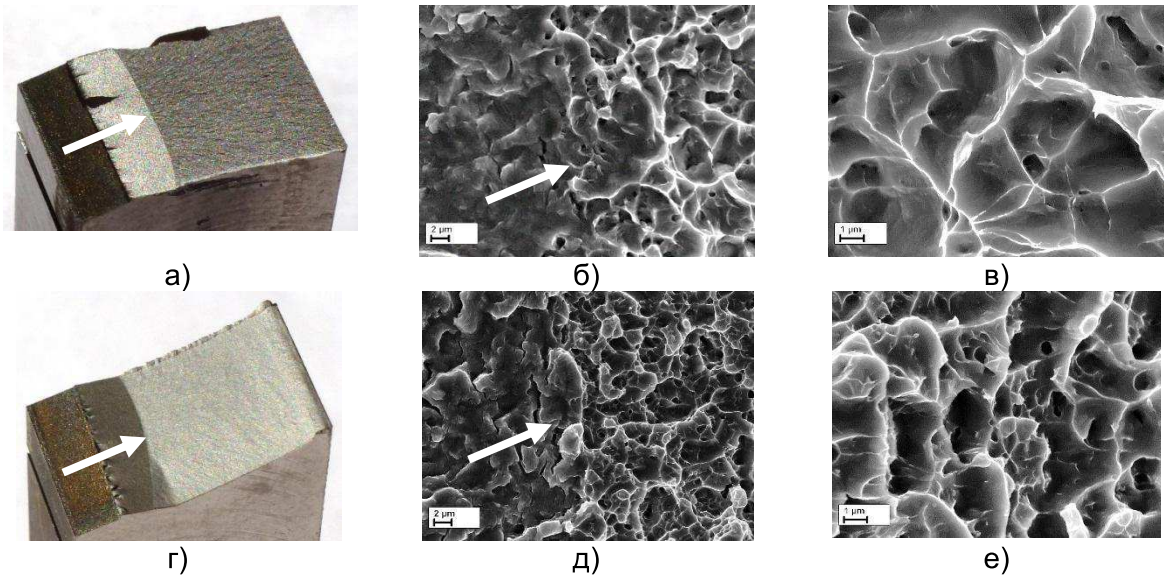


Рисунок 1 – Общий вид изломов образцов из ВТ8М-1 в исходном КЗ состоянии (а) и в УМЗ состоянии (г), а также соответствующий микрорельеф в области страгивания статической трещины (б, д) и в области статического разрушения (в, е). Стрелками показана область страгивания статической трещины. б, д- х3000; в, е- х8000 (РЭМ)

Заключение. Показано, что РК сплава ВТ8М-1 по предложенному режиму формирует глобулярную структуру со средним размером субзерен α-фазы от 200 до 300 нм. При этом твердость сплава повышается в 1,1 раза, прочностные свойства при растяжении – в 1,2 раза, а пластичность снижается в 1,4 раза. Понижение температуры испытания до -196 ^{0}С дополнительно повышает прочностные и незначительно снижает пластические свойства сплава в УМЗ состоянии.

Результаты испытания образцов из сплава ВТ8М-1 на статическую трещиностойкость показали, что значение $К_{1С}$ УМЗ сплава, полученного путем РК, в 1,4 раза ниже по сравнению с исходным КЗ состоянием. Микрорельеф статических изломов сплава как в КЗ, так и в УМЗ состоянии состоит из хаотично расположенных сравнительно гладких гребней. Морфология поверхности таких изломов, сильная локализация пластической деформации и наличие одной пластической зоны под поверхностью изломов указывают, по мнению авторов, на иной механизм образования таких гребней по сравнению с механизмом образования гребней при ямочном микрорельефе.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект 18-08-00340_ а).

Список использованных источников

1. Ruslan Z. Valiev, Alexander P. Zhilyaev, Terence G. Langdon. Bulk Nanostructured Materials: Fundamentals and Applications. Hoboken, New Jersey: John Wiley & Sons (2014), 440 p.

2. Клевцов Г.В., Бобрук Е.В., Семенова И.П., Клевцова Н.А., Валиев Р.З. Прочность и механизмы разрушения объемных наноструктурированных металлических материалов: учебное пособие. Уфа, РИК УГАТУ, 2016.- 240 с.

3. Ботвина Л.Р. Кинетика разрушения конструкционных материалов.- М: Наука, 1989.- 230 с.

4. Клевцов Г.В., Валиев Р.З., Семенова И.П., Клевцова Н.А., Мерсон Е.Д., Пигалева И.Н., Линдеров М.Л. Прочность и механизм разрушения титанового сплава ВТ6 с ультрамелкозернистой структурой при однократных видах нагружения в широком интервале температур // Деформация и разрушение, 2017.- № 10.- С. 41-46.

ИССЛЕДОВАНИЕ ОСОБЕННОСТЕЙ ПРОЦЕССА ИЗОСТАТИЧЕСКОЙ КАРБОНИЗАЦИИ КАМЕННОУГОЛЬНОГО ПЕКА ПРИ ПОЛУЧЕНИИ УГЛЕРОД-УГЛЕРОДНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

[1] Антанович А.А., [2] Колесников С.А.
[1]ФГБУН институт физики высоких давлений Российской Академии наук, Москва, Троицк, Россия, antanov@hppi.troitsk.ru
[2]АО «НИИ конструкционных материалов на основе графита», Москва, Россия, Skolesnikov02@mail.ru

В технологической операции изостатической карбонизации каменноугольного пека, как одной из наиболее важных операций при производстве углерод-углеродных композиционных материалов (УУКМ), имеет место ряд разнородных физических процессов: пропитка под давлением углеродного каркаса высокомолекулярными пеками, не смачивающими поверхность углеродного волокна; конденсация летучих веществ при сверхкритических условиях в жидкой среде расплава; пиролитические и рекомбинационные реакции образования твёрдого углеродного вещества. В единый технологический цикл входят так же высокотемпературные операции карбонизации с завершением формирования электронной структуры и в ряде случаев кристаллизации углеродного вещества – графитирования. Такие блоки технологических операций сопровождаются разнонаправленными результатами: одни способствуют повышению плотности, прочности, теплопроводности, модуля упругости, реализации свойств армирующего наполнителя в матрице, другие, наоборот, приводят к снижению перечисленных свойств.

При производстве УУКМ по изостатической технологии для тех или иных целей требуемые эксплуатационные характеристики материала достигаются повторением циклов «пропитка и карбонизация под давлением» (ПКД) и «высокотемпературная обработка» (ВТО) до достижения требуемого уровня плотности материала. Циклы ПКД проводятся при давлениях до 100 МПа, циклы ВТО при температуре до ~ 2200ºС в вакууме.

Ниже приведены результаты исследований некоторых особенностей процесса изостатической карбонизации каменноугольного пека. При этом процессы изостатической карбонизации проводились в аппаратах высокого давления (АВД), в которых в качестве передающей давление средой применяется сыпучее вещество, например, сухой песок [1]. Исследования проводились как при использовании промышленных АВД с внутренним диаметром 800 и 1000 мм (АВД-800 и АВД-1000), так и в модельном АВД-150 с внутренним диаметром 150 мм. Все другие геометрические размеры АВД-150, а также размеры контейнеров, в которых производится термобарическая обработка материала, подобны размерам промышленных АВД и контейнеров как отношения внутренних диаметров аппаратов для обеспечения подобия условий передачи давления на образец.

В частности, на модельном АВД-150 экспериментально исследована зависимость выхода кокса для высокотемпературного каменноугольного пека от максимального давления изостатической карбонизации. Выход кокса или коксовое число (в %) определяется как отношение массы твердого продукта карбонизации к массе загруженного в контейнер каменноугольного пека. Например, коксовое число среднетемпературного пека при проведении карбонизации при атмосферном давлении составляет ~ 44%, высокотемпературного пека ~ 60%. Результаты этого исследования для высокотемпературного каменноугольного пека приведены на рисунке 1. Там же показаны уровни коксового числа при атмосферном давлении как для среднетемпературного пека (1), так и для высокотемпературного пека (2). Как видно из рисунка эффективное влияние давления при изостатической карбонизации заметно уже на уровне 10 МПа. Коксовое число достигает величины ~86% при давлении 100 МПа, которое является максимальным давлением в промышленной технологии производства ряда УУКМ. Приведенные в этой части результаты получены при непосредственном участии Н.А. Бурякова.

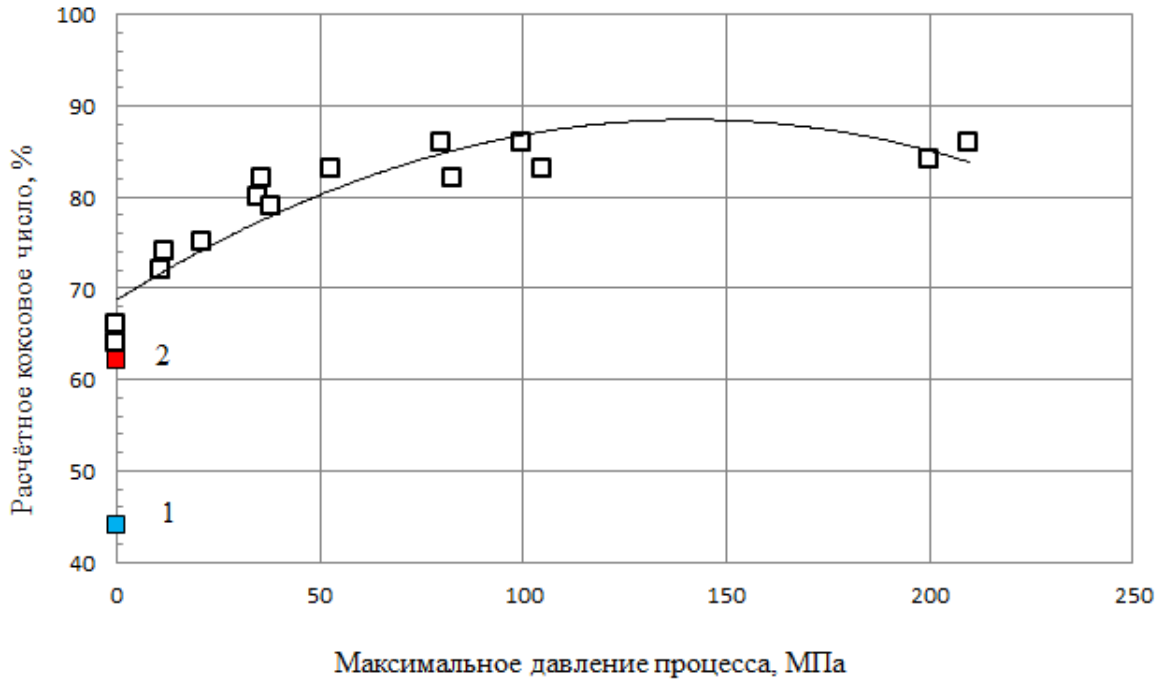


Рисунок 1- Зависимость коксового числа высокотемпературного каменноугольного пека от давления

Исследованы также процессы совершенствования кристаллической структуры УУКМ в процессе уплотнения материала в четырех последовательных циклах ПКД-ВТО. Так как в УУКМ основными элементами являются углеродное волокно и углеродная матрица, то следует ожидать, что структурные изменения происходят в обоих этих компонентов. Рентгеноструктурный анализ структурных характеристик образцов материала проводили по стандартной методике [2]. По результатам этого анализа на каждом этапе уплотнения были определены значения степени графитации материала *g* по формуле

$$g = \frac{d_{002} - 0{,}335}{0{,}344 - 0{,}335} \qquad (1)$$

Здесь d_{002} - межплоскостного расстояния в структуре исследуемого компонента УУКМ в нанометрах, 0,335 - межплоскостного расстояния в структуре природного графита, 0,344 - межплоскостного расстояния в турбостратной структуре графита.

Было обнаружено, что структура углеродных волокон при этом существенно не изменяется: толщина кристаллитов L_c возрастает незначительно от 4 до 6,3 нм, ширина кристаллитов L_a остается практически постоянной на уровне 4 нм, а межплоскостное расстояние d_{002} уменьшается от 0,349 до 0,345 нм. Структура углеродной матрицы при уплотнении материала изменяется более существенно: значение L_c возросло от 29 нм до 36 нм, значение L_a – от 17 нм до 28 нм, d_{002} сократилось с 0,341 нм до 0,337 нм. В итоге степень графитации матрицы УУКМ выросла от 35 до 70%. Зависимость изменения степени графитации матрицы от количества циклов уплотнения ПКД-ВТО представлена на рисунке 2.

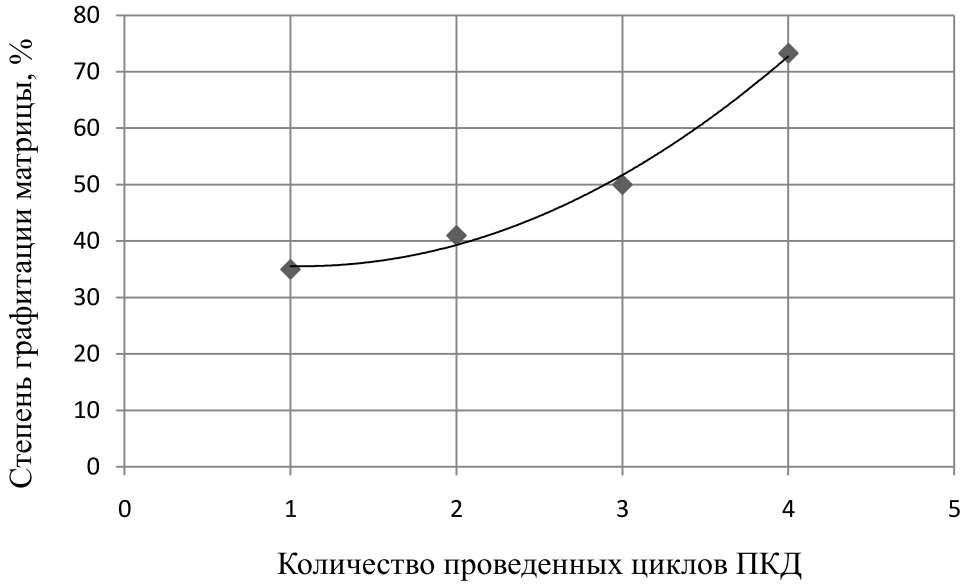


Рисунок 2 - Зависимость степени графитации матрицы УУКМ от количества проведенных циклов ПКД-ВТО

В заключении этой работы приведем результаты анализа кинетики процессов формирования коксовой матрицы УУКМ при изостатической карбонизации. Как показано ранее [1,2], основными технологическими этапами процесса являются прогрев контейнера с заготовкой УУКМ до температуры, при которой вязкость каменноугольного пека минимальна, пропитка каркаса расплавом этого пека, карбонизация под давлением и охлаждение контейнера. На изостатическую карбонизацию заготовка УУКМ поступает после предварительной обработки, состоящей из трех циклов пропитки каркаса из углеродных волокон среднетемпературным каменноугольным пеком и последующей карбонизации при атмосферном давлении. Плотность каркаса перед предварительной обработки составляет 0,58-0,60 г/см^3, а плотность заготовки УУКМ после предварительной обработки составляет 0,95-1,08 г/см^3. Этот уровень плотности обеспечивает прочность материала заготовки на уровне 10 МПа, достаточную для проведения первого цикла ПКД-ВТО и обеспечивающую отсутствие усадочных явлений при воздействии высоких давлений. Поэтому можно считать, что плотность УУКМ в процессе изостатической карбонизации возрастает только за счёт увеличения массы углеродной матрицы в результате внутримолекулярных химических превращений. Для исследования влияния температуры процесса на уплотнение композита при операции изостатической карбонизации были проведены измерения кажущейся плотности материала после каждого цикла ПКД-ВТО. Полученные результаты представлены на рисунке 3. Цифрами 1 и 2 в поле рисунка обозначены уровни плотности, соответственно, каркаса и заготовки УУКМ после предварительного уплотнения.

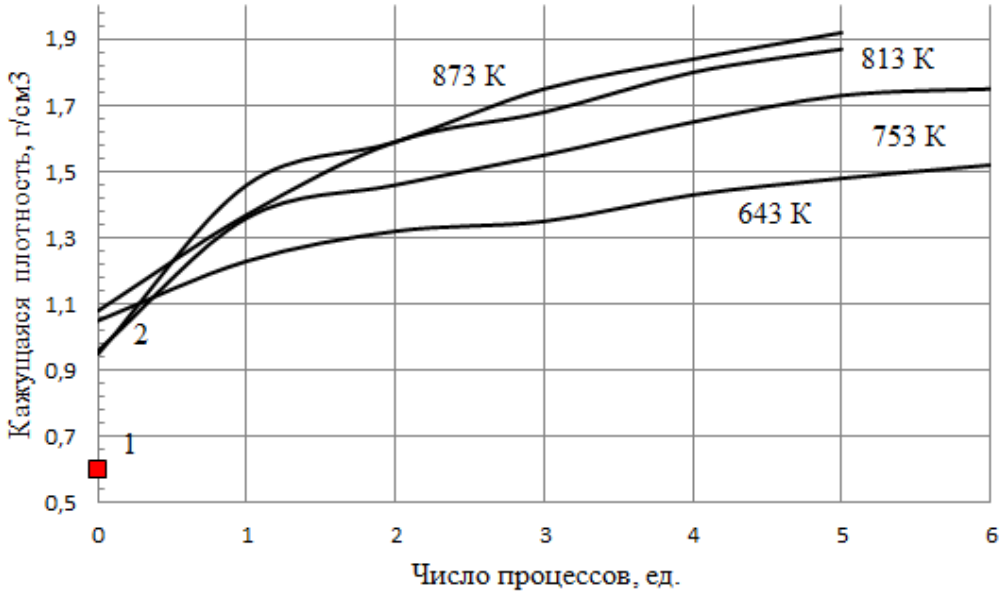


Рисунок 3 - Зависимость изменения кажущейся плотности образцов УУКМ от температуры при операции изостатической карбонизации

Энергию активации *E* процесса увеличения плотности $\Delta\rho$ от числа процессов ΔN и абсолютной температуры карбонизации *T* можно определить из экспоненциального уравнения

$$\frac{\Delta\rho}{\Delta N} = kexp\left(-\frac{E}{T}\right) \qquad (2)$$

обработкой в логарифмическом масштабе зависимостей из рисунка 3. Полученные результаты приведены в Таблице 1.

Таблица 1 – Энергия активации процесса уплотнения УУКМ после каждого цикла ПКД-ВТО

Порядковый номер цикла	1	2	3	4	5
E, кДж/моль	13,7	13,2	15,7	14,0	12,1

Полученные значения энергии активации определены на каждом этапе уплотнения с коэффициентами парной корреляции не ниже 0,96. Среднее значение энергии активации составляет 13,65 кДж/моль. Столь низкий уровень энергии активации процесса уплотнения материала за счёт химических процессов пиролиза и физических процессов конденсации массы указывает на значительную роль в целом диффузионных процессов.

Список литературы

1. А.А. Антанович, С.А. Колесников. Изостатические технологии при изготовлении углеродных конструкционных материалов. Монография «Перспективные материалы и технологии», Витебск, 2017. - Том 1, Глава 13. - С. 203-216.

2. А.А. Антанович, С.А. Колесников. Развитие структуры и формирования свойств углерод-углеродных композиционных материалов при изостатической технологии получения углеродных матриц. Монография «Перспективные материалы и технологии», Витебск, 201. - Том 1, Глава 10. - С.182-191.

ИЗУЧЕНИЕ ВЛИЯНИЯ ТЕРМОВРЕМЕННЫХ ПАРАМЕТРОВ ПРОЦЕССА ЛИТЬЯ НА ОБРАЗОВАНИЕ ДИФФУЗИОННОЙ ПЕРЕХОДНОЙ ЗОНЫ В СЛОИСТЫХ МАТЕРИАЛАХ

Марукович Е. И., Сазоненко И. О., Харьков В. А.
Институт технологии металлов НАН Беларуси, Могилев, Беларусь,
kharckov@itm.by

Основной сложностью получения биметаллического соединения меди и алюминия с высокими физико-механическими свойствами переходной зоны (высокими значениями электропроводности и пластичности) является наличие интенсивных процессов диффузии меди в алюминии и сопутствующего процесса образования химического соединения – интерметаллида. При этом характер диффузии в поликристаллических твердых металлах и сплавах сложнее чем в расплавах этих же металлов и сплавов. Для расплавов характерна объемная диффузия в то время как для поликристаллических тел это обычно комбинация объемной диффузии и диффузии по границам зерен [1]. Существенно и различие энергий активации этих двух путей протекания диффузии, так энергия активации зернограничной диффузии примерно в два раза меньше, чем энергия активации объемной диффузии. Также известно, что процессы диффузии описывается уравнениями Фика и в общем случае зависят от температурных и временных параметров [2]. С учетом этих фактов, были проведены исследования влияния параметров процесса литья и охлаждения на величину диффузионной переходной зоны биметаллического соединения Al – Cu получаемого с использованием жидкофазных методов.

Для получения максимального межслоевого сцепления, при формировании биметалла системы медь-алюминий, в ходе проведения экспериментов использовали жидкую защитную среду на основе расплавов флюса ФА-40. Использование флюса в качестве защитной среды эффективно защищает подложку и жидкий металл от окисления атмосферным кислородом, попутно обеспечивая удаление хемосорбированных и адсорбированных слоев посредством термодеструкции и растворение поверхностных окислов.

Эксперименты по получению биметалла Al – Cu проводились при постоянной температуре заливаемого жидкого алюминия и варьируемой величиной температуры подогрева медной подложки. Температура жидкого алюминия, заливаемого на медную подложку выбиралась исходя из соображения его минимального перегрева, достаточного для получения биметаллического соединения. Анализируя данные предшествующих экспериментов, температуру подогрева жидкого алюминия в печи приняли на уровне 700°С. Минимальную температуру подогрева медной подложки, также исходя из данных предшествующих экспериментов, определили на уровне 600°С. Данная температура подогрева подложки обеспечивает достаточную жидкотекучесть флюса ФА-40, что позволяет получить минимальное количество включений флюса в переходной зоне биметаллического соединения. Таким образом изучение влияния подогрева медной подложки, на величину переходной зоны, проводили на интервале температур 600 - 690°С с температурным шагом 30°С.

В первой серии экспериментов изучалась зависимость размера переходной зоны при естественном охлаждении на воздухе полученного биметаллического образца. После получения образцов биметаллических соединений из них были изготовлены продольные шлифы. Микроструктура переходной диффузионной зоны Al – Cu изучалась с использованием программно – аппаратного комплекса CarlZeiss

AxioTech 100 Vario. На рисунках 1, 2, 3, 4 представлены микроструктура переходной зоны Al – Cu.

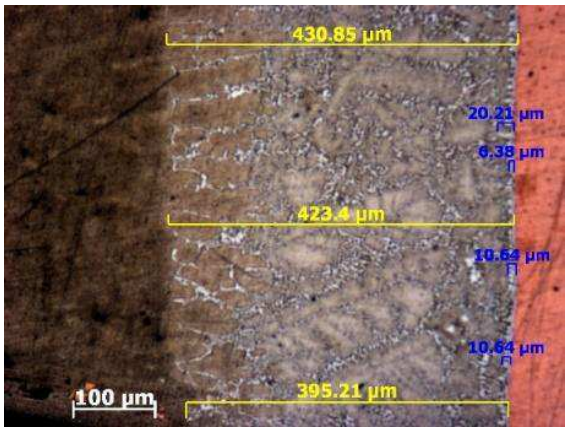


Рисунок 1 – Диффузионная зона биметаллического соединения Al – Cu, (температура медной подложки 600°C, температура жидкого алюминия 700°C, охлаждение на воздухе) (×100)

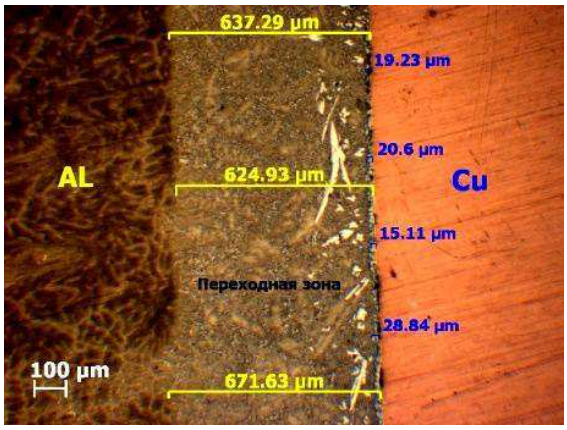


Рисунок 2 – Диффузионная зона биметаллического соединения Al – Cu, (температура медной подложки 630°C, температура жидкого алюминия 700°C, охлаждение на воздухе) (×50)

Переходная зона представляет собой сложную систему. Непосредственно к медной подложке прилегает слой интерметаллида$CuAl_2$ за которым находится слой, представляющий собой эвтектику α (Al) + $CuAl_2$ и непосредственно прилегающий к алюминию слой доэвтектического сплава переменного состава

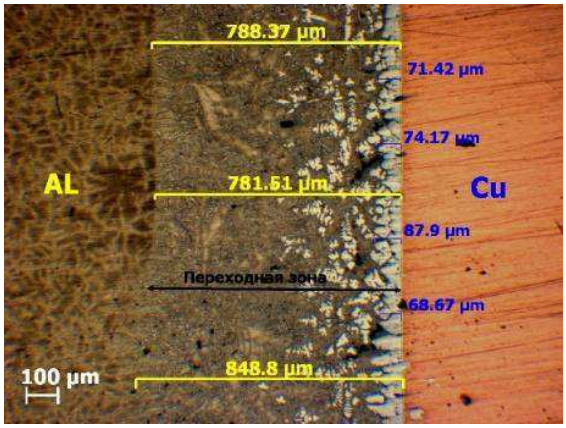


Рисунок 3 – Диффузионная зона биметаллического соединения Al – Cu, (температура медной подложки 660°C, температура жидкого алюминия 700°C, охлаждение на воздухе) (×50)

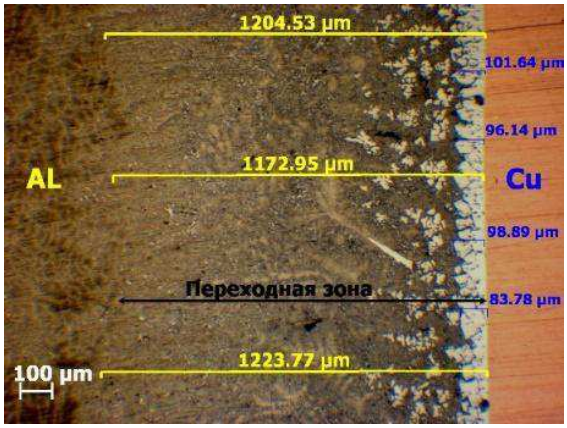


Рисунок 4 – Диффузионная зона биметаллического соединения Al – Cu, (температура медной подложки 690°C, температура жидкого алюминия 700°C, охлаждение на воздухе) (×50)

Для построения графика зависимости величины переходной диффузионной зоны от температуры подогрева подложки провели ряд измерений переходной зоны с последующим усреднением результата. Осуществлялось трехкратное измерение величины переходной зоны в области ограниченной полем зрения микроскопа. На каждом образце производили 4 измерения, начиная с края образца с шагом 4 мм с последним измерением в центре образца.

Во второй серии экспериментов изучалась зависимость размера переходной зоны от величины температуры подогрева медной подложки (в интервале 630-690°C), постоянной температуре жидкого алюминия (700°C) и ускоренном охлаждении в водной среде полученного биметаллического образца. На рисунках 5, 6, 7

представлена микроструктура переходной зоны Al – Cu полученных при ускоренном охлаждении биметаллических образцов.

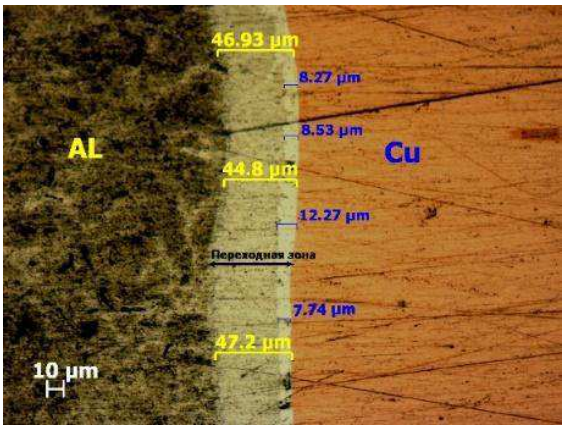


Рисунок 5 – Диффузионная зона биметаллического соединения Al – Cu, (температура медной подложки 630°C, температура жидкого алюминия 700°C, охлаждение в воде) (×200)

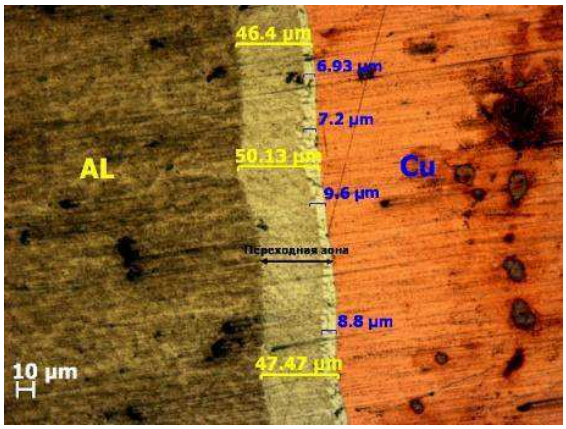


Рисунок 6 – Диффузионная зона биметаллического соединения Al – Cu, (температура медной подложки 660°C, температура жидкого алюминия 700°C, охлаждение в воде) (×200)

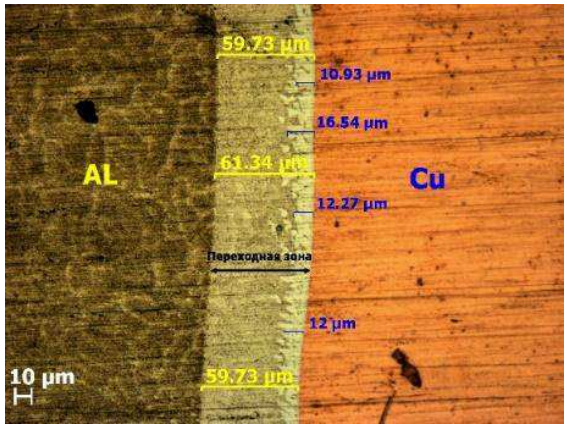


Рисунок 7 – Диффузионная зона биметаллического соединения Al – Cu, (температура медной подложки 690°C, температура жидкого алюминия 700°C, охлаждение в воде) (×200)

Анализ микроструктуры образцов биметаллического соединения, полученных охлаждением в водной среде, показал существенное уменьшение как величины непосредственно прилегающего к медной подложке слоя интерметаллида так и общей толщины переходной зоны.

Список использованной литературы.

1. Долгополов Н.А. Зернограничная диффузия меди в алюминии и сплавах алюминий-медь и алюминий-церий: автореф. дис. канд. физ.-мат. наук: /Н.А. Долгополов; Издательский Дом МИСиС — М., 2015. – 21 с.

2. Гегузин Я.Е. Диффузионная зона. / Я.Е. Гегузин. — М. Главная редакция физико-математической литературы, 1979 – 344 с.

МОДЕЛИРОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ БИНАРНЫХ СПЛАВОВ, ЗАТВЕРДЕВАЮЩИХ ПРИ ДВИЖЕНИИ ОТНОСИТЕЛЬНО РАСПЛАВА

Марукович Е.И., Брановицкий А.М., Лебединский Ю.А., Дементьев В.А.
Институт технологии металлов НАН Беларуси, г.Могилев, Беларусь, info@itm.by

Литье остается дешевым методом производства многих изделий с достаточно высокими механическими свойствами. Моделирование микроструктуры сплавов, образующейся при вынужденном движении расплава относительно растущих зародышей кристаллов, позволяет оценить возможности и перспективы ряда методов литья в области улучшения механических свойств отливок без значительных затрат.

В настоящее время часто используются методы литья с вынужденным движением расплава, направленные на получение полужидкой смеси с большой плотностью зародышей кристаллов, например, реолитье. Как правило, микроструктура первичных кристаллов таких сплавов имеет глобулярный характер. В ряде способов литья без формирования полужидкой смеси, например, при непрерывном литье с использованием электромагнитного перемешивания расплава, кристаллы растут с большей скоростью, получаются меньшего размера и могут иметь черты розеточной морфологии (рис. 1 а). Производство сплава с такой морфологией микроструктуры требует гораздо меньших затрат по сравнению с глобулярной.

Несмотря на то, что повышение механических свойств таких заготовок частично объясняется изменением микроструктуры первичных кристаллов, исследований её зависимости от перемешивания практически нет. Поиск методов улучшения микроструктуры при непрерывном литье может привести к появлению недорогих методов литья заготовок с механическими свойствами, не уступающими литью из полужидкой смеси.

Рост кристаллов первичных моделируется с помощью метода фазового поля для бинарных сплавов [1]. Алгоритм уменьшения концентрации примеси в перемешиваемом расплаве вблизи растущего кристалла, созданный ранее [1], может быть использован в основном при очень активном перемешивании расплава, например со скоростью сотен и тысяч оборотов в минуту [2,3], используемом только в специальных экспериментах. Разработанный алгоритм учитывает коррекцию концентрации примеси на большом расстоянии от периметра кристалла в так называемом предположении смыва [4-6] и может быть использован для более практического случая перемешивания кристаллов при полужидком затвердевании в промышленных схемах литья. Использование данного алгоритма приводит к относительно небольшой коррекции концентрации примеси в зоне, достаточно удалённой от границы растущего кристалла.

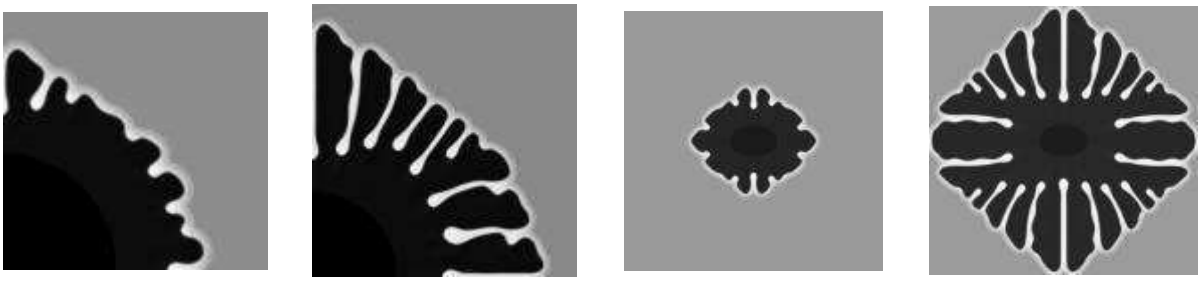
Устойчивыми при росте из малого зародыша могут являться две морфологии – дендритная (рис. 1 б) и розеточная (рис. 1 в). В экспериментах в качестве исходных затравок часто используются зародыши относительно большого размера, при этом растущий кристалл в условиях «смыва» потоком расплава заметно отличен от кристалла, растущего из малого зародыша. Расчёты роста из большого круглого зародыша выявили ряд особенностей, характерных для начального этапа роста (рис. 2):

- скорость роста сильно различается для разных параметров смыва, при этом максимальная скорость роста достигается при наиближайшем расположении границы смыва к растущему кристаллу;
- влияние параметров смыва на ориентацию несущественно;
- с уменьшением параметров смыва ветви утолщаются, их количество уменьшается.



а б в

Рисунок 1 – Типовые морфологии кристаллов силумина. Рост из малого сферического зародыша на ранней (б, в) и более поздней стадиях (а)



а б в г

Рисунок 2 – Типовые морфологии кристаллов при росте из большого зародыша сферической (а, б) и овальной (в, г) формы для двух последовательных моментов времени (а,в и б,г)

Процесс смыва в достаточной мере случаен, соответственно параметр смыва может существенно различаться в различных зонах границы кристалла. Это связано с возможной турбулентностью движения расплава, с неравномерным вращением кристалла несферической формы в потоке, но в первую очередь с тем, что расплав уже содержит в себе зоны повышенной концентрации примеси, выделившейся из соседних кристаллов.

Для случая флуктуирующего по пространству смыва с высоким средним значением, несмотря на заметное отклонение от стандартных форм в начале роста, дальнейший рост кристалла обнаруживает стандартную, так называемую «водорослеобразную» морфологию [7] (рис. 3 а, б). При таком росте кристалла отсутствуют выделенные кристаллографические направления, что физически соответствует «изотропному» кристаллу без анизотропии поверхностного натяжения. Рост ветвей определяется преимущественно флуктуациями различных параметров.

Разрастающийся зародыш кристалла может вращаться в расплаве, таким образом, оказывая периодическое влияние на границы смыва. В тех точках периметра, где в данный момент жидкость течет «в лоб» кристаллу, интенсивность смыва больше и, наоборот, в точках периметра «в тени» кристалла интенсивность смыва уменьшается. Приближенно влияние вращения кристалла в расплаве на смыв может описываться некоторой периодической зависимостью параметров смыва от времени. При наличии периодичности смыва рост кристалла гораздо ближе к стандартной дендритной форме (рис. 3 в, г), а при его отсутствии к так называемой «разориентированной» форме (рис. 3 а, б), характеризующейся отсутствием анизотропии [7]. Необходимо отметить практически одинаковые размеры кристаллов в обоих случаях.

Скорость роста кристалла существенно зависит от периода смыва. Вместе с тем сама морфология зависит от периода смыва в достаточно малой степени. Основным фактором, влияющим на морфологию при достаточно малых периодах смыва, когда смыв имеет значащее влияние на форму кристалла, все-таки является пространственная зона смыва.



а б в г

Рисунок 3 - Рост кристалла при наличии пространственных флуктуаций границы смыва с синусоидальной модуляцией по времени (в, г) и без неё (а, б) для двух последовательных моментов времени (а,в и б,г)

Известным преимуществом розеточной морфологии является уменьшение склонности к горячим трещинам. Они образуются при деформации частично затвердевшего металла, движущегося относительно полностью затвердевших участков. Согласно наиболее распространенной сейчас модели [8], горячие трещины появляются при пластической деформации дендритного каркаса двухфазной зоны. В начале, когда такой каркас занимает небольшой объем, расплав заполняет пустоты, образующиеся при деформации каркаса. При увеличении объема дендритного каркаса расплав перестает проникать в пустоты и образуются зародыши трещин. При дальнейшем росте каркаса он становится упругим, пластическая деформация сменяется на упругую и образование пустот прекращается. Обычно считается, что зародыши горячих трещин появляются в зоне, где доля твердой фазы лежит в области от 0.9 до 0.99. Наличие значительно более компактных и обтекаемых, чем дендриты, «розеток» способствует проникновению расплава в пустоты и уменьшению склонности к горячим трещинам.

Список литературы

1. А.Г. Борисов, Е.И. Марукович, Ю.А. Лебединский, А.М. Брановицкий. Исследование влияния потока расплава на процессы формирования недендритной структуры при затвердевании бинарного сплава Al-Si // Процессы литья. Киев. – 2013. - № 6. -С. 37-47.
2. Molernaar J.M.M., Katgerman L., Kool W.H., Smeulders R.J. On the formation of the stircast structure // J. Mater. Sci. 21, 1986, p.389-394.
3. Molernaar J.M.M., Salesmans H.C., Katgerman L. The structure of sircast Al-6Cu. // J. Mater. Sci. 20, 1985, p.4335-4344.
4. Burton J.A., Prim R.C., Slichter W.P. The distribution of solute in crystals grown from the melt. Part I. Theoretical // J. Chem. Phys., 21, 1953, p.1987-1991.
5. Wilson L.O. On interpreting a quantity in the Burton, Prim, and Slichter equation as a diffusion boundary layer thickness // Journal of Crystal Growth, 44, 1978, p.247–250.
6. Wilson L.O. A new look at the Burton, Prim, and Slichter model of segregation during crystal growth from the melt // J. Cryst. Growth, 44, 1978, p.371-376.
7. Utter B., Bodenschatz E. Dynamics of Low Anisotropy morphologies in directional solidification // Physical review. E, 66, 051604, 2002.
8. Young M.W., Yae-jung Y., Dong J.S., Kyu H.O. A new criterion for internal crack formation in continuously cast steels // Metallurgical and materials transactions B, Vol. 31B, august 2000, p.779-793.

ЭФФЕКТ ЭКРАНИРОВАНИЯ ЭЛЕКТРОМАГНИТНЫХ ВОЛН ПЛОСКИМ ОДНОСЛОЙНЫМ ЭКРАНОМ ИЗ МАТЕРИАЛОВ С ПРОСТРАНСТВЕННОЙ ДИСПЕРСИЕЙ СО СФЕРОИДАЛЬНЫМИ ЧАСТИЦАМИ

Ерофеенко В.Т.[1], Бондаренко В.Ф.[2], Урбанович А.И.[3]

Учреждение Белорусского государственного университета
«НИИ прикладных проблем математики и информатики»
220030, пр. Независимости, 4, г. Минск, Беларусь;
e-mail: bsu_erofeenko@tut.by

[1] *Учреждение образования«Белорусская государственная академия связи»*
220114, ул. Ф.Скорины 8, корп. 2, г. Минск, Беларусь;
e-mail: valbond1949@yandex.ru

[2] *Учреждение образования«Белорусский государственный университет»*
220030, пр. Независимости, 4, г. Минск, Беларусь;
e-mail: urbanovich@gmail.com

Как известно, материалы, используемые в современной технике, являются сложными как по составу, так и по разнообразию структуры. Появление композитных материалов, состоящих из двух или более разнородных компонентов, объединенных одной основной матрицей, привела к созданию качественно новых веществ. Варьируя состав матрицы и наполнителей, их соотношение, удалось получить широкий спектр материалов с заданными свойствами.

Разработка математических методов моделирования распространения электромагнитных волн в композитных материалах является актуальным направлением исследований по изучению свойств этих материалов [1]. Одним из направлений конструирования композитов является проблема создания и исследования искусственных сред с пространственной дисперсией – так называемых киральных сред, которые проявляют киральные свойства в радиодиапазоне на сантиметровых и миллиметровых волнах [2, 3].

В настоящем докладе на основание математической модели, разработанной в [4 – 5], решена краевая задача прохождения электромагнитных волн через плоский экран из материала с пространственной дисперсией, содержащей сфероидальные частицы.

Для аналитического решения краевой задачи экранирования использована система линейно независимых базисных плоских электромагнитных полей[4], распространяющихся в слое экрана с пространственной дисперсией, число которых вдвое больше, чем в обычных магнитодиэлектрических средах. Введены дополнительные граничные условия, накладываемые на магнитное поле на плоскостях экрана, которые обеспечивают единственность решения краевой задачи. Численно исследовано электромагнитное поле, проникшее через экран при воздействии внешнего *TE*-поляризованного поля.

Пусть в пространстве E_3 с электрической и магнитной постоянными ε_0, μ_0 размещен плоский экран $D\left(0 < z < \Delta, -\infty < x, y < \infty\right)$ толщины Δ, *Oxyz* - декартова система координат. Экран *D* ограничен плоскостями $\Gamma_1\left(z = 0\right), \Gamma_2\left(z = \Delta\right)$. Слой экрана выполнен из материала с пространственной дисперсией со сфероидальными частицами. В матрице экрана случайным образом распределены частицы двух сортов в виде вытянутых сфероидов $\left(x^2 + y^2\right)/a_j^2 + z^2/b_j^2 = 1,$ направленных вдоль координаты Oz; a_j, b_j – малая и большая оси сфероидов $\left(j = 1, 2\right)$. В полупространстве $D_1\left(z < 0\right)$ возбуждается первичное монохроматическое

электромагнитное поле $\vec{\mathbf{E}}_0, \vec{\mathbf{H}}_0$ с временной зависимостью $\exp(-i\omega t)$, $\omega = 2\pi f$ – круговая частота, f - частота поля.

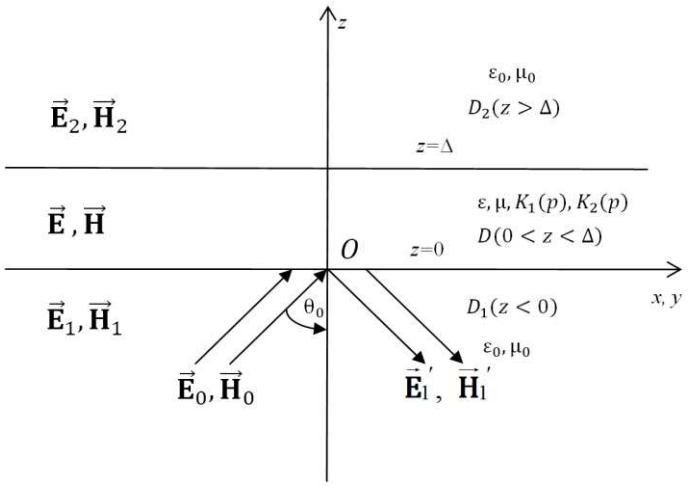


Рисунок - Плоский экран со сфероидальными вытянутыми вдоль оси Oz частицами под воздействием плоской монохроматической волны

Обозначим поля: $\vec{\mathbf{E}}_1', \vec{\mathbf{H}}_1'$ – отраженное поле в области D_1; $\vec{\mathbf{E}}_1 = \vec{\mathbf{E}}_0 + \vec{\mathbf{E}}_1'$, $\vec{\mathbf{H}}_1 = \vec{\mathbf{H}}_0 + \vec{\mathbf{H}}_1'$ – суммарное поле в области D_1; $\vec{\mathbf{E}}_2, \vec{\mathbf{H}}_2$ – поле, проникшее в полупространство $D_2(z > \Delta)$; $\vec{\mathbf{E}}, \vec{\mathbf{H}}$ – поле в слое;

$$\vec{\mathbf{E}}_j = \mathrm{Re}(\vec{E}_j \exp(-i\omega t)), \quad \vec{\mathbf{H}}_j = \mathrm{Re}(\vec{H}_j \exp(-i\omega t));$$
$$\vec{\mathbf{E}} = \mathrm{Re}(\vec{E} \exp(-i\omega t)), \quad \vec{\mathbf{H}} = \mathrm{Re}(\vec{H} \exp(-i\omega t)).$$

Комплексные амплитуды $\vec{E}, \vec{H}$ в среде с пространственной дисперсией подчиняются уравнениям

$$\mathrm{rot}\,\vec{H} = -i\omega(\varepsilon\vec{E} + \vec{P}), \ \mathrm{rot}\,\vec{E} = i\omega(\mu\vec{H} + \vec{m}), \tag{1}$$

где $\varepsilon = \varepsilon_0\varepsilon_r$, $\mu = \mu_0\mu_r$ – диэлектрическая и магнитная проницаемости матрицы экрана, электрическая и магнитная поляризации определяются объемными интегралами по пространственным переменным $\vec{r}_0 = (x_0, y_0, z_0)$

$$\vec{P}(\vec{r}) = \frac{\varepsilon_0}{V_1}\int_{D_{1M}} K_1\left(F(x - x_0, y - y_0, z - z_0; \bar{f}_1)\right)\vec{E}(\vec{r}_0)d\vec{r}_0, \tag{2}$$

$$\vec{m}(\vec{r}) = \frac{\mu_0}{V_2}\int_{D_{2M}} K_2\left(F(x - x_0, y - y_0, z - z_0; \bar{f}_2)\right)\vec{H}(\vec{r}_0)d\vec{r}_0. \tag{3}$$

где D_{jM} – вытянутый сфероид с осями a_j, b_j, и центром в точке $M(x, y, z)$, точка $M_0(x_0, y_0, z_0) \in D_{jM}$, $\vec{r} = (x, y, z)$; $V_j = \frac{4}{3}\pi b_j a_j^2$ – объем сфероида D_{jM}, $K_j(\xi)$ – заданные функции, определяющие характер пространственной дисперсии. В матрице экрана расположены частицы двух сортов: вытянутые сфероиды с осями a_1, b_1,и электрической поляризацией (2), а также вытянутые сфероиды с осями a_2, b_2, и магнитной поляризацией (3). Система интегро-дифференциальных уравнений (1) - (3)

описывает распространение электромагнитных волн в произвольной анизотропной среде с пространственной дисперсией,содержащей сфероидальные частицы, размеры которых значительно меньше длины волны электромагнитного излучения.

Задача (1) – (3) решалась аналитически путем преобразования интегро-дифференциальной модели к более простой дифференциальной модели уравнений с частными производными второго порядка. Для формулировки краевой задачи экранирования использовались классические граничные условия непрерывности тангенциальных составляющих полей на граничных плоскостях Γ_1 и Γ_2. Получены выражения для амплитуд электромагнитных полей, определяющих решение краевой задачи экранирования. На практике для оценки экранирующих свойств экранов используется величина - эффективность экранирования *Y*, определяющая отношение амплитуды *TE*-поляризованного поля, падающего на экран, к величине амплитуды поля, проникшего через экран. Для оценки экранирующих свойств материала экрана проведено исследование эффективности экранирования *Y* в зависимости от частоты поля в диапазоне частот $10^8 Гц \le f \le 3 \cdot 10^{10} Гц$ при различных значениях угла падения электромагнитного излучения на экран. Определен диапазон частот и углов, где величина *Y* максимальна. Проведен учет влияния на эффективность экранирования формы частиц. В частности, рассмотрены сферические и сфероидальные частицы. Показано, что для сферических и сфероидальных частиц одинаковых объемов эффективность экрана со сферическими частицами превосходит эффективность экрана со сфероидальными частицами. Проведено также исследование влияния на эффективность экранирования проводимости материала экрана в различных диапазонах частот.

Список литературы

1. Виноградов, А. П. Электродинамика композитных материалов / А. П. Виноградов. – М.: Эдиториал УРСС, 2001. – 206 с.

2. Ерофеенко, В. Т. Моделирование распространения электромагнитных волн в средах с пространственной дисперсией / В. Т. Ерофеенко // Информатика. – 2017. – № 3. – С.5-12.

3. Ерофеенко, В. Т. Экранирование электромагнитных волн плоским однослойным экраном из материалов с пространственной дисперсией / В. Т. Ерофеенко, В. Ф. Бондаренко // Информатика. – 2017. – № 4. – С.5-15.

4. Ерофеенко, В. Т. Математическая модель распространения электромагнитных волн в композитных средах со сфероидальными частицами / В. Т. Ерофеенко, А. И. Урбанович / Информатика. - 2018. - Т.15, № 3. - С.102-112.

5. Ерофеенко, В. Т. Моделирование взаимодействия электромагнитного излучения со средой с пространственной дисперсией, содержащей сфероидальные частицы / В. Т. Ерофеенко, А. И. Урбанович // Труды XXVIII Международной конференции "Радиационная физика твердого тела" (Севастополь, 9 июля – 14 июля 2018 г.), под ред. Г. Г. Бондаренко. М., ФГБНУ "НИИ ПМТ", 2018 г. - С. 481-490.

КОРРОЗИОННАЯ СТОЙКОСТЬ СТРУКТУРЫ И МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ СПЛАВА МОНЕЛЬ 400 ПРИ ВОЗДЕЙСТВИИ ИОННЫХ ЖИДКОСТЕЙ НА ОСНОВЕ ХОЛИН ХЛОРИДА

[1]Демиденко О.Ф., [1]Живулько А.М., [1]Янушкевич К.И., [2]Попеску А.М., [2]Константин В., [2]Неаксу Е.И., [2]Донат К.

[1] ГО «НПЦ НАН Беларуси по материаловедению», г. Минск, Республика Беларусь, demiden@physics.by

[2] Академия наук Румынии, "Ilie Murgulescu" Институт физической химии, г. Бухарест, Румыния

Введение

Ионные жидкости востребованы в электрохимических процессах «зеленой химии» и энергозависимых технологиях [1-3]. Для производства важно, что у многих из них низкое давление насыщенных паров. Есть у ионных жидкостей и другие полезные свойства: негорючесть, низкая токсичность, высокая ионная проводимость [4]. Экономическую выгоду процессов с их участием увеличивает возможное неоднократное использование. Однако, как и большинство химических веществ, при контакте с материалом ионные жидкости усиливают коррозионные процессы. Актуальна проблема хранения этих веществ при переработке и утилизации. Существует достаточно много исследований коррозионной стойкости чистых металлов, таких как медь и никель в различного рода ионных жидкостях [5–9]. Медно-никелевый сплав Монель 400, благодаря высокой прочности, хорошей пластичности и легкости обработки является более привлекательным для широкого спектра применений, чем любой из чистых металлов. В химической и перерабатывающей промышленности сплав используется в судостроении, при прокладке трубопроводов, производстве фильтров и клапанов. В настоящей работе приводятся результаты изучения коррозионных характеристик, кристаллической структуры и магнитных свойств сплава Монель 400 после воздействия ионных жидкостей, в частности, растворов на основе холин-хлорида.

Методы эксперимента

Исследования коррозионной стойкости сплава Монель 400 выполнены при температуре 80ºС потенциодинамическим методом в стандартной трехэлектродной ячейке. Поляризационные тесты проведены с использованием эвтектических растворов холин-хлорида со щавелевой кислотой (ChCl – AOx) в соотношении (1 : 0,5)M и с малоновой кислотой (ChCl – AM) в соотношении (1 : 2)M (ChCl= $C_5H_{14}ONCl$, AOx=$H_2C_2O_4$, AM=$H_4C_3O_4$) с помощью потенциостата Princeton Applied Research модель PARSTAT 2273 с программным обеспечением «Power Corr». Детали эксперимента подробно описаны в работе [10].

Изучение кристаллической структуры выполнено в CuK_α–излучении с помощью модифицированного дифрактометра ДРОН при комнатной температуре. Температурные зависимости удельной намагниченности изучены в диапазоне температур 77 – 1100 К пондеромоторным методом в магнитном поле с индукцией B = 0,86 Тл.

Результаты эксперимента

На рисунке 1 представлены рентгенограммы сплава Монель 400 до и после коррозионного воздействия растворов на основе холин-хлорида. Рефлексы дифрактограммы проиндицированы на основе структуры пространственной группы типа Fm3m. Параметр кристаллической ячейки *a* исходного образца составляет 0,3566 нм. Установлено, что воздействие растворов ChCl – AOx (1 : 0,5)M и ChCl – AM (1 : 2)M на сплав не приводит к проявлению новых дифракционных рефлексов, а следовательно не происходит изменения кристаллической структуры образцов. Результаты рентгенографических исследований позволяют говорить о высокой коррозийной стойкости кристаллической структуры исследованных образцов к окислительным процессам при температурах до 80ºС. Параметры ячейки сплава до и после воздействия растворами на основе холин-хлорида представлены в таблице 1.

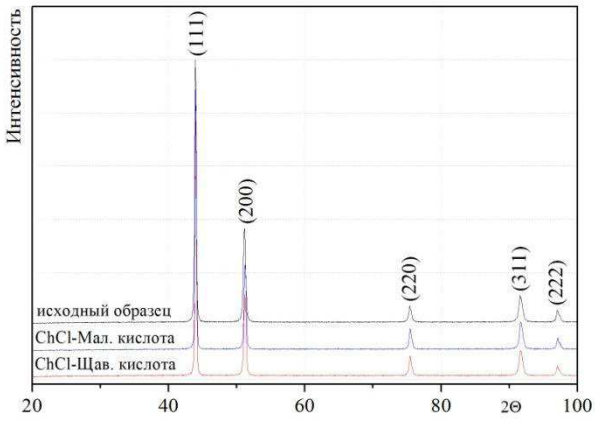


Рисунок 1 - Дифрактограммы сплава Монель 400 до и после воздействия ионных жидкостей на основе холин-хлорида

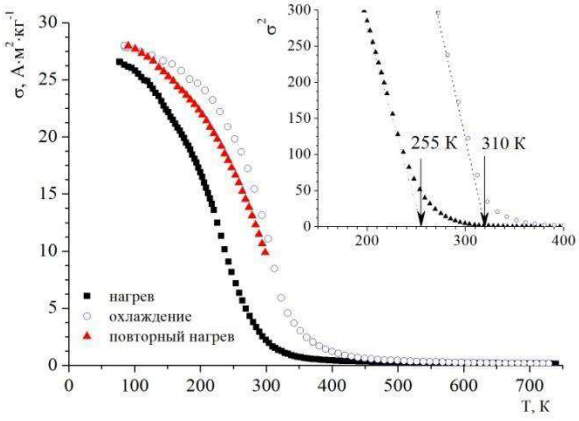


Рисунок 2 - Температурная зависимость удельной намагниченности некорродированного Монель 400

Из зависимости рисунка 2 следует, что сплав Монель 400 обладает величиной удельной намагниченности (26 – 28) $А·м^2·кг^{-1}$при температуре жидкого азота. Вблизи комнатных температур величина удельной намагниченности меньше практически на порядок – (2,5 – 3,0) $А·м^2·кг^{-1}$. Прогрев сплава Монель 400 до температуры ~ 800 К приводит к смещению температуры магнитного фазового превращения «магнитный порядок – магнитный беспорядок» (Температуры Кюри, T_C) почти на полсотни градусов. Это может свидетельствовать об изменениях обменных магнитных взаимодействий вследствие отжига образца.

На рисунке 3 представлены температурные зависимости удельной намагниченности Монель 400 до и после коррозионного воздействия ионных жидкостей ChCl – AOx и ChCl – AM. Из зависимостей рис. 3 можно сделать вывод, что используемые ионные жидкости не имеют значительного коррозионного влияния на величину удельной намагниченности сплава. Основные магнитные параметры зависимостей $\sigma = f(T)$ представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Параметры кристаллической ячейки и магнитные характеристики сплава Монель 400 до и после воздействия растворами на основе холин-хлорида

Образец	а, нм	σ_{77}, $А·м^2·кг^{-1}$	T_C, К
Исходный	0,3566	26.5	255
Коррозированный в растворе ChCl – AOx	0,3565	26	265
Коррозированный в растворе ChCl – AM	0,3565	21.7	260

На рис. 4 представлена поляризационная кривая Тафеля, на основе которой рассчитаны электрохимические параметры коррозии сплава Монель 400. Проницаемость коррозии R_{corr} в растворах ChCl – AM (1 : 2)M и ChCl – AM (1 : 2)M составляет около 4 мкм/год.

Проведенные исследования показали, что сплав Монель 400 имеет высокую коррозийную стойкость структуры и магнитных характеристик в условиях длительного контакта при температуре 80ºС с растворами ионных жидкостей на основе холин хлорида.

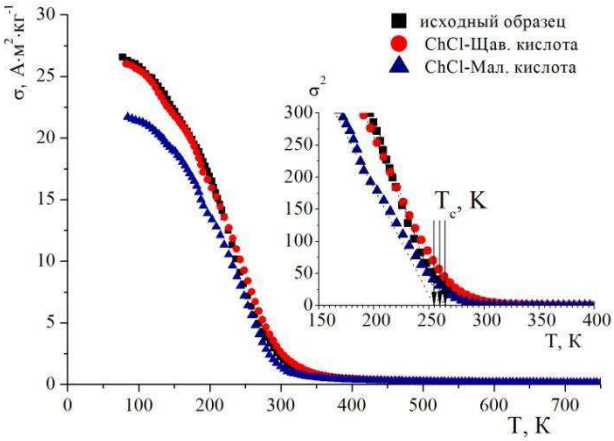


Рисунок 3 - Температурные зависимости удельной намагниченности Монель 400 до и после коррозионного воздействия ионных жидкостей.

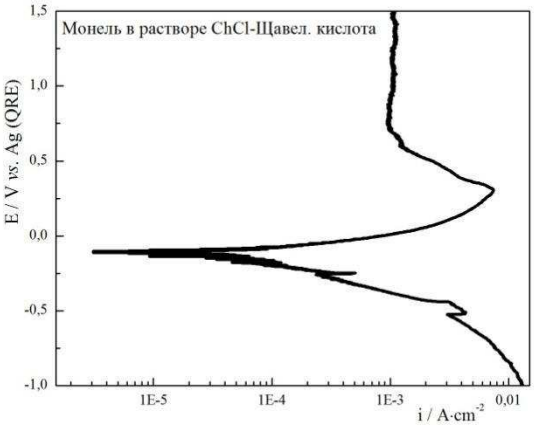


Рисунок 4 - Поляризационная кривая Тафеля воздействия раствора ChCl – AM (1 : 2)M сплава Монель 400.

Работа выполнена в рамках Международной программы «Электродные процессы, материалы для электрохимических процессов и коррозии», а также при финансовой поддержке ФФИ Республики Беларусь и Академии наук Республики Румыния (проект №Ф18РА – 002). Авторы в равной степени внесли свой вклад в эту работу.

Список литературы

1. Plechkova, N.V. Applications of ionic liquids in the chemical industry / N.V. Plechkova and K.R. Seddon // Chem. Soc. Rev. – 2008. – Vol. 37. – P.123-150.

2. Olivier-Bourbigou, H. Ionic liquids and catalysis: Recent progress from knowledge to applications / H.Olivier-Bourbigou, L.Magna, D.Morvan // Applied Catalysis A: General. – 2010. – Vol. 373, No 1–2. – P. 1-56.

3. Energy applications of ionic liquids / D.R. MacFarlane, N. Tachikawa, M. Forsyth [et al.] // Energy Environ. Sci. –2014 – Vol. 7. – P. 232-250.

4. Кустов, Л.М. Ионные жидкости – прорыв в новое измерение / Л.М. Кустов // Химия и жизнь. – 2007. – № 11. – С. 36-41.

5. Verma, C. Ionic liquids as green and sustainable corrosion inhibitors for metals and alloys: An overview / C. Verma, E.E. Ebenso, M.A. Quraishi // Journal of Molecular Liquids. – 2017. – Vol. 233. – P. 403-414

6. Corrosion characteristics of nickel, copper, and stainless steel in a Lewis neutral chloroaluminate ionic liquid / L. Pei-Chiung, S. I-Wen, C. Jeng-Kuei , Chung-Jui Su [et al.] // Corrosion Science. – 2011. – Vol. 53, No 12. – P. 418-432.

7. Zhang, Q. Corrosion Properties of Copper, Nickel, and Titanium in Alkylimidazolium Chloroaluminate Based Ionic Liquids / Q. Zhang, Y. Hua, Z. Zhou // Int. J. Electrochem. Sci. – 2013. – Vol. 8. – P. 10239 – 10249.

8. Wang, Yi-Chen. Corrosion properties of metals in dicyanamide-based ionic liquids / Yi-Chen Wang, Tai-Chou Lee, Jheng-Yi Lin Jeng-Kuei [et al.] // Corrosion Science. – 2014. – Vol. 78. – P. 81-88.

9. Дьяченко, А.Н. Коррозионная стойкость металлов и сплавов в системе фторсолей / А.Н. Дьяченко, Р.И. Крайденко, Е.И. Курченко // Вестник ПНИПУ: Машиностроение, материаловедение. – 2017. – Т.19, № 4. – С.75-88.

10. Corrosion Behavior of Some Steels in Ionic Liquids Based on Choline Chloride / E.I. Neacsu, V. Constantin, C. Donath [et al.] // Revue Roumaine de Chimie (Bucharest). – 2018. – V.69, No. 10. – P. 2642-2647.

УЛУЧШЕНИЕ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ СВОЙСТВ МАГНИТОПРОВОДОВ ЛОКАЛЬНЫМИ ДЕФОРМАЦИОННЫМИ ВОЗДЕЙСТВИЯМИ

Пудов В.И., Драгошанский Ю.Н.
Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН, г. Екатеринбург, Россия.
pudov@imp.uran.ru ; drago@imp.uran.ru

Введение

Улучшить физические свойства в лентах АЭС и изделиях можно только при реализации современных комплексных способов воздействия на их кристаллическую и магнитную структуру, что обеспечивает существенное превышение суммарного результата, достигаемого на отдельных этапах их обработки. В частности, улучшения можно достигнуть в результате воздействия на П-образные элементы магнитопровода механического или лазерного скрайбирования [1-4], нанесения магнитоактивного (растягивающего металл) электроизоляционного покрытия и термомагнитной обработки [5,6].

Материалы и методика эксперимента

Для исследований использовали стержневые трансформаторы типа Пн. Магнитопровод трансформатора собирали внахлест из отдельных пластинчатых ярем и П-образной формы элементов. В качестве материала элементов использовалась тонколистовая электротехническая сталь (сплав Fe-3%Si с ребровой кристаллографической текстурой (110)[001]) марки 3407 [ГОСТ 21427.1–83].

Механическое скрайбирование поверхности элементов с одноосной магнитной анизотропией проводили резцом с нанесением канавок глубиной 0,03–0,05 мм в виде узких 0,2 мм шириной зон поперёк оси текстуры с промежутками 3 мм, 4 мм, между зонами скрайбирующего воздействия (рис.1), меньшими размерами зерен.

Магнитные потери $P_{B/f}$ – при индукции B (Тл) и частоте перемагничивания f (Гц), а также индукции B_{100} и B_{800} (в магнитных полях 100 и 800 А/м) измеряли на магнитоизмерительной установке МК-4Э, изготовленной ЗАО «НПО Интротест». Относительная погрешность измерений при доверительной вероятности 0,95 не превышала для индукции ±2%, для удельных магнитных потерь ±4%

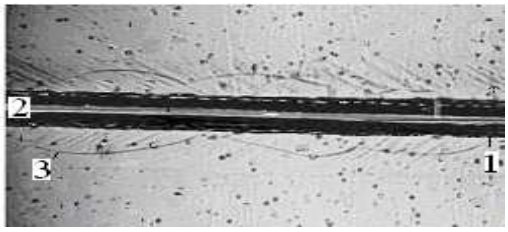


Рисунок 1 - Боковые напряженные участки (1) фрагмента полосы механического скрайбирования (2), цепочки новых зёрен (3) в исходном зерне стали, возникшие вблизи напряженной зоны магнитопровода. х50.

Такого рода деформация формирует сжимающие напряжения в зонах и перпендикулярные этим зонам – растягивающие напряжения. В результате обрабатываемая поверхность оказывается вогнутой. Это связано с тем, что на данной поверхности ленты чередуются сжимающие и растягивающие напряжения, а на противоположной стороне ленты присутствуют только растягивающие напряжения. Таким образом, формирование данного изгиба может приводить к существенному росту магнитных потерь при сборке магнитопроводов. Поэтому необходимо на заключительной стадии проводить термическую или термомагнитную обработки

Экспериментальные результаты и их обсуждение

На рис. 2а,б рассмотрены варианты для определения оптимального формирования деформационных зон скрайбирования в пластинчатых отдельных ярмах и П-образных элементах шихтованного стержневого магнитопровода. Конструкция магнитопровода не позволяет полностью использовать магнитоодноосные свойства текстурованной стали при сборке магнитопровода из отдельных пластин сложной формы, содержащие не только продольные (участки 2 и в ярмах), но и поперечные (участки 3) относительно текстуры. Кроме того, это обусловливается и несовпадением направлений потока и текстуры в углах магнитопровода при изгибе магнитной линии (рис. 2а.). Как показывает опыт, потери в собранном сердечнике из холоднокатаной стали превышают потери материала на 30–50% [7, 8]. Для ослабления этого явления целесообразно делать торцовые края пластин скошенными под углом 45°, а не 90° (рис. 2а,б).

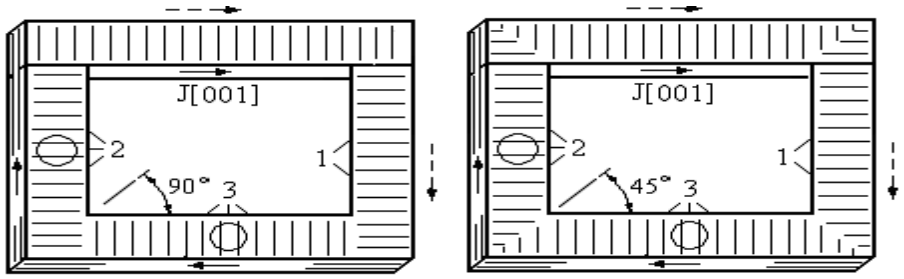


Рисунок 2 - Не оптимальная (а) и оптимальная (б) схемы скрайбирования ярем и стержневых П-образных элементов шихтованного магнитопровода.
→-направление прокатки [001] стали; 1-деформационные зоны;
2-участки элемента с ориентацией вдоль (2) прокатки и поперек (3) прокатки

В участках П-образных элементов, соединяющих пластины стержней и имеющих ориентацию поперёк направления прокатки (участки 3, рис. 2а,б) нанесение вдоль оси текстуры [001] зон деформации вызывает появление растягивающих напряжений, ориентированных поперёк оси текстуры. Это растяжение изменяет продольную магнитную анизотропию на двухосную поперечную, вызывая перестройку исходных основных полосовых 180° доменов шириной D из структуры А, с намагниченностью и границами, параллельными продольной оси [001], в структуру типа С, с поверхностными замыкающими доменами (1), намагниченными вдоль и против направления легчайшего намагничивания [001], и внутриобъемными 90° доменами (4), намагниченными поперечно, вдоль двух других осей легкого намагничивания [010] и [100].

Таблица – Магнитные потери и их изменение после механического скрайбирования и ТМО

п/п	Состояния элементов магнитопровода	Магнитные потери ($P_{1.7/50}$), Вт/кг	Проводимые операции	Изменения $P_{1.7/50}$, %
1	рулонная сталь	1,17	–	–
2	обычный магнитопровод	1,38	1-2	18
3	Скрайбирование	1,26	2-3	- 9
4	Скрайб. + ТМО	1,23	2-4	-11

Толщина пластин 0,27 мм. Сталь марки 3407.

Снижение вихретоковых потерь за счёт измельчения полосовых доменов скрайбированием сопровождается нарушением кристаллической решетки вблизи зон воздействия и ростом гистерезисной составляющей магнитных потерь. Поэтому при локальном скрайбировании следует находить оптимальный энергетический режим, узость зон деформации и оптимальные промежутки между ними, а также использовать последующую термомагнитную обработку для уменьшения напряжений вблизи зон скрайбирования. Результаты исследованных воздействий приведены в таблице.

Эти результаты скрайбирования и термомагнитной обработки существенно дополняют эффект магнитоактивных (растягивающих металл) электроизоляционных покрытий, определённый ранее на магнитомягких лентах электротехнических анизотропных сплавов и изделиях из них [9-10].

Заключение

Таким образом, результаты экспериментальных исследований влияния комбинированного воздействия скрайбирования и термомагнитной обработки элементов трансформаторных магнитопроводов показывают возможность эффективно оптимизировать прохождение магнитного потока в замкнутой магнитной цепи многослойного шихтованного магнитопровода. Снижение магнитных потерь в магнитопроводе составляет 9-10% за счёт скрайбирования элементов магнитопровода и 10-12% при комбинированном воздействии механического скрайбирования и термомагнитной обработки, что приближает магнитные свойства изделия к свойствам, заложенным в материал при производстве ленты стали.

Работа выполнена в рамках ГЗ по темам «Магнит» №АААА-А18-118020290129-5, «Диагностика» №АААА-А18-118020690196-3 и проекта УрО РАН. 2019.

Список литературы

1. Стародубцев, Ю. Магнитомягкие материалы. Энциклопедический справочник. – М.: Техносфера, 2011, – 659 с.
2. Способ обработки шихтованного магнитопровода стержневого трансформатора: пат. 2565239 Рос. Федерация / Пудов В.И., Драгошанский Ю.Н. – №2014120595/07 ; заявл. 21.05.2014; опубл. 20.10.- 2015, Бюл. №29(II ч.). – 7 с.
3. Пудов, В.И., Драгошанский. Перспективность применения аморфнокристаллических покрытий для магнитомягких сплавов // Упрочняющие технологии и покрытия – 2013. – № 8. – С. 44–48.
4. Драгошанский Ю.Н., Пудов В.И. Доменная структура и оптимизация функциональных свойств магнитомягких материалов. Тезисы докладов. LVII Международная конф. «Актуальные проблемы прочности». Севастополь, 2016. – С. 40.
5. Драгошанский Ю.Н., Пудов В.И., Каренина Л.С. Оптимизация доменов и снижение магнитных потерь электротехнической стали активным покрытием и лазерной обработкой // Известия РАН. Серия: физич. – 2013. – Т. 77, № 10. – С. 1496–1498.
6. Пудов В.И., Драгошанский Ю.Н. Доменная структура и магнитные потери шихтованных магнитопроводов при лазерной обработке // Физика металлов и металловедение. – 2015. – Т.116, № 6. - С. 571–576.
7. Багаев К.И. Оценка влияния индукции на потери в магнитопроводе трансформатора при различных системах шихтовки магнитопровода // Ползуновский вестник. – 2013. – № 4-2. – С. 4–11.
8. Пудов В.И., Драгошанский Ю.Н. Магнитная доменная структура и термостабилизация зон лазерного воздействия в магнитомягких материалах // Физика твердого тела. – 2016. – Т. 58, №2. – С. 252–258.
9. Пудов В.И, Драгошанский Ю.Н. Лазерное деформирование и термомагнитная обработка магнитомягких сплавов. Сборник трудов. 53-ей Международной научной конференции «Актуальные проблемы прочности». Витебск, 2012. - Ч.1. - С. 228–230.
10. Пудов В.И., Драгошанский Ю.Н. Влияние локальных деформаций на функциональные свойства Fe-Si материалов. Сб. материалов. 60-ой Международной научной конференции «Актуальные проблемы прочности». Витебск, 2018. - С. 445–447.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТОЧНЫХ НЕОДНОРОДНЫХ НАПРЯЖЕНИЙ В ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛАХ РЕНТГЕНОВСКИМ МЕТОДОМ

Пудов В.И., Драгошанский Ю.Н.
Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН, г. Екатеринбург, Россия.
pudov@imp.uran.ru; drago@imp.uran.ru

Введение

Одна из причин снижения электромагнитных свойств анизотропных электротехнических сталей (АЭС) связана с формированием остаточных внутренних напряжений в материалах после их прокатки [1-3]. Такие напряжения могут возникать по различным причинам. Например, в результате нарушений химического состава, появлений локальных инородных включений, изменения толщины ленты (волнистость, коробоватость) при её вытяжке и раскройке. Кроме этого в самой кристаллической структуре на межкристаллитных границах образуются локальные искажения решётки, приводящие к появлению локальных межзеренных напряжений. Все они приводят к существенным искажениям кристаллической структуры и, как следствие, снижают одноосную магнитную анизотропию и электромагнитные свойства. Поэтому их выявление на ранней стадии производства электротехнических материалов является технической проблемой производства и необходимым этапом для своевременного их устранения и повышения электромагнитных свойств.

Материалы и методика эксперимента

Для изучения использовали, стандартные полосовые образцы АЭС марки 3408 толщиной 0,23 мм, содержащие 3 мас.% кремния в железе и имеющие высокую степень совершенства ребровой кристаллографической текстуры (110)[001]. Для повышения точности определения остаточных неоднородных напряжений в АЭС путем получения рентгеновских дифракционных топограмм при сканировании образца материала в характеристическом рентгеновском излучении, исследовали применение оптимального спектра рентгеновского излучения и ряд информативных металлических стержней, закрепляемых на кристаллографической плоскости исследуемого образца.

Экспериментальные результаты и их обсуждение

Применение Co $K_{\alpha 1}$ спектра рентгеновского излучения в методе рентгеновского топографического экспресс-анализа к образцу сплава Fe-3%Si с ребровой кристаллографической текстурой (110)[001] позволяет выявить границы значительно разориентированных участков образца [4], то есть зёренную макроструктуру, а также отдельные границы крупных блоков, например, деление блочными границами на три части зерна, обозначенного цифрой 1 на рис. 1а. Большинство выявленных зёрен имеют размер 20–25 мм в плоскости ленты с некоторым количеством малых по размеру зерен 100–200 мкм на левом краю нижней части образца. Поверхность зёрен имеет приблизительно одинаковый контраст, обусловленный высокой степенью совершенства текстуры поликристаллического образца, при которой ориентации поверхностей зёрен взаимно близки к плоскости (110). Разделяющие их межзёренные границы имеют вид несколько размытых чередующихся тёмных и светлых закруглённых линий. В то же время более слабые или малые по площади структурные неоднородности и их количественные характеристики остаются не выявленными. Не удаётся различить, например, субструктуру зон локальной деформации, формируемых в кристалле для снижения его магнитных потерь. Дифракционное изображение субструктуры в этих зонах имело характер размытых пятен с неравномерным почернением и не позволяло определить механизм формирования этих зон, возможный как путём возникновения микродеформаций, так и за счёт формирования полигональной структуры из блоков с размерами, меньшими линейного разрешения метода.

Более информативные изображения приповерхностных слоёв изделия можно получить при рентгеновской топографии с угловым сканированием. В частности, при выделении из рентгеновского пучка дуплета $K_{\alpha 1}$ и $K_{\alpha 2}$ получают с его помощью

рефлексы от выбранных в данном кристалле плоскостей (220) и $(\bar{2}\bar{2}0)$, которые при угловом сканировании создают интерференционную картину широких чёрно-белых дифракционных полос на поверхности образца (рис. 1б). Как видно из рисунка, ширина и плотность этих чёрно-белых линий интерференционного контраста различна в разных участках образца и наибольшая в нижней его части, что указывает на разную степень искажения кристаллической решётки зёрен по длине образца. Отдельные нарушения гладкости полос интерференционного спектра указывают места расположения структурных неоднородностей. Однако большая ширина этих линий не позволяет анализировать занятую ими значительную часть площади образца и оказывается достаточно информативной лишь в участках зёрен крупного размера, порядка 300 мкм и более, не выявляет границ мелких зерен размером 100 мкм, например, в левом краю образца (рис. 1б). Не поддаются анализу и блочные границы, делящие на 3 части зерно 1. Кроме того, в деформированном состоянии сплава, характеризуемом наличием скольжения по базисным плоскостям кристаллической решётки в пределах зёрен, особенно вблизи межкристаллитных границ, метод интерференционных полос не обнаруживает этих изменений в структуре, не позволяет выявить механизм и степень пластической деформации в большинстве зёрен (см. рис. 1б).

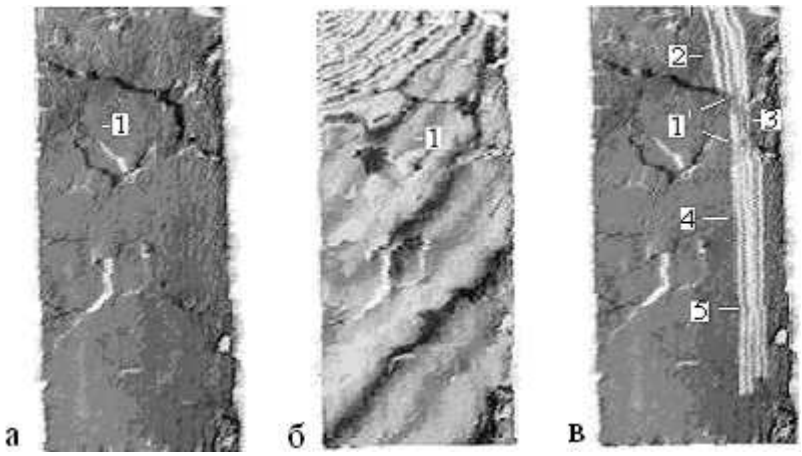


Рисунок 1 - Дифракционные топограммы образца анизотропной электротехнической стали при излучениях $K_{\alpha 1}$ (а), $K_{\alpha 2}$ (б), $K_{\alpha 1}$(в) – со стержнями

Наиболее перспективное решение связано с выбором оптимального вида рентгеновского дифракционного воздействия и применением индикатора контроля напряжений [5]. Он выполнен в виде прозрачной пластины с закреплённым на ней рядом из 2–4 металлических стержней диаметром 0,1–0,07 мм, параллельных друг другу с шагом 1,0–0,8 мм (рис. 1в). Пластина накладывается на поверхность контролируемого образца, в частности на плоскость (110), параллельно выбранному направлению [001]. Далее воздействуют пучком характеристического $K_{\alpha 1}$ рентгеновского излучения и непрерывно сканируют образец при его вращении вокруг выбранной оси [001], лежащей в его плоскости. При этом, регистрирующую рентгеновскую пленку вращают относительно оси [001] вращения образца с удвоенной угловой скоростью. Одновременно её вращают и в противоположном направлении вокруг оси, лежащей в плоскости пленки, и параллельной оси вращения [001] образца с угловой скоростью, равной скорости вращения образца. В результате получают его дифракционную топограмму, из которой выявляют отсутствие или наличие различных искажений кристаллической структуры. Они могут быть в виде четко выявляемых поперечных растяжений, сжатий, плоскостных сдвигов, представленных в изменениях рентгеновских рефлексов от металлических стержней. Затем определяют величину локальных неоднородных напряжений – растяжения, сжатия, малоугловых разориентировок блоков и зеренных участков или их отсутствие в кристаллической решетке электротехнических материалов. При локальном определении в 5 и более градусов разориентированных участков, составляющих 10–20% площади поверхности

образца, применяют термическую обработку в режиме Т=800 ºС при t=30 мин. и охлаждении 200–50 ºС в мин., а при более 20% – термомагнитную обработку в постоянном магнитном поле 500–800 А\м, приложенном в направлении продольной оси прокатки АЭС для повышения степени совершенства кристаллической и магнитной анизотропии материала. В качестве заданной кристаллографической плоскости образца используют ребровые (110), кубические (100) и тригональная (111) поверхности зерен электротехнической стали.

Заключение

Таким образом, за счет применения рентгеновского топографического экспресс-анализа неоднородностей кристаллической структуры АЭС повышается точность определения разориентировки блочных и зеренных участков поликристаллического материала и изделий, приводящих к снижению их магнитной одноосности и электромагнитных свойств (магнитных потерь, коэрцитивной силы, магнитной проницаемости и магнитострикции). На основе этого обеспечивается возможность повышения марочности АЭС, оптимизации функционирования электротехнических конструкций и длительной стабильности свойств материала при эксплуатационных воздействиях, экономии массы расходуемого металла и электроэнергии.

Работа выполнена в рамках ГЗ по темам «Магнит» №АААА-А18-118020290129-5, «Диагностика» №АААА-А18-118020690196-3 и частично по проекту УрО РАН -2019.

Список литературы

1. Драгошанский Ю.Н., Пудов В.И. Улучшение магнитной структуры и свойств магнитомягких сплавов при модификации их поверхности. // Физика и химия обработки материалов. – 2013. – №3. – С. 48–52.
2. Драгошанский Ю.Н., Пудов В.И. Влияние структурных неоднородностей на динамику магнитных доменов и электромагнитные свойства Fe-3%Si сплава. Вестник Тамбовского универ. Серия Естеств. и технич. науки. - 2016.- Т.21. - №3. - С. 970-973.
3. Пудов В.И., Драгошанский Ю.Н. Влияние локальных деформаций на функциональные свойства Fe-Si материалов. Сб. материалов. 60-ой Международной научной конференции «Актуальные проблемы прочности». Витебск, 2018. - С. 445-447.
4. Алексеев А.А., Тренников И.А. Способ определения остаточных напряжений в изделиях из монокристаллических материалов рентгеновским методом // Патент РФ 2427826. – Бюл. изобр. № 24. - 2011.
5. Пудов В.И., Драгошанский Ю.Н. Способ определения остаточных неоднородных напряжений в анизотропных электротехнических материалах рентгеновским методом // Патент РФ №2663415. – Бюл. изобр. № 22. - 2018.

ФИЗИКА СКАЧКОВ БАРКГАУЗЕНА ПРИ НАМАГНИЧИВАНИИ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКОЙ СТАЛИ

Драгошанский Ю.Н., Пудов В.И.
Институт физики металлов им.М.Н. Михеева УрО РАН, Екатеринбург, Россия
drago@imp.uran.ru; pudov@imp.uran.ru

Энергосбережение, эффективная работа электротехнических устройств и их миниатюризация в современной технике требуют улучшения физических свойств магнитных материалов, используемых в качестве магнитопроводов в переменных магнитных полях. Одним из путей снижения магнитных потерь, изменения магнитострикции и повышения магнитной проницаемости магнитомягких сплавов, в частности анизотропных электротехнических сталей (АЭС), является формирование оптимальных параметров магнитных доменов и высокой подвижности их границ. Во внешнем переменном магнитном поле движение границ зарождающихся и растущих доменов обеспечивает намагничивание и перемагничивание материала, а характер этого движения определяет уровень его гистерезисных магнитных свойств.

Ленты АЭС состава Fe-3мас.%Si с ребровой (110)[001] или кубической (100)[001] текстурами при стандартных толщинах 0,08 – 0,80 мм состоят из зёрен ~ 10-20 мм. Их доменная структура включает 180° основные полосовые (1,2) и замыкающие клиновидные (3,4) домены (рис.1), намагниченные по оси [001], а также каплевидные и ветвистые комплексы, содержащие области, намагниченные по поперечным направлениям [010] и [100]. При использовании метода рентгеновской дифракционной топографии, высоковольтного электронного микроскопа и установки изучения доменов одновременно с двух противоположных поверхностей ленты показано, что при ширине ~ 0.5–1.0 мм домены обычно являются сквозными [1].

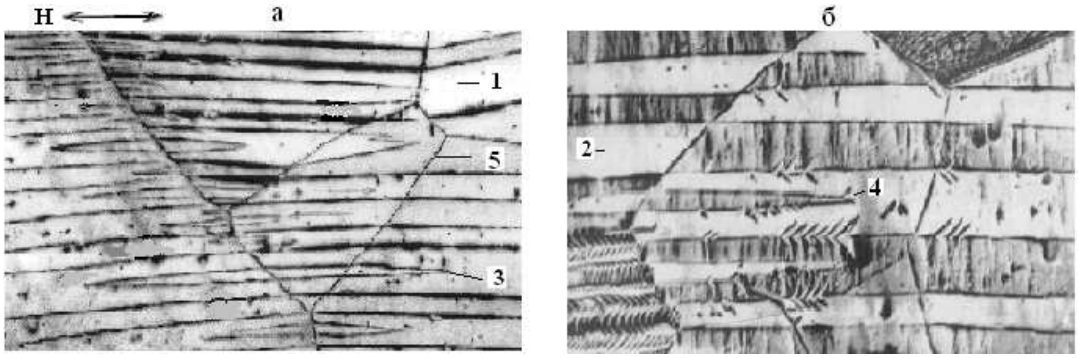


Рисунок 1- Основные полосовые (1,2) и замыкающие клиновидные (3,4) домены поликристаллов Fe-3%Si. а-(110), б-(100). → направление намагниченности доменов. Зерно (5). x10

В магнитном поле рост доменов, намагниченных близко к направлению действующего поля, сопровождается соответственным уменьшением объёма смежных доменов с «обратной» намагниченностью. При этом плавное изменение магнитного поля вызывает, как известно, скачкообразное изменение намагниченности ферромагнетика (эффект Баркгаузена). К этому приводит скачкообразное движение доменных границ или их участков из-за наличия неоднородностей структуры в виде зон внутренних напряжений или включений. Появление скачков намагниченности (СН) обнаружено и при деформировании, нагреве, облучении, изменении кристаллической и магнитной анизотропии в аморфных, тонкоплёночных магнетиках, в ферритах, сегнетоэлектриках, а также «запаздывающие» СН. В работах по изучению этого эффекта обсуждаются методики фиксирования СН, их размерные характеристики, число и распределение по величине поля и времени процесса [2], а тесная связь параметров СН с состоянием структуры ферромагнетиков служит основой метода неразрушающей магнитной структуроскопии металлов и сплавов.

При этом один из важных вопросов теории процессов намагничивания до сих пор оставался не ясным – природа и количественные характеристики обратных скачков намагниченности (ОСН), т. е. скачков, соответствующих изменению намагниченности, противоположной приложенному полю, обнаруженных впервые в [3]. Это новое явление в процессах намагничивания магнетиков считалось вначале ошибкой измерительной аппаратуры, поскольку её чувствительность была мала, а в известном механизме взаимодействия движущейся 180° границы основного домена с локальным дефектом обратных изменений намагниченности не предполагалось [4]. О конкретной причине нового явления были высказаны ранее лишь самые общие предположения, такие как «влияние токов Фуко в данной части магнетика при перемагничивании в соседних доменах» или «из-за взаимодействия 180° и 90° доменнных границ» [5].

Ответить на этот вопрос оказалось возможным при изучении непосредственно динамики магнитных доменов на двух противоположных поверхностях ленты [1]. На рис.2 А и А' показана доменная структура одного и того же участка ленты Fe–Si одновременно на верхней (левый ряд фото) и нижней (справа) поверхностях. Она содержит 180° основные полосовые и дополнительные каплевидные домены. Замыкающие магнитный поток на поверхностях кристалла каплевидные домены намагничены противоположно основному домену и возникают для снижения энергии его размагничивающих полей, вызванных отклонением оси текстуры [001] и намагниченности от поверхности ленты на некоторый угол (β ~ 4° на рис. 2).

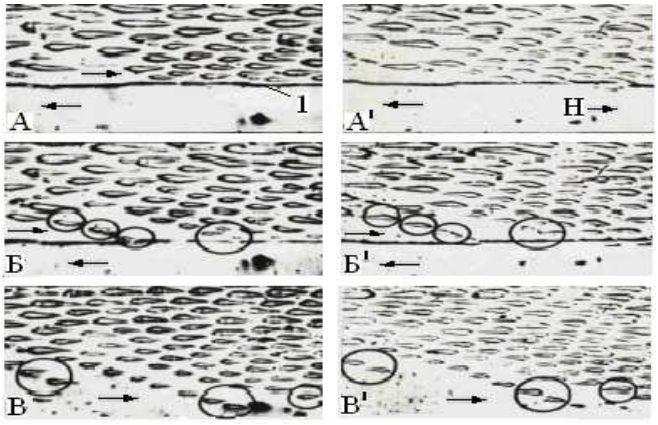


Рисунок 2 - Движение основной 180° доменной границы (1) при намагничивании Fe-3%Si кристалла на верхней (А-В) и нижней (А′-В′) его поверхностях. Н→ направление поля. Окружностями выделены новые замыкающие домены с «обратной» ориентацией намагниченности на поверхностях верхнего растущего основного домена

При намагничивании кристалла увеличивается объём основного домена (верхнего), намагниченность которого близка к направлению поля. Это происходит за счёт перемещения его междоменной границы (1) в сторону соседнего (нижнего) полосового домена, намагниченность которого противоположна (рис.1 А,Б,В, А´,Б´,В´). При этом движении границы (вниз) увеличивается площадь растущего (вверху) домена и намагниченность образца в целом. А возникающие скачком на его дополнительной площади каплевидные замыкающие домены с обратной ориентацией намагниченности и создают обратные скачки Баркгаузена (домены, отмеченные окружностями на рис.2). Аналогичным образом исчезновение замыкающих доменов (намагниченных вдоль поля) в сужающемся основном домене при подходе 180° доменной границы, также вызывает обратные скачки намагниченности.

Другим источником ОСН являются клиновидные субдомены при достаточно крупных дефектах ферромагнитного кристалла, снижающих его магнитные поля рассеяния. После прохождения границы основного домена через дефект, возникающие возле него скачком субдомены создают обратные скачки намагниченности, снижая намагниченность образца в целом. Поэтому термообработка магнитного материала после его изготовления, приводящая к уменьшению дефектов и объёма субдоменов,

повышает магнитную проницаемость и снижает магнитные потери. Следовательно, к скачкам намагниченности приводит взаимодействие границы основного домена не только с малыми дефектами, размеры которых сравнимы с шириной доменной границы [6, с.130], но и с более крупными дефектами, образующими субдомены и зародыши перемагничивания в объёме ферромагнитного образца.

Существенный рост магнитной проницаемости и снижение магнитных потерь Fe-3%Si обеспечивает и повышение магнитной текстуры сплава, приводящее к уменьшению объёма замыкающих доменов и ОСН. Например, уменьшение угла рассеяния осей [001] лёгкого намагничивания зёрен от обычных β ~7–8° относительно плоскости ленты до оптимального 2° вызывает снижение объёма замыкающих доменов с обратной намагниченностью от 12–15 до 2–3% [7]. Это можно обеспечить изменением обычной технологии производства стали с двух стадийной деформацией и промежуточным отжигом на одностадийную силовую деформацию прокаткой (технология типа HI-B). При этом в ленте стали толщиной 0,30 мм достигается рост магнитной индукции B_{800} (в поле 800 А/м) от 1,86 до 1,94 Тл и снижение магнитных потерь на 20% [8,9].

Таким образом, выяснен физический механизм обратных скачков намагниченности, обусловленный минимизацией общей энергии растущей магнитной фазы при намагничивании ферромагнетика. Управление параметрами скачков намагниченности при совершенствовании структуры магнитных материалов обеспечивает в них значительное улучшение магнитных свойств.

Работа выполнена по ГЗ, тема «Магнит» № АААА-А18-118020290129, «Диагностика» №АААА-А18-118020690196-3-5, и частично по проекту УрО РАН - 2019.

Список литературы

1. Драгошанский, Ю.Н., Пудов В.И. Устройство для оптического мониторинга поверхностей твёрдых тел // Патент РФ № 174673. – Бюл. изоб. №30, 2017.

2. Горкунов, Э.С., Драгошанский Ю.Н. // Дефектоскопия. 1999. – № 6. – С. 3–23.

3. Ивлев, В.Ф., Рудяк В.М. // ДАН. - 1958. -Т. 120, № 3. – С. 359–363.

4. Родичев, А.М., Игнатченко В.А., Саланский Н.М. // Магнитная структура ферромагнетиков. Под ред. Л.В. Киренского. Новосиб.: СО АН СССР. 1960. – С. 113–121.

5. Дрокин, А.И., Ильюшенко В.Л., Червенчук Л.П. // Изв. Вузов. Сер. физ. -1984. - № 12. – С. 8–12.

6. Михеев, М.Н., Горкунов Э.С. // Магнитные методы структурного анализа. – М.: Наука, 1993. – 252 с.

7. Драгошанский, Ю.Н., Есина Н.К., Зайкова В.А // ФММ. - 1978. - Т. 45, № 4. - С. 723–728

8. Nozawa,T., Mizogami M., Mogi H., Matsuo Y. // IEEE Trans. Magn. - 1996. -V. 32, № 2. – P. 572–589.

9. Драгошанский Ю.Н., Пудов В.И. Оптимизация деформационными воздействиями структуры и свойств Fe-Si сплавов с разной текстурой. Письма о материалах. - 2018. - Т.8, №1. - С. 66–70. DOI:10.22226/2410-3535-2018-1-66-70.

ПЕРСПЕКТИВНЫЕ МАТЕРИАЛЫ В СТРОИТЕЛЬСТВЕ НА ОСНОВЕ НАНОТЕХНОЛОГИЙ

Полонина Е. Н., Леонович С. Н.
Белорусский национальный технический университет, г. Минск, Республика Беларусь, poloninaen@gmail.com

В строительстве, при применении комплексных добавок, в состав которых входят суперпластификаторы, появляются вопросы по получению высокотехнологичных бетонных смесей и бетонов высокой прочности и долговечности.

В последнее десятилетие в производстве бетонов широко используются наночастицы, нанотрубки и нановолокна, которые повышают эффективность суперпластификаторов. Данные нанотехнологии позволяют получать прочность пластифицированных цементных систем до 80% выше в зависимости от расхода цемента за счет снижения водосодержания и образования гидратных фаз в процессе взаимодействия нанодобавок с $Ca(OH)_2$.

Целью исследования является оценка влияния комплексных нанодобавок, в состав которых входит суперпластификатор, на прочность бетонных образцов при сжатии.

В исследованиях использовались:

-портландцемент ЦЕМ I 42.5Н ОАО «Красносельскстройматериалы";

-карьерный песок месторождения Минского района с модулью крупности $М_{кр}$ = 3.8, истинной плотностью ρ=2572 кг/м^3, насыпной плотностью ρ=1540 кг/м^3;

- щебень фракции 5-20 мм, насыпной плотностью ρ=1460 кг/м^3;

- многослойные углеродные нанотрубки (рис.1а), полученные в плазме высоковольтного разряда атмосферного давления при оптимальном составе газовой смеси CH4: воздух = 1: (2.4–2.5) с последующей химической обработкой с массовой долей сухого остатка не менее 37%, pH=7.0, ρ=1.1 г/см^3;

-золь нанокремнезема(рис.1б), полученный из гидротермальных теплоносителей, с характеристиками водородного показателя pH=9.2, плотностью ρ=1075 г/дм^3, содержание твердых частиц нанокремнезема SiO_2 = 120 г/дм^3, общее солесодержание равное 1720 мг/дм^3;

- пластифицирующая добавка на поликарбоксилатной основе.



Рисунок 1 - Модифицирующие наноматериалы: а) многослойные углеродные нанотрубки, б) золь нанокремнезема

Прочность на сжатие определялась на бетонных образцах-кубиках размерами 100*100*100 мм на составах при соотношении компонентов Ц: П: Щ равное 1:2.62:2.82. Количество вводимой добавки во всех случаях составляло 0.8% от массы цемента.

Способ приготовления используемой добавки заключается в диспергации суперпластификатора и наноматериала (нанокремнезема или наноуглерода) в смесителе в течение нескольких минут.

Для определения влияния добавки на прочностные характеристики бетона, ее предварительно смешивали с водой затворения, равномерно распределяя по всему объему, после чего воду вводили в бетонную смесь. Смесью заполняли гнезда формы-куба (100х100мм), которую устанавливали на вибрационном столе и уплотняли. После изготовления образцы расформовывали и хранили в ваннах с водой до достижения определенного возраста. Испытания образцов на прочность при сжатии проводили на 1-е, 7-е, 14-е и 28-е сутки.

Для выявления лучшего результата была изготовлена 5 серий из трех образцов, отличающаяся видом добавки: Контроль – контрольный образец без добавки; СП – образец, содержащий добавку суперпластификатора; СП+НК – образец, содержащий добавку суперпластификатора и золя нанокремнезема; СП+МУНТ – образец, содержащий добавку суперпластификатора и МУНТ; СП+НК+МУНТ – образец, содержащий комплексную добавку, состоящую из МУНТ, золя нанокремнезема и суперпластификатора.

Результаты испытаний представлены на рисунке 2.

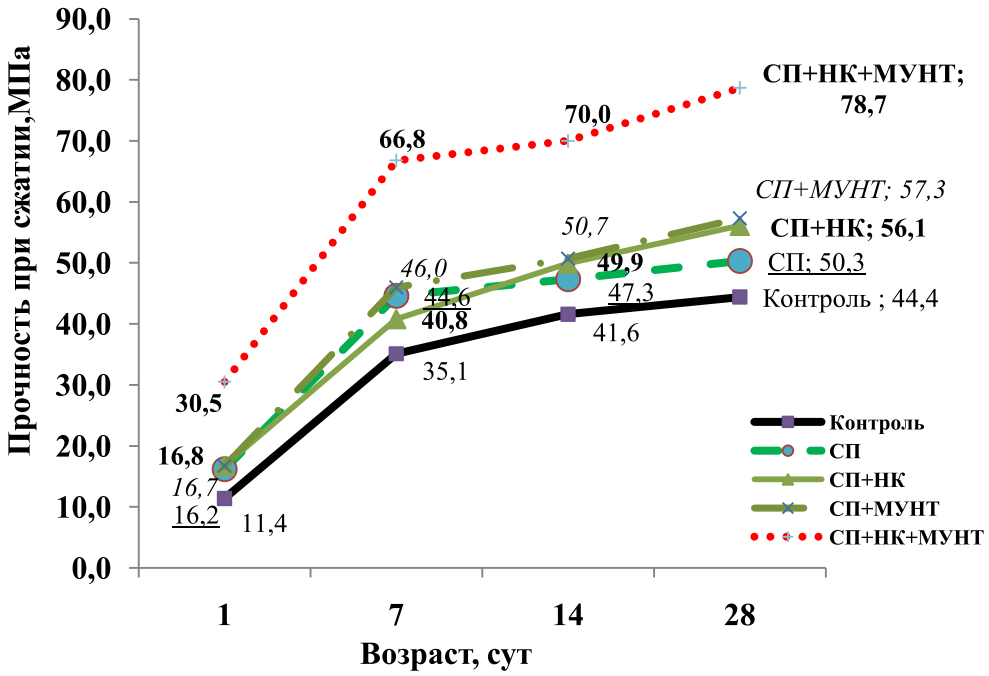


Рисунок 2 - Прочность бетонных образцов на сжатие

Анализируя полученные результаты можно сделать выводы:

Бетон, содержащий модифицирующий компонент (многослойные углеродные нанотрубки или золь нанокремнезема) совместно с суперпластификатором повышает прочностные характеристики до 30% по сравнению с контрольным образцом во все периоды твердения. Дополнительно обеспечивается снижение воды и повышается долговечность бетона.

При использование комплексной нанодисперсной системы проявляется эффект, обеспечивающий получение прочной и плотной минеральной матрицы, что подтверждается увеличением прочности до 78,7МПа. Следовательно, происходит заполнение пустот не только между частицами цемента, но и еще более крупными частицами песка.

Библиографический список

1.Баженов Ю. М. Использование наносистем в строительном материаловедении // Вопросы применения нанотехнологий в строительстве: сб. докл. участников круглого стола. М.: МГСУ, 2009. - С. 4–8.

2.Гритель Г. Б., Глазкова С. В. Перспективы наноструктурированного бетона в строительстве // Бетон и железобетон. - 2011. - № 6. - С. 40–44.

3.Пудов И. А., Пислегина А. В., Лушникова А. А., Первушин Г. Н., Яковлев Г. И., Хасанов О. Л., Тулаганов А. А. Проблемы диспергации углеродных нанотрубок при модификации цементных бетонов // Сб. тр. II междунар. конф. «Нанотехнологии для экологичного и долговечного строительства». Ижевск. 2010. - С. 34–38.

4.Баженов Ю.М., Фаликман В.Р., Булгаков Б.И. Наноматериалы и нанотехнологии в современной технологии бетонов //Вестник МГСу. – 2012. – №. 12

5. Жданок С.А., Хрусталев Б.М, Батяновский Э.И., Леонович С.Н. Нанотехнологии в строительном материаловедении: реальность и перспективы. Вестн. БНТУ. - 2009. - № 3. - С. 5–22.

6.Потапов В. В., Горев Д. С. Физико-химические характеристики нанокремнезема (золь, нанопорошок) и микрокремнезема. Фундаментальные исследования. - 2018. - №. 6. -С. 23-29.

7.Камалова З. А., Рахимов Р. З., Ермилова Е. Ю., Стоянов О. В. Суперпластификаторы в технологии изготовления тяжелого бетона // Вестник Казанского технологич. ун-та. - 2013. – Т. 16, № 8. - С. 148–152.

8.Вовк А. И. О некоторых особенностях применения гиперпластификаторов // БСГ. Строительная газета. - 2008. - № 10. - С. 5.

КОМПОЗИЦИОННЫЕ ВЯЖУЩИЕ С РЕАКЦИОННО-АКТИВНЫМ МИНЕРАЛЬНЫМ КОМПОНЕНТОМ ДЛЯ МОДИФИЦИРОВАННЫХ БЕТОНОВ

Гувалов А.А., Аббасова С.И.
Азербайджанский Архитектурно-Строительный Университет, Баку

Современные тенденции в области бетоноведения направлены на разработку и внедрение технологий, обеспечивающих, получения бетонов с высокими эксплуатационными характеристиками. Для этого необходимо рассмотреть новые подходы к разработке составов бетонов с применением эффективных химических модификаторов, активных минеральных добавок, наполнителей различной природы и фракционного состава с содержанием высокодисперсных минеральных частиц [1-3].

В результате проведенных теоретических и экспериментальных исследований установлена возможность получения эффективных композиционных вяжущих на основе реакционно активным компонентом алюмосиликатного состава и пластификатора [4].

В данной работе исследовалась возможность применения органоминеральной добавки для получения бетонов с высокими показателями набора прочности, на основе многокомпонентной композиции кремнезем- и алюмосодержащего сырья различного происхождения в комплексе с химическими модификаторами. В качестве активной минеральной добавки для изготовления цементных композитов применялся термический продукт каолинитсодержащая порода Чанлибельского месторождения, представляющий собой смеси реакционно-активные компонента каолинита и реологически активные копонента кварца. В качестве водоредуцирующей добавки использовался суперпластификатор Полипласт СП-1, получаемый на основе олигомера нафталинсульфоната.

Добавку получали путем совместного помола всех сырьевых компонентов в лабораторной мельнице до удельной поверхности 6000 $см^2$/г. Эффективность добавки оценивалась посредством сравнения предела прочности при сжатии стандартных образцов тяжелого бетона с введенной добавкой с образцами бетона «контрольного» состава без добавки в различные сроки твердения.

Подбор составов бетона проводился в соответствии с требованиями ГОСТ 27006-86 на портландцементе SEM I 42,5 цементного завода НОРМ. При приготовлении бетонных смесей в качестве заполнителей использовались гранодиоритовый щебень марки М1200 фракцией 5-10 и 10-20 мм, речной песок с $М_{кр}$ = 2,25, а также отсевы из камнедробления. Составы подбирались расчетно-экспериментальным способом при условии равной подвижности бетонных смесей (табл. 1). Хранение образцов осуществлялось в камере нормального твердения при температуре 20 ±2 °С и влажности более 90 %.

Таблица 1 - Составы цементных бетонов

Состав бетонов					
Марка по удобоукладываемости	Цемент, кг/$м^3$	Песок, кг/$м^3$	Щебень, кг/$м^3$	Вода, л/$м^3$	Добавка, % от массы цемента
П4	420	810	1010	185	-
П4	420	810	1010	140	10,0

Предел прочности при сжатии определяли в соответствии с требованиями ГОСТ 10180-90 на стандартных образцах-кубах размером 150х 150х 150 мм в возрасте 1, 3, 7 и 28 суток, данные приведены в табл. 2.

Таблица 2 - Физико-механические характеристики образцов

Сроки твердения, сут.	Предел прочности при сжатии, кг/см^2	
	состав 1	состав 2
1	74	120
3	145	290
7	234	430
28	350	540

Данные об испытании образцов свидетельствуют, что бетоны, изготовленные с использованием добавки многокомпонентного состава, характеризуются достаточно высокими прочностными показателями, а также ускоренной кинетикой набора прочности по сравнению с образцами бетона без введения добавки. При применении модификатора предел прочности при сжатии через сутки провышается на 62%, а через 28 суток –на 54%.

Полученные результаты могут быть объяснены созданием сложной гетерогенной структуры на ранних стадиях твердения цементных композиций с развитой системой межфазовых переходов путем введения многокомпонентной органоминеральной добавки. Кинетика набора прочности таких систем определяется комплексным воздействием органоминерального комплекса на стадии структурообразования системы с повышением степени гидратации минералов цементного клинкера со смещением баланса фазообразования в сторону увеличения низкоосновных гидросиликатов кальция типа CSH(1) и снижением первичных кристаллогидратов портландита в результате взаимодействия с реакционно-активным компонентом минеральной составляющей добавки [2,3]. Реологически-активный компонент тонкодисперсный кварцит заполняет межпустотное пространство и уплотняет структуры цементного камня. Совместное применение каолинита, кварцита и суперпластификатора позволяют направленно модифицировать структуры цементного камня, тем самым повышать прочностные характеристики цементных систем.

Таким образом, можно сделать вывод о целесообразности применения многокомпонентного комплексного органоминерального состава не только для производства эффективных ресурсосберегающих вяжущих, но и для добавок при изготовлении бетонных смесей, обладающих высокими показателями набора прочности, для существенного повышения эффективности производства бетонных и железобетонных изделий. При этом одновременно решается несколько проблем: экологическая, ресурсо- и энергосбережения, снижения себестоимости композиционных вяжущих, затрат при производстве бетонных и железобетонных изделий.

В результате проделанной работы предложен ряд технологических решений для повышения эффективности производства цементных композиций с использованием в качестве сырья материалов природного и техногенного происхождения, доступных, недорогих и имеющих большие объемы накоплений, что можно рассматривать как весьма перспективное направление в технологии производства цементных композитов, позволяющее достигать нужных характеристик продукции и отвечающие требованиям ресурсосбережения.

Литература

1. Гувалов А.А. Органоминеральный комплекс для модифицирования цементных композиций, 53-й Международной научной конференции «Актуальные проблемы прочности». 2-5 октября 2012 года. Витебск, Беларусь: сборник материалов. Ч.1. /УО «ВГТУ» - Витебск, 2012. –С. 197-199.

2. Гувалов А.А., Кузнецова Т.В. Органоминеральные добавки на основе вулканического пепла Джейранчельского месторождения. Информационный научно-технический журнал «Технология бетонов». Москва. - 2012. - №11-12(76-77). – С. 65-67.

3. Гувалов А.А., Аббасова С.И. Повышение эффективности цементных вяжущих с использованием кремнеземсодержащего модификатора. Научно-технический и производственный журнал «Строительные матеиалы». Москва. - 2018. - №11. – С.56-59.

4. Гувалов А.А. Особенности применения органоминеральных добавок в технологии высокопрочного бетона. Сб.трудов II Международной конференции «Инновационная деятельность предприятий по исследованию, обработке и получению современных материалов и сплавов» 24-25 ноября 2011, Орск, Россия - 201. - С. 216-222.

ЛЕГИРОВАННЫЕ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИЕ АЛМАЗЫ

Филоненко В.П., Зибров И.П.
Институт физики высоких давлений им. Л. Ф. Верещагина РАН, Москва
filv@hppi.troitsk.ru

Вариант синтеза легированных бором алмазных поликристаллов в виде цилиндрических образцов представлен в работе [1]. При использовании камеры высокого давления тороид, диапазона давлений 8-9 ГПа и температур около 2500 К были получены образцы с высокими модулями упругости и сверхпроводимостью при температурах ниже 4К. В качестве исходных материалов использовали смеси графита с 3.5-5.0% карбида бора. Основные недостатки метода - неравномерность распределения карбида бора и очень высокая температура синтеза.

Если применять в качестве активатора фазового перехода графит-алмаз борсодержащие сплавы металлов, то кристаллы алмаза также содержат бор в узлах решетки, но его количество не превышает десятых долей процента. В данной работе алмазные поликристаллы были синтезированы в диапазоне давлений от 6 до 12 ГПа. При их получении графитовая заготовка диаметром 5 мм и высотой 4 мм контактировала с боридом кобальта (Co_3B), который после плавления активировал перекристаллизацию графита в алмаз. Фазовый переход графит-алмаз сопровождается значительным уменьшением объема, поэтому фронт расплава кобальта с бором легко продвигается по границам раздела в объем графитовой заготовки. Образование алмазного композита заканчивается в течение нескольких секунд. Прочность сформированного поликристалла обеспечивается за счет взаимного срастания и прорастания алмазных дендритов.

На рисунке 1 приведены микроструктуры сколов, из которых видно, что с увеличением давления размер кристаллитов алмаза снижается в несколько раз. После синтеза при 6 ГПа композиты имеют структуру с крупными радиально-лучистыми дендритами, характерную для алмазов типа баллас. При 9 и 12 ГПа формируется более плотная скрытокристаллическая структура, присущая природным поликристаллическим алмазам типа карбонадо.

Для определения степени легирования бором применяются два основных метода. Рентгеновский анализ позволяет оценить количество бора в решетке по увеличению параметра алмазной ячейки. Рамановские спектры сильнолегированных бором алмазов отличаются наличием широких полос на 500 и 1200 $см^{-1}$. Основная алмазная полоса смещается и проявляется Фано-эффект.

Но, главной особенностью легированных бором алмазов является их хорошая электрическая проводимость, которая увеличивается при повышении содержания бора. Имеющиеся на сегодняшний день экспериментальные результаты свидетельствуют, что при количестве бора более 1 ат.% в алмазах может наблюдаться сверхпроводящий переход при гелиевых температурах.

Рентгеновский анализ алмазных поликристаллов, синтезированных нами при различных давлениях, не выявил явного отличия в параметрах элементарной ячейки, размеры которой увеличились с 3.567 до ≈3.569 Å, что свидетельствует о невысоком уровне легирования. На всех Рамановских спектрах (рис.1г) наблюдается незначительное смещение максимума алмазной полосы. В образцах, полученных при 9 и 12 ГПа, видны более явные изменения спектров, связанные с началом появления широкой полосы в диапазоне 1200-1300 $см^{-1}$.

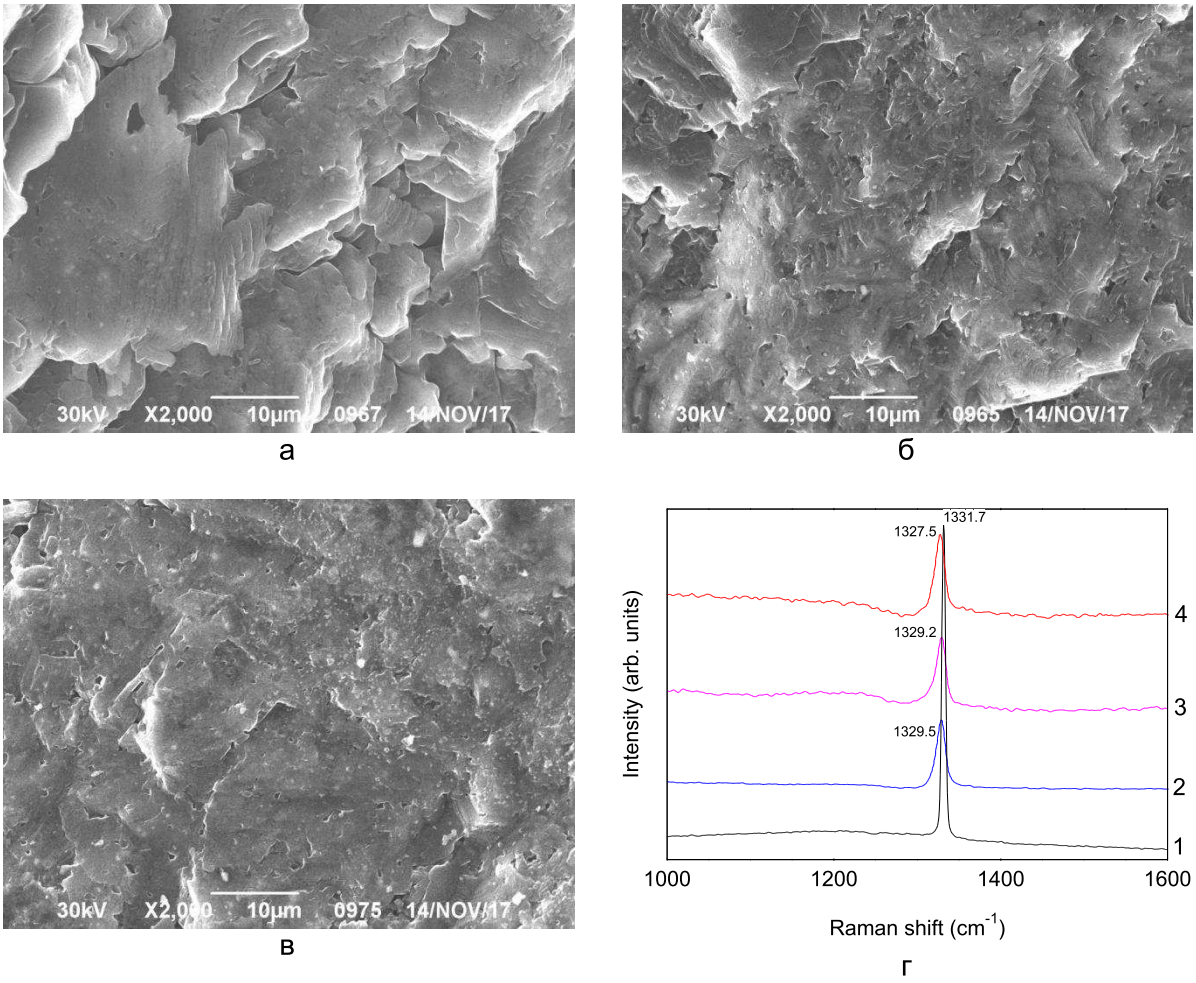


Рисунок 1 - Анализ легированных бором алмазных поликристаллов микроструктура: а – 6 ГПа, б – 9 ГПа, в – 12 ГПа; г - Рамановские спектры: 1 –нелегированный алмаз, 2 - 6 ГПа, 3 – 9 ГПа, 4 – 12 ГПа

Для проведения измерений температурной зависимости электросопротивления из поликристаллических алмазных образцов готовились пластинки, которые проходили химическую очистку от включений борида кобальта. Измерения проводили по четырехточечному методу от комнатной температуры до 2 К. Полученные результаты (Рис. 2) показали, что степень легирования карбонадо бором при давлении 9 ГПа выше, чем при 12 ГПа. Это может быть связано с оптимальными параметрами синтеза. При 9 ГПа и 1500 °С оптимальная скорость превращения графита в алмаз обеспечивает внедрение большего количества бора в решетку и формирование плотной мелкозернистой структуры. Металлическая фаза присутствует в основном в виде обособленных включений с размерами до 1 мкм. После ее вытравливания кислотами алмазная матрица сохраняет высокую проводимость и химическую устойчивость. Например, поликристалл, синтезированный при 9 ГПа, имеет уровень электрического сопротивления при комнатной температуре ≈50 мОм·см, которое начинает значимо увеличиваться только при температурах ниже 30 К.

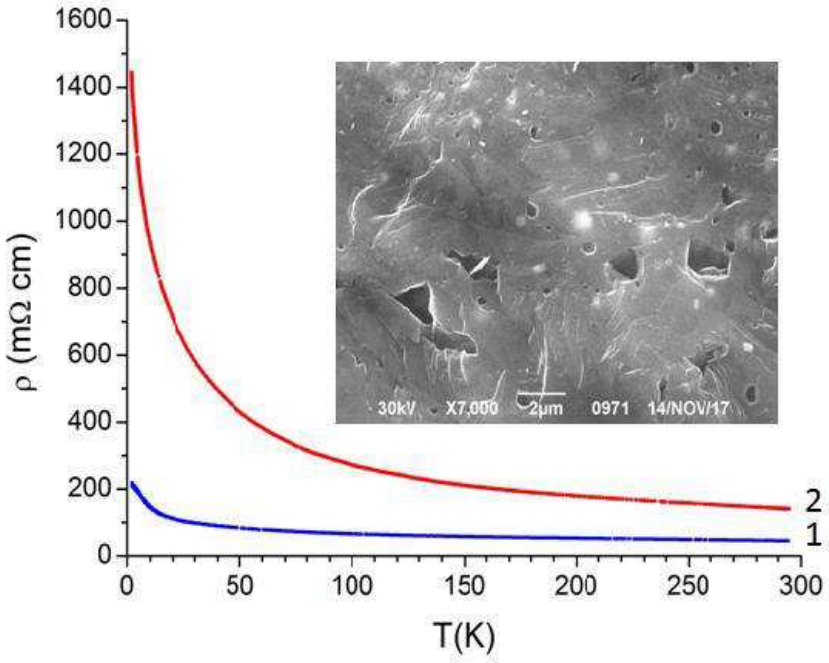


Рисунок 2 - Температурная зависимость электрического сопротивления образцов после удаления металлической фазы: 1 – 9 ГПа, 2 – 12 ГПа

Высокая электрическая проводимость и уникальная химическая стойкость дают возможность применять легированные бором алмазные поликристаллы в качестве материалов электродов. Подобные электроды-компакты имеют широкую область идеальной поляризуемости и низкий фоновый ток [2].

Присутствие в объеме алмазных поликристаллов металлической компоненты затрудняет корректное определение упругих модулей материала. Однако, в процессе синтеза формируется очень прочный каркас из взаимно прорастающих алмазных кристаллитов. Тестовые испытания износостойкости нового материала показали, что площадь пятна износа у него меньше, чем у сверхтвердой керамики алмаз-SiC, имеющей модуль упругости 850-900 ГПа [3].

Таким образом, при использовании борида кобальта из графитовой заготовки синтезирован алмазный поликристаллический сверхтвердый композит, имеющий хорошую проводимость после удаления металлической фазы. Такой керамический материал имеет хорошие перспективы практического использования в качестве рабочих элементов правящего инструмента или выглаживателей, а также в электрохимии и медицине.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 17-02-01285а.

Литература

1. E.A. Ekimov, V. Ralchenko, A.Popovich. Diamond & Related Materials. – 2014. – Т. 50. - С.15–19.
2. Ю.В. Плесков, М.Д. Кротова и др. Электрохимия. – 2017. – Т. 53, №12. –С. 1529-1538.
3. В.П. Филоненко, А.В. Ножкина и др. Стекло и керамика. – 2017. - № 12. – С.15-20.

НОВАЯ СВЕРХТВЕРДАЯ КЕРАМИКА АЛМАЗ-НИТРИД БОРА: СИНТЕЗ, СТРУКТУРА, ХАРАКТЕРИСТИКИ

Филоненко В.П.[1], Зибров И.П.[1], Анохин А.С.[1,2]
[1]*Институт физики высоких давлений им. Л. Ф. Верещагина РАН, Москва*
[2]*Институт металлургии и материаловедения им. А. А. Байкова РАН, Москва*
filv@hppi.troitsk.ru

Введение

Процесс консолидации частиц алмаза следует проводить в условиях его термодинамической стабильности. Диапазон давлений, приемлемый для промышленного получения алмазных композитов на различных типах аппаратов, составляет 5-8 ГПа. Но и в этих условиях при температурах ≥1500 °С связывание микроалмазов в прочный компакт невозможно из-за графитизации их поверхности. Поэтому при спекании используют добавки металлов группы железа, которые являются катализаторами фазового перехода графит-алмаз. Базовые методы получения алмазных композитов с металлической связкой представлены в работах [1-3]. Второй подход связан с использованием компонентов (кремний, титана), которые образуют в результате химического взаимодействия с алмазом тугоплавкие карбиды. Композиты алмаз-карбид кремния выгодно отличаются от алмазных поликристаллов с металлической связкой высокой термической устойчивостью. Они могут выдерживать в течение нескольких часов температуру до 1200 °С, в то время как стойкость алмазных композитов с металлами ограничивается температурами около 700 °С. Однако в материалах с карбидной связкой практически отсутствуют связи алмаз-алмаз, что приводит к повышению хрупкости и снижению износостойкости .

Рекордная твердость алмазных поликристаллов была получена путем реализации объемного превращения в алмаз графитовой заготовки. При полном фазовом переходе графит-алмаз образуется прозрачный нанополикристаллический компакт, твердость которого превышает 100 ГПа [4]. Для получения такого материала использовали многопуансонный аппарат с модулем Каваи [5]. Но термобарические режимы, необходимые для этого процесса (≈15 ГПа, ≥2000 °С), позволяют синтезировать только уникальные лабораторные образцы без возможности их масштабирования.

Вторым сверхтвердым материалом является алмазоподобный нитрид бора. По твердости он уступает алмазу, но имеет ряд преимуществ в термической стойкости и инертности к металлам группы железа. Прямой переход графитоподобной модификации нитрида бора в алмазоподобную происходит при более мягких термобарических параметрах. Например, объемная трансформация цилиндрических образцов пиролитического нитрида бора с гексагональной решеткой в кубическую структуру реализуется при давлении около 8.0 ГПа и температурах 1600-1800 ºС. При повышении давления размеры зерен нитрида бора в компакте уменьшаются от субмикронных до наноразмерных [6].

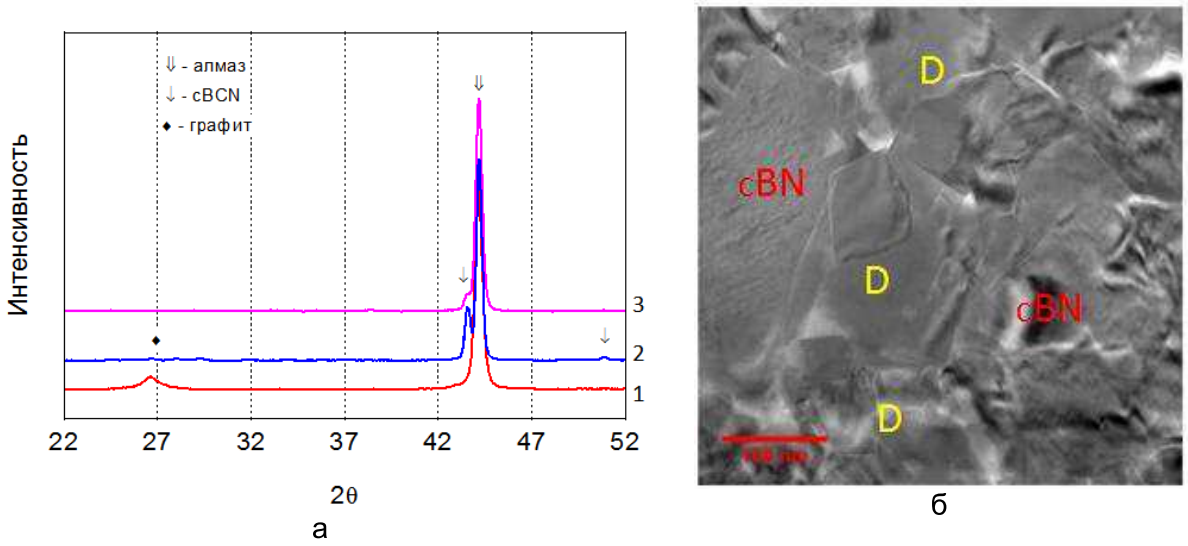
Компакты из алмазоподобного нитрида бора без активирующих добавок могут быть получены спеканием смесей высокодисперсных монокристаллических порошков кубической фазы (cBN) и нанополикристаллических частиц вюрцитной модификации (wBN) [7]. Для этого требуются давления 6-8 ГПа, поэтому представляется перспективным использовать различные варианты добавок нитрида бора в качестве связки для спекания микроалмазов. При синтезе таких композитов необходимо обеспечить подавление графитизации поверхности частиц и формирование прочных связей кристаллов алмаза между собой и с нитридом бора. Однако до настоящего времени задача получения сверхтвердых композитов алмаза с нитридом бора не решена из-за низкой диффузионной активности компонентов при параметрах спекания.

В данной работе представлен новый подход для получения сверхтвердых композитов на основе алмаза в системе B-C-N, которые содержат только сверхтвердые частицы.

Методика и результаты

В качестве исходных материалов использовались порошки синтетических алмазов с размерами около 10 мкм и около 0.1 мкм, а также порошки меламина ($C_3N_6H_6$), бора или М-карборана ($B_{10}H_{16}C_4O_2$). Синтез проводили в камерах типа тороид при давлениях 7-8 ГПа и температурах 1500-1700 °С.

Добавка к алмазу меламина с бором или карбораном подавляет графитизацию при спекании за счет появления в объеме компакта водорода после деструкции водородсодержащих соединений. В процессе спекания происходит реакционное взаимодействие между бором и С-Н, N-H флюидами с образованием кристаллов алмазоподобного нитрида бора, легированного углеродом (cBC_xN), и алмаза, легированного бором. Рентгенофазовый анализ и изучение образцов-микрофольг из таких композитов с помощью просвечивающей электронной микроскопии показали полное отсутствие графитоподобных образований и плотную укладку сверхтвердых частиц (рис. 1). Участие в процессе реакционного спекания флюидов и алмазоподобных кристаллов с высокой концентрацией точечных дефектов обеспечивает высокую диффузионную подвижность, достаточную для подстройки поверхности и формирования хороших границ раздела между сверхтвердыми частицами (рис. 2).



а б

Рисунок 1 - Анализ композитов из смесей алмаза с меламином и бором
а- участки дифрактограмм спеченных композитов: 1- микроалмаз без добавок, 2 – субмикроалмаз с добавкой меламина и бора, 3 – смесь микро- и субмикроалмаза с меламином и бором; б – тонкая структура BCN композита на основе субмикроалмаза

Образующиеся в процессе спекания дисперсные частицы cBC_xN формируют вместе с субмикронным алмазом прочную связку для микронной алмазной матрицы. На основе смесей микро- и субмикроалмазов были получены композиты диаметром 4мм и высотой 3мм. Изучение их упругих свойств было выполнено импульсным ультразвуковым методом на установке с системой регистрации прошедших и отраженных ультразвуковых сигналов. В ходе экспериментов были вычислены модули объемной упругости, сдвига и Юнга. Модуль Юнга лучших образцов достигал 850 ГПа.

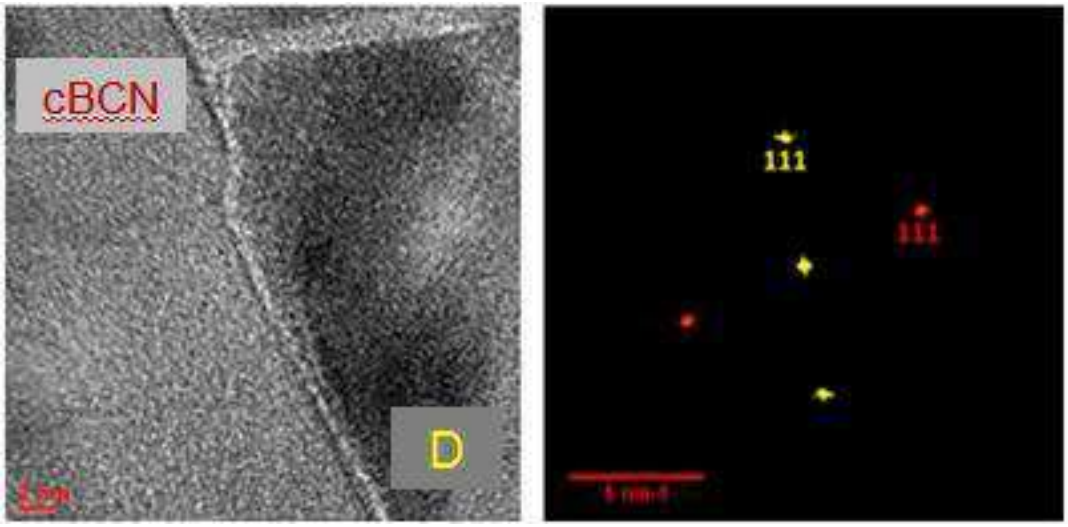


Рисунок 2 - Граница раздела и ориентация соседних частиц алмазоподобного нитрида бора и алмаза

Дилатометрические измерения с последующим рентгенофазовым анализом показали, что термическая стойкость композитов алмаз-нитрид бора в инертной среде превышает 1000 °С. Новый материал показал хорошие результаты испытаний на износостойкость при точении твердого сплава и белого гранита и подтвердил перспективность использования реакционного спекания при высоком давлении. Композиты состоят только из сверхтвердых компонентов, а их характеристики могут быть существенно улучшены за счет оптимизации исходного состава смесей и режимов спекания.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований в рамках научного проекта № 17-02-01285.

Литература:

1. Katzman H., Libby W. F. *Science.* 172, 1132, (1971).
2. Hibbs L. E., Wentorf R. H. *High Temp.-High Press.* 6, 409, (1974).
3. Wentorf R. H., DeVries R. C., Bundy F. P. *Science.* 20, 873, (1980).
4. Sumiya H., Harano K. *Diam. & Relat. Mater.* 24, 44,(2012).
5. Kawai N., Endo S. *Rev. Sci. Instrum.* 41, 1178, (1970).
6. Dubrovinskaia N. et al. *Appl. Phys. Lett.* 90, 101912, (2007).
7. Filonenko V. P. et al. *Inorg. Mat. Appl. Res.* 8, 4, 551, (2017).

РОЛЬ ГРАДИЕНТНЫХ ДИСЛОКАЦИОННЫХ СУБСТРУКТУР ПРИ РАЗРУШЕНИИ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ

Конева Н.А., Тришкина Л.И., Черкасова Т.В.
Томский государственный архитектурно-строительный университет,
г. Томск, Россия, E-mail: koneva@tsuab.ru

Введение. Разрушение металлических материалов является сложным процессом. Оно определяется закономерностями развития деформации на разных масштабных и структурных уровнях [1, 2]. В поликристаллах границы зерен являются источниками микротрещин. При пластической деформации после степени деформации $\varepsilon_{ист}$ = 0.20-0.25 возникают дислокационные и дислокационно-дисклинационные субструктуры [1, 3]. Значительный интерес представляет установление взаимосвязи разрушения материалов с дислокационно-дисклинационными субструктурами.

В настоящей работе представлены результаты электронно-микроскопического изучения изменения дефектной структуры и ее параметров с расстоянием от места разрушения образцов и выявление типов дислокационных субструктур (ДСС), определяющих разрушение поликристаллических металлических материалов на мезоуровне.

Материалы и методы исследования. Материалами исследования являлись поликристаллические ГЦК твердые растворы (ТР) систем Cu-Al с содержанием Al от 0.5 до 14 ат.% и Cu-Mn с содержанием Mn от 0.4 до 25 ат.%. Средний размер зерен в сплавах варьировал в пределах от 10 до 240 мкм. Образцы сплавов деформировались растяжением при комнатной температуре со скоростью $2\cdot10^{-2}$ сек$^{-1}$ до разрушения на машине «Instron». Методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) изучалась дефектная структура сплавов с разной концентрацией Al или Mn и разным размером зерен. Использовался электронный микроскоп с ускоряющим напряжением 125 кВ, снабженный гониометром. Исследование дефектной структуры и ее параметров проводилось в локальных участках образцов через каждые $2\cdot10^{-3}$ м от места разрушения. В каждой локальной области исследуемого материала определялась степень деформации ($\varepsilon^{л}_{ист}$). Известным методом секущей проводились измерения скалярной плотности дислокаций в наблюдаемых субструктурах, плотности деформационных субграниц, плотности микротрещин. Важным параметром дефектной структуры является кривизна кручения (χ) кристаллической решетки [2, 4]. Экспериментально величина χ определяется из градиента непрерывной разориентировки в кристалле. Эта величина в настоящей работе измерялась электронно-микроскопическим методом с использованием изгибных экстинкционных контуров [4]:

$$\chi = \frac{\partial \varphi}{\partial l}, \qquad (1)$$

где φ – угол наклона кристаллографических плоскостей с одинаковой ориентировкой по отношению к пучку электронов, l – расстояние в кристалле. Детали измерения $\Delta\varphi/\Delta l$ изложены авторами в [3-5]. Отметим, что для измерения χ можно использовать также метод EBSD (дифракция обратно рассеянных электронов) [6, 7].

Результаты и их обсуждение. На рисунке 1 представлено изменение средней локальной степени деформации, соответствующей различным участкам образца на расстоянии X от места разрушения для исследуемых сплавов. Хорошо видно значительное различие деформационного поведения малоконцентрированных сплавов и концентрированных. Сплавы меди с небольшим содержанием второго элемента (до 5 ат.%) разрушались при достижении локальной степени деформации (в шейке) $\varepsilon^{л}_{ист}$ = 0.60, а концентрированные сплавы (более 8 ат.%) – при $\varepsilon^{л}_{ист}$ = 0.80-0.90. Было проведено детальное изучение дефектной структуры в локальных участках образцов по мере удаления от места их разрушения.

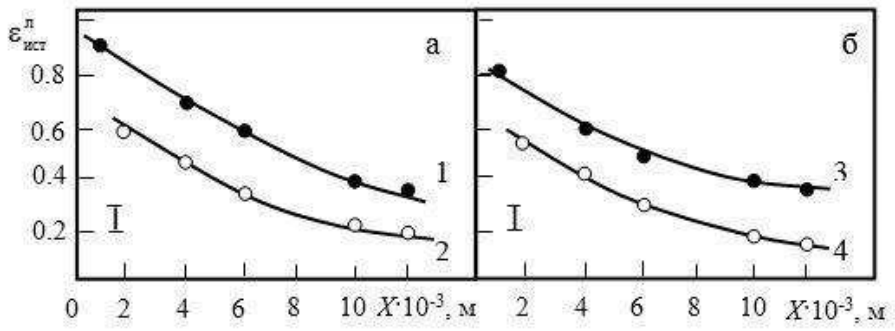


Рисунок 1 – Изменение степени деформации $\varepsilon^{л}_{ист}$, с расстоянием (X) от места разрушения образцов для сплавов систем Cu-Al (а) и Cu-Mn (б): 1 – Cu + 14 ат.% Al, 2 – Cu + 5 ат.% Al; 3 – Cu + 25 ат.% Mn, 4 – Cu + 6 ат.% Mn

Исследования показали, что по мере удаления от места разрушения в малоконцентрированных сплавах с Al (менее 8 ат.% Al) наблюдается следующая последовательность субструктур: фрагментированная ДСС → разориентированная ячеистая → неразориентированная ячеистая → дислокационные сгущения. Подобные типы ДСС в зависимости от расстояния от места разрушения наблюдаются в этом сплаве при разных размерах зерен. В малоконцентрированных сплавах с Mn по мере удаления от места разрушения изменение ДСС происходит в следующей последовательности: микрополосовая → разориентированная ячеистая → неразориентированная ячеистая → дислокационные сгущения. Как видно, в этих двух последовательностях много общего. В области разрушения как в сплавах с Al, так и в сплавах с Mn обнаруживаются разориентированные деформационные субграницы, однако в первом случае это границы фрагментов, а во втором – субграницы микрополос.

Как известно, увеличение содержания Al в сплавах меди приводит к уменьшению энергии дефекта упаковки и как следствие формированию при деформации других ДСС. В сплавах с содержанием Al ≥ 10 ат.% по мере удаления от места разрушения образцов наблюдалась следующая смена ДСС → микродвойниковая → микрополосовая → разориентированная ячеисто-сетчатая → разориентированная сетчатая → неразориентированная сетчатая. Увеличение содержания Mn не изменяет $\gamma_{ду}$, поэтому деформационных микродвойников в концентрированных сплавах Cu-Mn не образуется. В месте разрушения наблюдаются разориентированная ячеисто-сетчатая ДСС и микрополосовая. Образование микротрещин во всех сплавах происходит по границам разориентированных ДСС (субграницам ячеек, фрагментов, микрополос, микродвойников) и границам зерен.

В разных участках образцов, начиная от места разрушения, были измерены различные параметры ДСС. На рисунке 2 приведены соответствующие результаты для малоконцентрированного сплава Cu + 0.4 ат.% Mn. Хорошо виден градиентный характер изменения параметров ДСС. В области разрушения плотность разориентированных границ и кривизна-кручение кристаллической решетки оказывается наиболее высокой. Аналогичные измерения были проведены для высококонцентрированных сплавов. В этом случае в области разрушения также наблюдалась значительная плотность разориентированных границ и высокое значение χ. Различие пластичности малоконцентрированных и концентрированных сплавов связано с тем, что при небольшом содержании Al (или Mn) в ТР на основе меди при деформации достаточно быстро формируется разориентированная ячеистая ДСС, по границам которой зарождаются микротрещины.

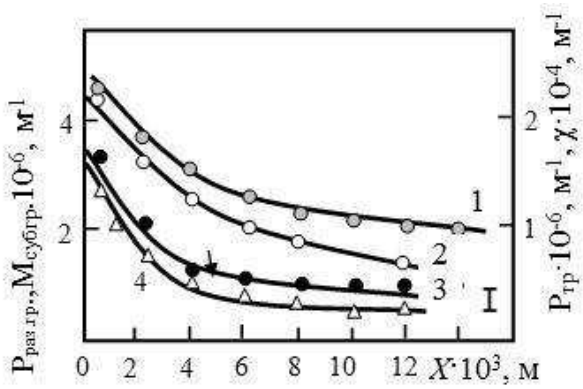


Рисунок 2 – Изменение различных параметров, характеризующих разориентированные субструктуры, и плотность микротрещин в сплаве Cu + 0.4 ат.% Mn с расстоянием *X* от места разрушения образца: 1 – плотность разориентированных границ ячеек $P_{раз}$; 2 – плотность оборванных субграниц $M_{субгр}$; 3 – кривизна - кручение кристаллической решетки χ, 4 – плотность микротрещин $P_{тр}$. Размер зерна <d> = 100 мкм

Заключение. Установлено, что во всех исследованных сплавах вблизи места разрушения наблюдаются деформационные разориентированные границы с наиболее высоким значением кривизны-кручения кристаллической решетки. В малоконцентрированных сплавах это границы фрагментов и границы разориентированных ячеек. В высококонцентрированных сплавах такими границами являются границы микрополос и микродвойников. Вдоль разориентированных границ наблюдаются микротрещины. Другим источником возникновения микротрещин являются границы зерен. Уменьшение размера зерен сопровождается увеличением всех этих параметров, соответственно уменьшается пластичность сплавов.

Исследования выполнены при поддержке государственного задания на проведение научных исследований по проекту №3.8320.2017/БЧ.

Список литературы

1. В.В. Рыбин. Большие пластические деформации и разрушение металлов М.: Металлургия – 1986. - 224 с.

2. В.Е. Панин, А.В. Панин, Т.Ф. Елсукова, Ю.Ф. Попкова. Фундаментальная роль кривизны кристаллической структуры в пластичности и прочности твердых тел // Физическая мезомеханика. – 2014. – Т.17, №6, – С. 7-18.

3. Н.А. Конева, Л.И. Тришкина, А.И. Потекаев, Э.В. Козлов. Структурно-фазовые превращения в слабоустойчивых состояниях металлических систем при термосиловом воздействии. – Томск: Изд-во НТЛ, 2015. – 344 с.

4. Н.А. Конева, Л.И. Тришкина, Д.В. Лычагин, Э.В. Козлов. Дальнодействующие поля напряжений, кривизна-кручение кристаллической решётки и стадии пластической деформации. Методы измерений и результаты // Новые методы в физике и механике деформируемого твердого тела. Ч.1 Под ред. акад. В.Е. Панина. – Томск: ТГУ, 1990 – С.83-93.

5. Нина Конева, Светлана Киселева, Наталья Попова. Эволюция структуры и внутренние поля напряжений. Saarbrucken: Lambert, Academic Publishing, 2017. – 148 с.

6. V. Randle. Applications of electron backscatter diffraction to materials science: status in 2009 // J. Mater. Sci. – 2009. – V.44. – P.4211-4218.

7. Pantleon W. Resolving the geometrically necessary dislocation content by conventional electron backscattering diffraction // Scr. Mat. – 2008. – V.58. – P.994-997.

УПРОЧНЯЮЩИЕ КАРБИДОХРОМОВЫЕ ПОКРЫТИЯ НА ЛИТЕЙНЫХ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВАХ

Макаревич Г.В., Сасковец В.В., Сальникова И.А., Ермаков В.Л.
Государственное научное учреждение «Объединенный институт энергетических и ядерных исследований – Сосны» Национальной академии наук Беларуси, Минск, Беларусь, E-mail:makarevich.g@gmail.com

Введение

Силумины - литейные алюминиевые сплавы получили широкое распространение благодаря комплексу ценных технологических свойств. Наиболее важными из них являются хорошие литейные качества, способствующие получению тонкостенных отливок сложной формы. Из таких сплавов изготовляют малонагруженные детали (приборов, агрегатов и двигателей, бытовых изделий) литьем в песчаные формы, кокиль, под давлением, в оболочковые формы и по выплавляемым моделям. Особенно актуальными такие технологические приемы стали в последнее время, в связи с развитием принципов аддитивных технологий, где выплавляемые модели распечатывают на 3-D принтере с использованием какого-нибудь традиционного полимерного материала или технического воска[1]. Такие современные технологии позволяют оперативно реагировать на запросы конструкторов при разработке новой продукции и даже производить небольшие партии готовых изделий.

Прочностные характеристики большинства силуминов удовлетворяют многим техническим приложениям. Слабым местом, мешающим их более широкому применению, остается твердость и химическая стойкость поверхности изделий. Решением этой задачи может быть нанесение на их поверхность упрочняющих и защитных покрытий. Лучше других этой задаче соответствуют пиролитические карбидохромовые покрытия (ПКХП).

Пиролитическое хромирование

Пиролитическое хромирование, или осаждение ПКХП, относится к CVD - процессам, т.е. химическому осаждению из паровой фазы. Основой для процесса пиролитического хромирования является хроморганическая жидкость (ХОЖ) «Бархос» состоящая из бисареновых производных хрома. При проведении процесса осаждения металлоорганическое соединение (МОС) подается каплями в испаритель, где при температуре 300-350 °С переходит в парообразное состояние и контактирует с подложкой, нагретой до температуры необходимой для его разложения с выделением металла и его соединений с остаточным углеродом на данной поверхности. Образуемые таким образом ПКХП могут содержать металлический хром (обычно в аморфном виде) и карбиды хрома всех трех стехиометрий в различных сочетаниях в зависимости от параметров процесса осаждения. Газообразные продукты разложения удаляются из зоны реакции динамическим вакуумом. Процесс проводят в вакууме или в инертном газе, исключающем возможность окисления металлоорганических соединений. Поскольку осаждение ведется из паровой фазы, можно покрывать детали с любой сложностью формы, с узкими пазами и глубокими глухими сверлениями. Покрытия химически инертны, обладают высокой микротвердостью (до 1600 кгс/мм^2 HV) и антиадгезионными свойствами, у них хорошее сцепление со всеми материалами выдерживающими нагрев в вакууме до 450 °С, кроме цинксодержащих сплавов. При температурах выше 400 ^{o}С в вакууме начинается сублимация цинка с поверхности, что мешает осаждению покрытия. Как показала практика, часто проблемы возникают и при осаждении ПКХП на изделия из силумина. На рисунке 1 показано бракованное покрытие на нитепроводящем ролике, отлитом на ОАО «ПОЛОЦК-СТЕКЛОВОЛОКНО» из силуминового лома. Это экстремальный случай, но проблему он иллюстрирует хорошо.



Рисунок 1 - Бракованное ПКХП на силумине

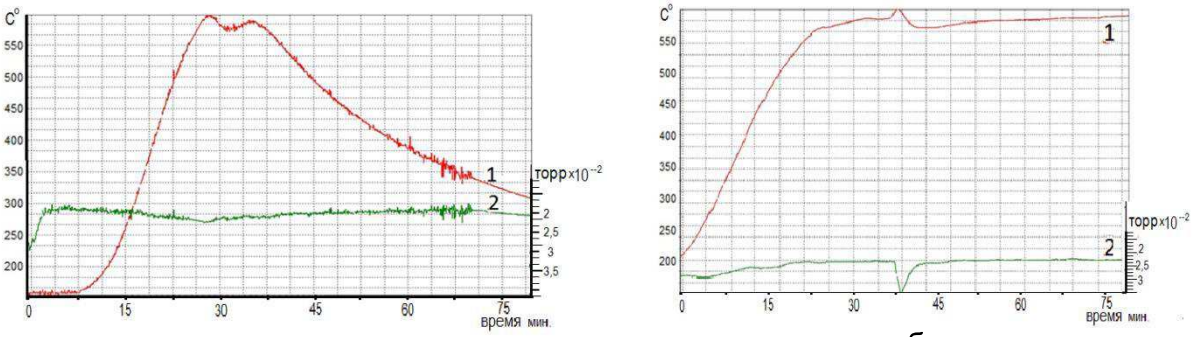


Рисунок 2 -Установка дегазации

Причина брака, очевидно, в высоком газосодержании силуминового литья. При нагреве газ, на 90% процентов водород, диффундирует через поверхность в вакуум и препятствует качественному осаждению ПКХП. Для преодоления указанных проблем были предприняты исследования с целью изучить особенности процесса дегазации и выработать технологические приемы осаждения ПКХП на силуминовое литье с гарантированным качеством.

Экспериментальные исследования

Как показал предыдущий опыт – пытаться получить качественное покрытие на любом силуминовом литье неизвестного происхождения подход контрпродуктивный. Необходимо использовать конкретный кондиционный сплав. Для исследований был выбран сплав АК12. Он обладает отличными литейными характеристиками, у него пониженное газосодержание и он достаточно прочный для большинства приложений. Для исследования процесса дегазации на базе вакуумного поста ВУП-5 была создана экспериментальная установка, показанная на рисунке 2. Вместо стандартного колпака была установлена трубчатая печь с термопарным каналом по оси. Экспериментальные образцы из сплава АК12 в виде шайб нанизывались на термопарный канал и удерживались на нужной высоте трубчатой проставкой. В процессе эксперимента производили откачку на вакуум до давления порядка $2x10^{-2}$ торр и нагревали до температур 500-600 ^{o}C. Температуру в зоне образцов определяли ХА термопарой, давление - термопарным манометрическим преобразователем ПМТ-4М. Изменение этих параметров во времени фиксировались online в графической форме на компьютере. Для изучения воздействия высоких температур на поверхность были изготовлены образцы с кольцевой полированной дорожкой. По ее состоянию до и после отжига судили о максимально допустимых температурах вакуумной обработки. Для сплава АК12 предельная температура составила 540 ^{o}C. На образцах, выдержанных при такой температуре в вакууме в течение 30 минут, гарантировано получалось качественное покрытие. На контрольных образцах, без дегазации, качество покрытия было заметно хуже. Анализ изменения параметров процесса дегазации позволяет сделать предположения о его механизмах.



а б

Рисунок 3 - Параметры процесса вакуумной дегазации. 1- температура, 2 – давление, а - компактный образец, б – образец с расплавлением

На рисунке 3 (а, б) показаны графики изменения параметров процессов дегазации для компактного образца и образца с расплавлением соответственно. В последнем случае произошло плавление эвтектики и образец, развалившись на четыре сектора, упал из горячей зоны в холодную. Из анализа графика (а) видно, что давление растет с 15 минуты и возвращается к исходному на 45 минуте, несмотря на снижение температуры. То есть процесс интенсивной дегазации завершен. На графике (б) видно, что при устоявшихся параметрах в момент плавления образца происходит резкий выброс газа. То есть можно предположить, что газ, окклюдированный в решетке, диффундирует в вакуум только из приповерхностных областей. Глубинный газ перехватывается порами и другими несплошностями и прочно удерживается там вплоть до расплавления образца. Анализ, проведенный в работе [2] показывает, что давление газ в поре не превышает 0,3 МПа, тогда как в решетке может превышать 7 МПа. То есть диффузия направлена в пору, где водород находится в молекулярной форме. Если учесть, что стенки поры покрыты плотным окислом алюминия – совершенного изолятора, электронный обмен между молекулами и металлом предельно затруднен. Это значит, что диссоциация молекул и диффузия водорода в решетку отсутствует.

Выводы

1. Для реализации технологического передела с упрочняющими ПКХП на литье из силумина необходимо использовать кондиционные сплавы типа АК12. Литье не должно иметь открытой пористости, горячих и усадочных трещин.

2.Перед осаждением ПКХП изделие необходимо выдержать 30 минут в вакууме при температуре 540 °С. Рационально для этой операции иметь отдельную вакуумную установку. Это способствует эффективному использованию оборудования для пиролитического хромирования и экономии жидкого азота.

Список литературы

1. Зленко М.А. Аддитивные технологии в машиностроении /М.В. Нагайцев, В.М. Довбыш // пособие для инженеров. – М.: ГНЦ РФ ФГУП «НАМИ». 2015. – 220 с.

2. Никифоров Г.Д. Металлургия сварки плавлением алюминиевых сплавов/ Г.Д. Никифоров. – М.: Машиностроение. 1972. – 264 с.

ИССЛЕДОВАНИЕ ЭРОЗИИ ВОЛЬФРАМОВОГО КАТОДА ПЛАЗМОТРОНА ДЛЯ ГЕНЕРАЦИИ АЗОТНОЙ ПЛАЗМЫ

Веремейчик А.И., **Сазонов М.И., Хвисевич В.М., Лазарук А.А.**
УО «Брестский государственный технический университет», г. Брест, Беларусь,
E-mail: vai_mrtm@tut.by

Одной из основных характеристик работы электродуговых устройств является ресурс катода, испытывающего значительные тепловые нагрузки [1]. В качестве рабочего материала катода плазмотрона наибольшее распространение получил вольфрам, активированный окисями тория, лантана, бария, калия и другими веществами, внесение которых значительно снижает работу выхода электронов из металла и улучшает тем самым его эмиссионную способность при высоких температурах. Увеличение мощности и ресурса работы плазмотронов в значительной мере определяется успехами в изучении эрозии электродов в области приэлектродных участков дуги [2]. Эрозия катода возникает вследствие сложных тепловых, электрических, химических и механических процессов в приэлектродной области. Эти процессы до сих пор в достаточной мере не изучены. Основной упор в большинстве исследований по эрозии делается на экспериментальное изучение явлений и эмпирическое обобщение опытных данных для того, чтобы в дальнейшем создать обоснованную математическую модель и найти рациональные методы расчета оптимальных конструкций катодов.

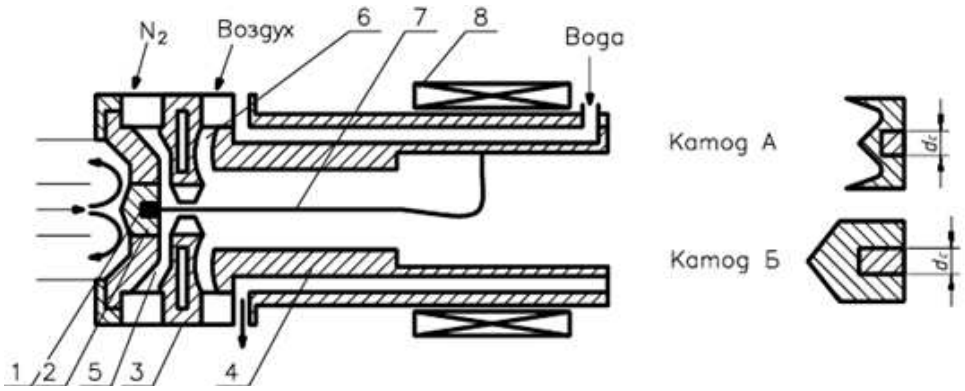
При наращивании мощности плазмотронов за счет увеличения тока следует иметь в виду, что скорость эрозии примерно пропорциональна току. Одним из путей снижения скорости эрозии является использование коаксиальных плазмотронов, плазмотронов с вихревой стабилизацией, в которых приэлектродные участки дуги перемещаются с большими скоростями вдоль поверхности электродов под действием аэродинамических или электромагнитных сил.

Основным фактором, определяющим скорость эрозии, является удельный тепловой поток в катод. Для термоэмиссионных электродов он, как правило, превышает 50 кВт/см^2 и зависит от рода рабочего газа, силы тока, характера охлаждения электрода и других факторов. Если дуга горит в водороде и гелии, то удельный тепловой поток вследствие высокой теплопроводности этих газов особенно велик. Для защиты катодов при нагреве агрессивных газов в дуговых устройствах наиболее широко используется аргон благодаря высокой эрозионной стойкости в нем вольфрама. Однако наиболее дешевым газом является азот и применение в плазмотронах азота в качестве защитного газа является экономически целесообразным. В литературе недостаточно экспериментальных данных по скорости эрозии вольфрамовых катодов, работающих в среде азота, поэтому такого рода исследования являются актуальными.

Для исследования эрозии вольфрамового катода и тепловых потерь в него разработан экспериментальный плазмотрон, схема которого приведена на рисунке 1. Плазмотрон состоит из вольфрамового катода 1, впаянного в медную обойму 2, медной профилированной нейтральной межэлектродной вставки 3 с минимальным внутренним диаметром 6 мм и медного анода 4 (цельного или составного) ступенчатой геометрии.

Рабочие и защитные газы подавались с закруткой соответственно в вихревые камеры 6 и 5, что обеспечивало как стабильность положения столба дуги на оси электродов, так и катодного пятна, что, в свою очередь, повышало точность определения диаметра пятна и плотности тока на катоде. Защитным газом служил азот, рабочим – воздух с расходами 3–4 г/с и 30–50 г/с соответственно. Охлаждение электродов и межэлектродной вставки осуществлялось водой.

При изучении влияния интенсивности охлаждения электрода на скорость эрозии вольфрама были использованы катоды двух конструкций (рисунок 1) – катод А и катод Б. Пайка вольфрамового стержня к медной обойме и обоймы к медному держателю осуществлялась серебряным припоем.



1 – вольфрамовый катод, 2 – медная обойма, 3 – нейтральная медная вставка,
4 – выходной медный анод, 5 – вихревая камера защитного газа,
6 – вихревая камера рабочего газа ,7 – дуга, 8 – соленоид
Рисунок 1 – Схема плазмотрона для исследования эрозии катодов

Потеря материала катода определялась путем его взвешивания до и после эксперимента, причем время непрерывной работы плазмотрона и величина потерь материала катода выбирались такими, чтобы удельная эрозия могла быть определена с точностью 10–20 %. В силу этого время испытаний варьировалось от 20 минут до 2,5 часов в зависимости от тока дуги.

Для отыскания путей снижения скорости разрушения катода исследован тепловой поток в него. Основная доля тепловой энергии, величина которой равна $I_i\left(U_k+U_i-\varphi\right)$, передается в катод ионами. Потеря тепла катодом в приэлектродной области происходит главным образом за счет термоэмиссии электронов и выражается величиной $I_l\varphi$.

Кроме того, теплообмен в области катода происходит излучением нагертой поверхности катода и высокотемпературного газа дуги, конвективным теплообменом, испарением вольфрама и т.д. Вклад этих слагаемых в тепловой поток обозначим через Q. Тогда для оценки теплоотвода вглубь катода, согласно [3], воспользуемся формулой:

$$Q_k = I_i\left(U_k+U_i-\varphi\right)-I_l\varphi+Q, \qquad (1)$$

или

$$Q_k = I\left[\ s\left(U_k+U_i\right)-\varphi\right]+Q.$$

Согласно [4], катодное падение потенциала в азотной дуге при больших токах равно $7\pm2\ B$. Проверенных данных о значениях ионной составляющей тока s и Q в литературе нет, что не позволяет рассчитывать тепловые потери в катод.

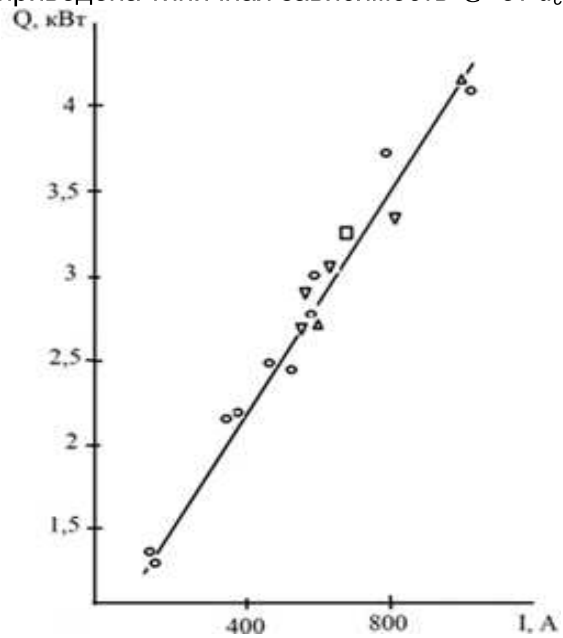
С целью определения *s* и Q, влияния на величину теплового потока условий отвода тепла от места привязки дуги были проведены калориметрические измерения в диапазоне изменения токов 200–1000 А при диаметре вольфрамовых стержней $d_C=3-9$ мм и различных интенсивностях их охлаждения. Результаты экспериментов приведены на рисунке 2, из которого видно, что в исследованном диапазоне токов зависимость $Q=f\left(I\right)$ можно описать линейной функцией тока. Установлено, что *s*=0,3 и Q=586 Вт.

Из сравнения величин теплового потока для различных диаметров вольфрамовых стержней и способов их заделки (катоды А и Б) следует, что для таких катодов тепловой поток не зависит от интенсивности охлаждения стержня и его диаметра. Таким образом, формулу для расчета Q_k в случае азотной дуги можно представить в виде:

$$Q_k = 3,82I+586,\ Bm. \qquad (2)$$

Полученные данные по тепловым потокам в катод подтверждают, что основными прикатодными процессами, определяющими энергетический баланс на катоде, являются передача тепла ионами и термоэмиссия электронов.

Так как оптимальное охлаждение катода в значительной мере связано с величиной диаметра вольфрамового стержня d_c, были проведены исследования по определению удельной эрозии $\bar{G}$ при различных диаметрах стержня. На рисунке 3 приведена типичная зависимость $\bar{G}$ от d_c в азоте при *I=1000 А.*



катод А: □ – d_C=3 мм, ▽ – d_C=5 мм, катод Б: ○ – d_C=4 мм, △ – d_C=9 мм

Рисунок 2 – Зависимость теплового потока в катод от тока для азота

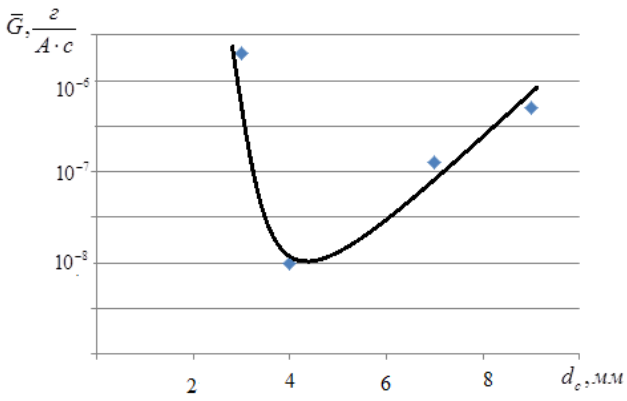


Рисунок 3 – Зависимость удельной эрозии вольфрамового катода от диаметра стержня при I=1000 А

По результатам экспериментов установлено, что минимальная эрозия катода имеет место при $d_C = 4$ мм, и при оптимизации его охлаждения в диапазоне токов 20–1000 А составляет не более $(4...8)\cdot 10^{-9}\ \frac{г}{А \cdot с}$. Увеличение эрозии при $d_C < 4$ мм связано в значительной мере с эрозией медной обоймы, поверхность которой начинает захватываться зоной привязки дуги. Поэтому для поддержания эрозии на минимальном уровне целесообразно диаметр вольфрамового стержня выбирать на 10–30 % больше диаметра катодного пятна.

Литература

1. Аньшаков А.С., Урбах Э.К., Урбах А.Э., Фалеев В.А. Исследование термохимических катодов в дуговых плазмотронах // Теплофизика и аэромеханика. – 2005. – Т. 12, № 4. – С. 685–691.

2. Туманов, Ю.Н. Плазменные, высокочастотные, микроволновые и лазерные технологии в химико-металлургических процессах / Ю. Н. Туманов. – М. : ФИЗМАТЛИТ, 2010. – 968 с.

3. Фарнасов, Г.А. Плазменная плавка / Г. А. Фарнасов, А. Г. Фридман, В. Н. Каринский. – М. : Металлургия, 1968. – 127 с.

4. Финкельбург В., Меккер Г. Электрические дуги и термическая плазма / В. Финкельбург, Г. Меккер. – М. : Изд-во иностранной литературы, 1961. – 369 с.

ПРАКТИКА БАРОКРИОДЕФОРМИРОВАНИЯ МЕТАЛЛОВ

Хаймович П.А.
Национальный научный центр "Харьковский физико-технический институт"
Украина, 61108, г.Харьков, ул. Академическая,1
E-mail: *pavel.41@bk.ru*

Начать следует с расшифровки термина *барокриодеформирование*. Этот термин раскрывает условия, в которых осуществляется деформирование объекта. *Баро* – то есть в условиях действия сил всестороннего сжатия, *крио* – то есть в условиях низких (криогенных) температур. Следует напомнить, что «согласно рекомендации, принятой 13-м конгрессом Междунар. ин-та холода (1971), **криогенными** температурами следует называть **температуры** ниже 120 К». При *криодеформировании* подавляются процессы динамического возврата, что позволяет достигать в материале высокую плотность дефектов, обеспечивающую повышенные физико-механические характеристики объекта [1]. *Бародеформирование* отличается тем, что наличие всестороннего сжатия подавляет процессы нарушения сплошности при деформировании, что, в частности, особо важно при работе с низкопластичными материалами [2]. Реализация бародеформирования при криогенных температурах, то есть осуществление *барокриодеформирования* (БКД), обеспечивает, как правило, металлам и сплавам свойства, недостижимые при деформировании в любых иных условиях [3]. Подвергнутые БКД металлы в настоящее время исследуются в ряде лабораторий, но сам процесс барокриодеформирования реализуется по сей день лишь в одном месте – Харьковском ФТИ, где этот вид воздействия на металлы и сплавы и получил путевку в жизнь. Задача настоящего сообщения показать, что получение в традиционных конструкционных материалах необычно высоких физико-механических характеристик путем их пластического деформирования при криогенных температурах в условиях всестороннего сжатия – *барокриодеформирования* – вполне реализуемо при наличии относительно недефицитных технических условий: нужны пресс с усилиями хотя бы 15-20 тонн и хладагент (проще всего – жидкий азот). И, естественно, возможность изготовления необходимой оснастки умеренной сложности.

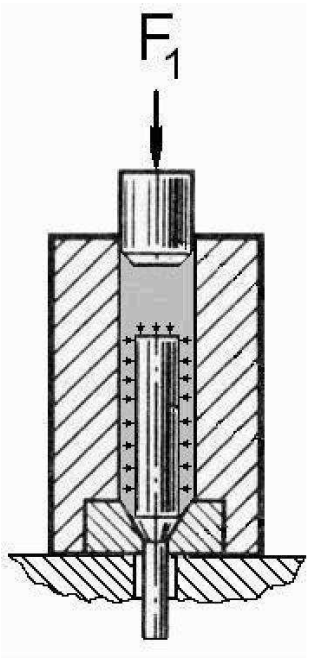


Рисунок 1 - Гидроэкструзионный узел

На ранних стадиях БКД именовалось низкотемпературной квазигидроэкструзией. И это закономерно, так как схема приложения сил к деформируемому объекту идентична имеющей место при гидроэкструзии (рис. 1.). А вот условия деформирования иные. Принципиальное значение имеет то, что деформирование осуществляется не при комнатной или повышенных, а при криогенных температурах, при которых исключается применение жидкостей в качестве передающей давление среды. Как будет ниже показано, это играет важнейшую роль, упрощая требования к необходимой для осуществления БКД оснастке, учитывая, что давления в процессе выдавливания заготовки могут достигать 25-30 кбар и более.

Необходимость осуществлять деформирование при низких температурах предъявляет особые требования к силовому устройству, обеспечивающему приложение столь существенных усилий к реализующей выдавливание оснастке. На первых порах БКД проводили на специализированном низкотемпературном устройстве, выполненном по классической для низкотемпературных исследований схеме: усилия реализуются между опирающейся

на погруженную в сосуд Дюара колонку траверсой и упором проходящей внутри этой колонки тяги (рис. 2.).

Это стандартный подход для исследования различных физико-механических свойств материалов при низких температурах. Здесь легко реализуется возможность охлаждения деформационного узла сжиженными газами, однако силовые возможности устройства ограничены, как и размеры этого деформационного узла, что, естественно, ограничивает и уровень давления, которое в таком деформационном узле можно достигать.

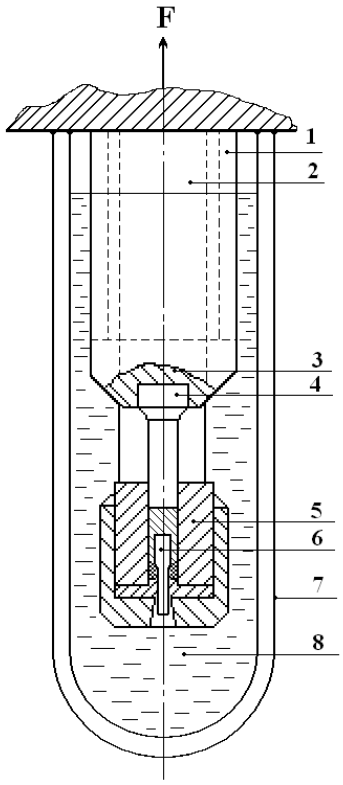


Рисунок 2 - Низкотемпературное экструзионное устройство.
1 – опорная колонка,
2 – тяга,
3 – траверса,
4 – пуансон,
5 – контейнер,
6 – заготовка,
7 – сосуд Дюара,
8 – жидкий криохладагент

Создание специализированных низкотемпературных устройств описанного выше типа, позволяющих развивать большие усилия, представляет большие сложности. Поэтому для реализации БКД в достаточно широких пределах прилагаемых усилий были разработаны низкотемпературные приставки к серийным промышленным прессам. Схема одного из первых таких устройств, применённых на прессе ПСУ-50, представлена на рис. 3. Особенностью конструкции являлось то, что внутреннее днище сосуда Дюара, на котором был размещен экструзионный узел, за счет наличия сильфона 1 могло смыкаться со внешним днищем, которое, в свою очередь, при сжатии пружин 2 обеспечивало передачу усилий пресса на экструзионный узел. Так как сам процесс осуществления низкотемпературного квазигидроэкструдирования относительно скоротечен, имевшая место теплопередача через замкнутые во время прессования днища не представляла особых помех.

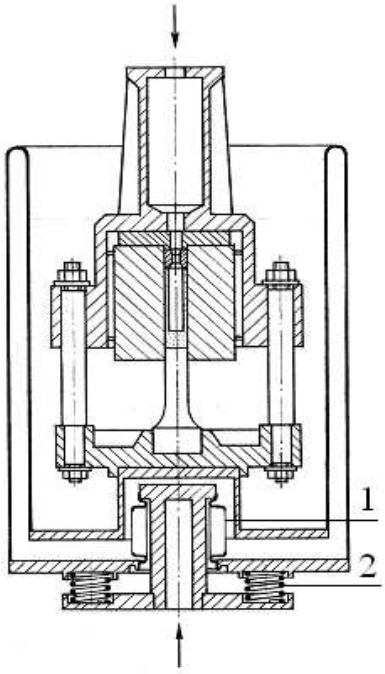


Рисунок 3 - Схема низкотемпературной приставки к прессу.

Практика БКД показала, что именно эта скоротечность позволяет отказаться от столь сложной емкости для хладагента, заменив его просто металлическим цилиндром с днищем, соответствующим геометрии стола пресса, и простой наружной теплоизоляцией из пенопластовых пластин. Оказалось возможным максимально упростить и сам деформационный узел, один из вариантов которого принял такой вид (рис. 4). Представленная на рисунке схема - фактически технический эскиз, содержащий все необходимые элементы, которые, будучи выполненные в металле из относительно недефицитных сталей (наиболее дорогая – сталь ХВГ для позиций 4, 5, 7, 10), позволят осуществлять БКД широкого круга материалов при температуре жидкого азота с использованием стандартных промышленных прессов. Предпочтительнее прессы с ручным управлением, такие, например, как ПСУ-50, ПСУ-100.

Более подробное описание как этого устройства, так родственных, например, с приложением противодавления, планируется в подготавливаемой организаторами

конференции коллективной монографии, но несколько моментов нельзя обойти вниманием.

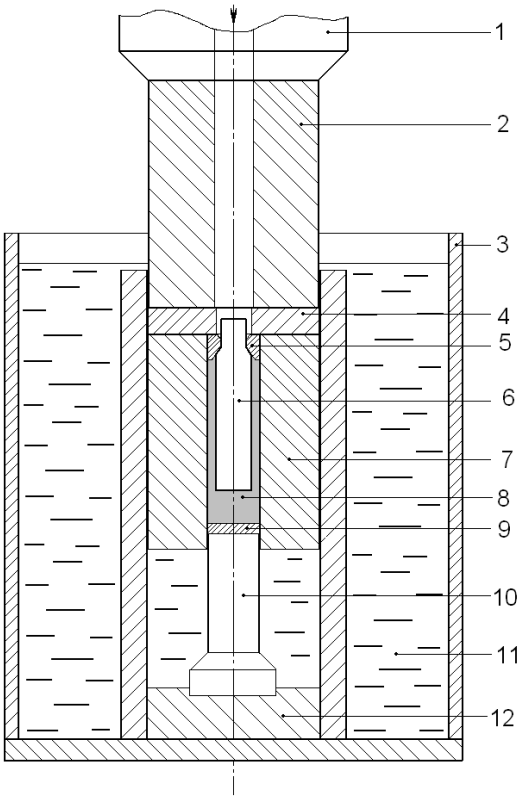


Рисунок 4 - Приставка к прессам для осуществления барокриодеформирования.

1 – верхний упор пресса, 2 – упорный цилиндр приставки, 3 – емкость с хладагентом, 4 – упор фильеры, 5 – фильера, 6 – заготовка, 7 – цилиндр высокого давления, 8 – передающая давление середа, 9 – уплотняющая шайба, 10 – пуансон, 11 – хладагент, 12 – упор пуансона.

Как выше было обещано, необходимо расшифровать, в чем технологическая польза в осуществлении процесса при криогенных температурах. Так как в этих условиях любые жидкости в качестве среды, передающей давление на прессуемую заготовку, неприменимы, то это принуждает использовать в качестве таковой твердое тело, но многократно более пластичное, чем деформируемый объект. На практике в таком качестве из опробованных материалов самый лучший результат обнаружил индий. Известно, сколь непростой задачей является удержание жидкости высокого давления и сколь высокую опасность работа с нею может представлять, зато работа со сжатой твердой средой совершенно безопасна. При этом высокая, по сравнению с жидкостью, вязкость твердой среды снимает необходимость в прецизионном изготовлении элементов узла высокого давления, упрощает монтаж деформационного узла при подготовке его для осуществления БКД.

Простота достижения давления в 20 и более кбар в цилиндре высокого давления (рис. 4, поз. 7) сочетается при этом с высокими требованиями к свойствам пуансона, который должен выдерживать усилия, необходимые для реализации такого давления в среде. На практике пуансоны оказывались наиболее слабым местом при работе в области предельных давлений. Появление дефектов, просто разрушение пуансона требовало его замены, влекло затраты. Простота устройства для БКД благодаря применению твердой, а не жидкой среды, несложность его монтажа позволили отказаться от традиционной конфигурации пуансона, разделив его цилиндрическую часть и головку. При монтаже они соединяются любым простым клеем, лишь бы была обеспечена фиксация при сборке. Естественно, с подъемом давления пуансон ведет себя как одно целое.

Приходится повториться, что, хотя результаты, полученные в разных исследовательских центрах [4], говорят об очень высокой эффективности БКД, по сей день осуществляется она только в ХФТИ НАНУ. Задача настоящего сообщения показать, что реализация БКД не представляет большой сложности.

1. И.А. Гиндин, Я.Д. Стародубов, В.К. Аксенов, Металлофизика, 2, 49 (1980).
2. Б.И. Береснев, Е.ВА. Трушин, Процесс гидроэкструзии, «Наука», Москва (1976).
3. П.А. Хаймович. На пути к барокриодеформированию. В кн. Перспективные материалы, т.3, ТГУ, МИСиС, Тольятти, Москва, 363 (2009).
4. Хаймович П.А. Криодеформирование металлов в условиях всестороннего сжатия (обзор). ФНТ, (2018), т.44, №5, стр. 463-490.

ВЛИЯНИЕ СТЕПЕНИ ДЕФОРМАЦИИ БАРОКРИОДЕФОРМИРОВАНИЕМ ПРИ 77 К НА МИКРОСТРУКТУРУ СПЛАВА БрХЦр

Беляева А.И.[1], Хаймович П.А.[2], Галуза А.А.[1], Коленов И.В.[3], Савченко А.А.[1], Шульгин Н.А.[2], Солодовченко С.И.[2], Черняева Е.В.[4]

[1] *Национальный технический университет «Харьковский политехнический институт», Харьков, Украина; alla.iv.belyaeva@gmail.com*

[2] *Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт» НАН Украины, Харьков, Украина*

[3] *Институт электрофизики и радиационных технологий НАН Украины, Харьков, Украина*

[4] *Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург, РФ*

Дисперсионно-упрочненные (ДУ) медные сплавы обладают высокой электро-, теплопроводностью и высокими механическими характеристиками, благодаря чему находят применение для изготовления теплоотводящих элементов, электрических контактов и т.д. [1]. В частности, БрХЦр является одним из кандидатов для изготовления компонент охлаждения дивертора и первой стенки ИТЭР [2]. Повышенные механические свойства ДУ материалов связаны с наличием в матрице твердых мелкодисперсных частиц, степень влияния которых определяется как их размерами и формой, так и их распределением. В рассматриваемом в данной работе сплаве БрХЦр ДУ частицы образуются в ходе распада пересыщенного твердого раствора (ПТР) при термическом старении. Дополнительно улучшить свойства материала возможно при помощи пластической деформации, проведенной перед термическим старением, что позволяет влиять на дефектность матрицы и кинетику распада ПТР. Перспективными являются методы интенсивной пластической деформации (ИПД) к которым относится барокриодеформирование (БКД). Преимущества БКД, позволяющего получать в металлах уникальные свойства, определяются условиями деформирования – криогенной температурой и высокими силами всестороннего сжатия [3].

Ранее в работах [4, 5] нами было исследовано совместное влияние различных типов ИПД на структуру и свойства ДУ сплава БрХЦр при максимальных степенях деформации. Настоящая работа является логическим продолжением предыдущих работ и посвящена исследованию роли степени деформации при БКД, осуществляемом при 77 К, на микроструктуру БрХЦр. Также проведено исследование акустической эмиссии (АЭ) для каждой степени деформации в продольном и поперечном сечении экструдата, что позволило регистрировать изменения микроструктуры с высокой точностью. Перед проведением БКД образцы были закалены с предплавильной температуры для создания ПТР легирующих примесей в медной матрице. Обнаружена аномальная зависимость от степени деформации, как для плотности включений вторичных фаз, так и для параметров АЭ (медианная частота и интегральная энергия). Эволюция средних размеров и плотности распределения частиц вторичных фаз с ростом степени деформации указывает на протекание в сплаве конкурирующих процессов: 1) распад ПТР из-за деформационно-индуцированного ускорения диффузионных процессов и 2) деформационно-индуцированное растворение частиц вторичных фаз.

Литература

[1] Li M., Zinkle S.J. // Compr. Nucl. Mater. 2012.V.4. P. 667–690.
[2] Liu Q., Zhang X., Ge Y. et al. // Metall. and Mater. Trans. A. 2006. V.37. P. 3233–3238.
[3] Khaimovich P. // Low Temp. Phys. 2018. V.44. No.5. P. 349-370.
[4] Belyaeva A., Galuza A. et al. // Bull. Russ. Acad. Sci. Phys. 2012. V.76. No7. P. 764–767.
[5] Belyaeva A., Galuza A. et al. // Phys. Met. Metallogr. 2016. V.117. No.11. P. 1170-1178.

КЕРАМИКА НА ОСНОВЕ КОРУНДА МОДИФИЦИРОВАННОГО ДОБАВКАМИ ЭВТЕКТИЧЕСКИХ СОСТАВОВ, ВКЛЮЧАЮЩИХ ОКСИДЫ МАРГАНЦА И ЖЕЛЕЗА, ПОЛУЧЕННЫХ ЭКЗОТЕРМИЧЕСКИМ СИНТЕЗОМ

Подболотов К.Б., Изобелло А.Ю., Волочко А.Т., Хорт Н.А.
Физико-технический институт НАН Беларуси, Минск
k.podbolotov@yahoo.com

В последние десятилетия керамические материалы на основе корунда находят всё большее применение для изготовления различных элементов техники, металлургии, композитной брони для защиты личного состава и военной техники. Это обусловлено простотой технологического процесса получения корундовой керамики при обеспечении высоких физико-химических и электро-физических характеристик [1-6]. Керамика на основе корунда обладает высокой прочностью (250-350 МПа при изгибе), твердостью (HV до 29 ГПа), высокой химической и термической стойкостью, хорошими диэлектрическими характеристиками (удельное объемное сопротивление до 10^{18} Ом·м) и др.

Тем не менее даже при применении субмикронных порошков корунда температура спекания его не менее 1700-1800 ºС, что экономически нецелесообразно. Введение легирующих (спекающих) добавок позволяет снизить температуру обжига до 1400-1600 ºС, что делает процесс значительно экономичнее и доступнее. В исходном порошке оксида алюминия (технический глинозем или электроплавленный корунд) обычно имеются примеси в количестве до 1,0 %. Такое количество примесей не вызывает образования заметного количества жидкой фазы, и Al_2O_3 спекается в твердой фазе путем диффузии. Однако, если в исходную шихту ввести некоторое количество добавок некоторых соединений, то температуру спекания можно снизить на 150-200 ^{0}С и более. Среди добавок, заметно влияющих на спекание оксида алюминия, необходимо отметить TiO_2, MnO_2, Fe_2O_3, MgO, ZrO_2, SiO_2, Cr_2O_3 и различные стеклообразующие добавки, представляющие собой щелочно-земельное алюмосиликатное стекло самого различного состава [1-2]. Также перспективно применение при спекании добавок оксидных систем взятых в точках эвтектик [2-5].

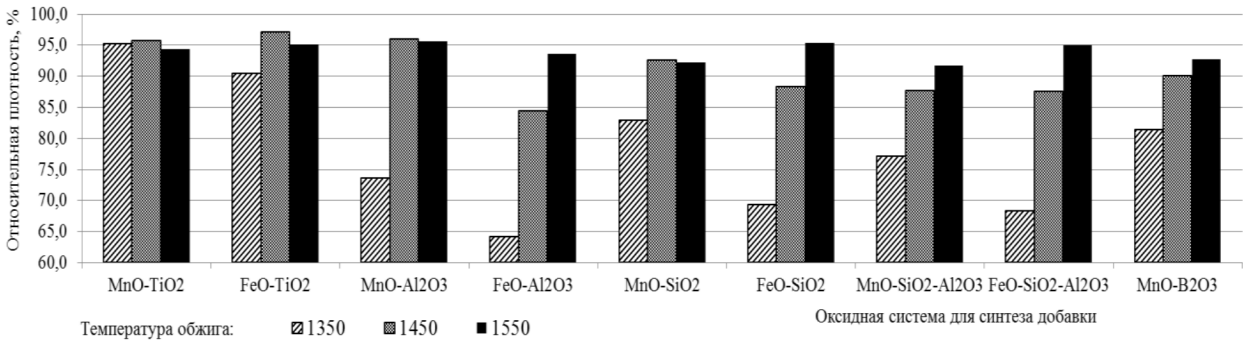
Эффективность использования нанокристаллических материалов в качестве спекающих добавок обусловлено проявлением у них уникальных свойств, связанных с тем, что половина, или даже больше атомов отдельной частицы находиться у ее поверхности. Известно, что снижение размеров зерен способствует активизации спекания керамического материала ввиду нескольких факторов: увеличение радиуса кривизны поверхности, повышение поверхностной энергии, снижение температуры плавления.

В настоящей работе проведены исследования по получению корундовой керамики при применении эвтектических композиций оксидных систем включающих ионы переходных металлов (R = Mn и Fe) в системах $RO–TiO_2$, $RO–B_2O_3$, $RO–Al_2O_3$, $RO–SiO_2$ и $RO–Al_2O_3–SiO_2$, полученных методом горения растворов (Solution Combustion Synthesis). Композиции для исследования выбирались исходя из диаграмм фазового состояния в точках, обеспечивающих получения эвтектик.

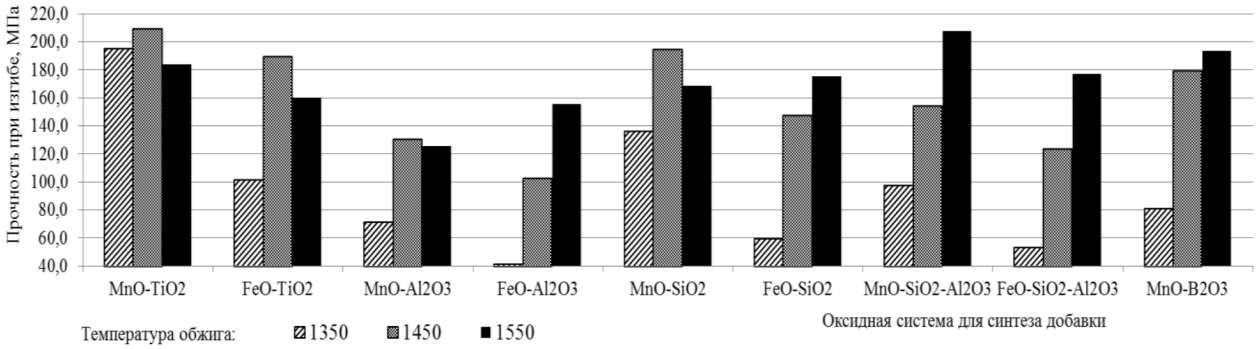
Для синтеза добавок применяли растворы нитратов марганца ($Mn(NO_3)_2$), железа ($Fe(NO_3)_3$ и алюминия ($Al(NO_3)_3$), а также оксид кремния (SiO_2), тетрабутилтитанат ($(C_4H_9O)_4Ti$), азотную и борную кислоту. В качестве восстановителя для проведения синтеза использовали глицин ($C_2H_5NO_2$) или карбамид (CH_4N_2O) при соотношении восстановителя к окислителю 1,25. Для проведения синтеза исходные компоненты растворяли в минимальном количестве воды, и, при необходимости, добавлялся кремнезем и осуществлялся помол в планетарной мельнице в течение 15 мин. По завершению помола, суспензию переливали в кварцевые стаканы и ставили в нагретую до 500 ºС печь. После испарения воды начиналось вспучивание органической составляющей смеси и ее воспламенение с образованием газообразных и твердых продуктов синтеза. Для завершения процессов фазообразования осуществлялось прокаливание полученных добавок при температуре 800 °С в течение 1 ч.

Исследование спекающих свойств проводилось на образцах изготовленных на основе белого электрокорунда М1, с введением добавки в количестве 2,5 %. Образцы прессовались при давлении 100–150 МПа и после сушки обжигались при температурах 1350-1550 ºС с выдержкой при максимальной температуре 1 ч.

На полученных образцах определялась относительная плотность и предел прочности при изгибе, результаты приведены на рисунке 1.



а)



б)

Рисунок 1 – Зависимости относительной плотности (а) и предела прочности при изгибе (б) от оксидного состава добавки и температуры обжига

Как следует из экспериментальных данных, при использовании добавки системы $MnO\text{-}TiO_2$ уже при температуре обжига 1350 ºС удается достигнуть плотности 95 % от теоретической (3990 кг/м^3) и прочности при изгибе более 190 МПа. Введение ионов марганца и титана эффективно сказывается на спекании корундовых материалов ввиду встраивания и искажения решетки оксида алюминия, что способствует развитию диффузионного спекания. Отмечается, что при использовании систем, содержащих оксид кремния и оксиды бора в сочетании с оксидами марганца и железа достигаются более высокие показатели свойств, по сравнению с системами алюминатов. Это связано с модификацией структуры алюмосиликатами, имеющими более высокие физико-химические характеристики.

Структура полученных материалов приведена на рисунке 2 для корунда с добавками систем $MnO\text{-}TiO_2$, $FeO\text{-}TiO_2$ и $MnO\text{-}Al_2O_3\text{-}SiO_2$. Из приведенных данных следует, что при увеличении температуры обжига происходит значительный рост зерен корунда (от 1 мкм до 50-10 мкм). Наиболее однородная структура без внутрикристаллической пористости получена при использовании добавки системы $MnO\text{-}TiO_2$.

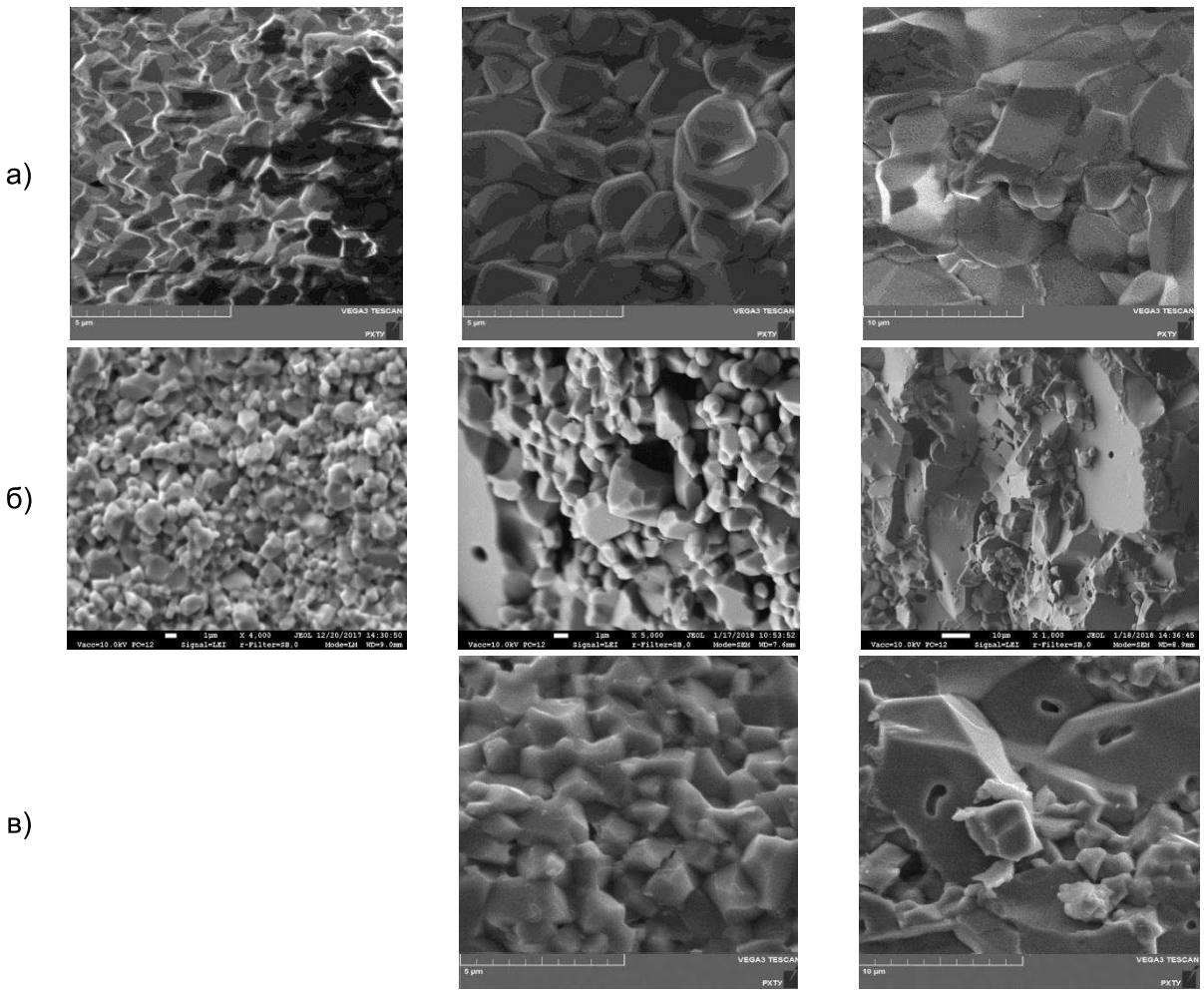


Рисунок 2 – Структура корундовой керамики, полученной с применением добавок систем: а – MnO-TiO_2, б – FeO-TiO_2 и в – MnO-Al_2O_3-SiO_2

Список источников литературы

1. Балкевич, В. Л. Техническая керамика / В. Л. Балкевич // Стройиздат.– М.: 1984. – 256 с.

2. Лукин, Е. С. Особенности выбора добавок в технологии корундовой керамики с пониженной температурой спекания / Е. С. Лукин, Н. А. Макаров // Огнеупоры и техническая керамика. – 1999. – №9. – С. 10-12.

3. Макаров, Н. А. Новые виды корундовой керамики с добавками эвтектических составов / Н. А. Макаров [и др.] // Конструкции из композиционных материалов. – 2001. – №3. – С.28-38.

4. Макаров, Н. А. Керамика в системе ZrO_2-Al_2O_3 с добавками эвтектических составов / Н. А. Макаров, С. В. Житнюк// Стекло и керамика. – 2011. – № 8. – С. 23-27.

5. Абызов А.М. Оксид алюминия и алюмооксидная керамика (Обзор). Часть 1. Свойства Al_2O_3 и промышленное производство Al_2O_3 / А.М. Абызов // Новые огнеупоры. – 2019. – № 1. – С. 16-23.

РАЗВИТИЕ МЕТОДА ЭКЗОТЕРМИЧЕСКОГО СИНТЕЗА НАНОМАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ЧИСТЫХ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

Подболотов К.Б., Волочко А.Т., Хорт А.А., Шегидевич А.А.
Физико-технический институт НАН Беларуси, Минск
Институт тепло- и массообмена НАН Беларуси, Минск
Белорусская государственная академия авиации, Минск
k.podbolotov@yahoo.com

Создание новых материалов, характеризующихся нанокристаллической структурой является одной из важных задач материаловедения на современном этапе. Преимущество использования наноматериалов обусловлено проявлением у них уникальных свойств, связанных с тем, что половина, или даже больше атомов отдельной частицы находиться у ее поверхности, что обуславливает высокую реакционную и каталитическую способность. Размерные эффекты оказывают влияние на магнитные и электрофизические свойства материалов. При этом характер изменения свойств от размера зерна очень индивидуален и зависит как от физической природы исследуемого свойства, так и от физико-химических особенностей материалов.

Получение наноматериалов традиционными методами сталкивается с большими трудностями, которые связаны с длительностью подготовительных или основных операций, зачастую невозможностью использовать универсальные методики для синтеза различных типов материалов, рекристаллизационными процессами при высокотемпературном синтезе и агрегацией частиц при измельчении. В последнее время активно развивается перспективное направление получения наноматериалов различных функциональных классов: керамики, металлов и металлокерамических композитов с применением метода горения растворов (Solution Combustion Synthesis) [1-9].

Суть метода заключается в горении реакционных сред, созданных растворением исходно твердофазных химических компонентов в жидких средах. Показано, что благодаря особенностям протекания процесса образуется высокопористая структура из наноразмерных кристаллитов. При применении данного метода синтеза в настоящее время получено большое количество различных материалов - наноразмерные металлы, композиции их с оксидами, различные классы оксидных материалов (катализаторы, люминофоры, сегнетокерамика и др.) [1-7]. Типичная структура продуктов формирующихся при синтезе материалов представляет высокопористую пену со средним размером кристаллических образований 30–80 нм.

Большой научный интерес представляет изучение протекания процессов горения растворов в изолированных микрореакторах (микро каплях в газовой фазе) и разработка эффективных методов синтеза материалов в виде полых микросфер которые могут найти применение для экранирования электромагнитного излучения, катализа, добавок для модификации и формирования специальных свойств керамики, аддитивных технологий и др. [8-9]. При этом отмечается рост исследований в области получения наноматериалов на основе металлов, которые привлекают значительный интерес благодаря возможности их успешного применения для создания ферромагнитных жидкостей, элементов памяти, биомедицине, катализе [7-9].

В настоящей работе проведены исследования по получению нанокристаллических металлов при применении совмещенного метода синтеза горением растворов и пиролиза аэрозолей. Схема установки для реализации данного метода синтеза приведена на рисунке 1. Установка представлена УЗ-генератором аэрозоля, системой подачи и фильтрации газа и трубчатой печью.

Получение нанокристаллических металлов представляет собой сложную материаловедческую задачу, поскольку такие металлы обладают весьма высокой химической активностью и легко окисляются при повышенных, а некоторые, и при нормальных температурах.

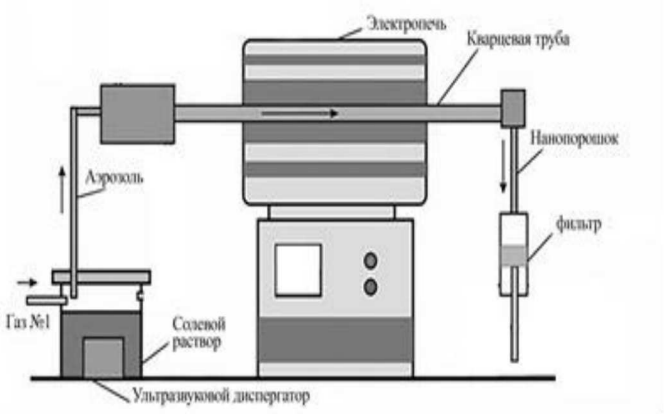


Рисунок 1- Установка проведения синтеза

Методом пиролиза аэрозолей, совмещенным с экзотермическим процессом восстановления, возможно получение переходных металлов, таких как Cu, Co, Ni, Fe. Данные металлы, полученные в нанокристаллическом состоянии перспективны с точки зрения их использования в катализе, магнитных материалов и т.д. При этом, в последнее время, наблюдается устойчивая тенденция к увеличению количества одновременно присутствующих металлов в составе (вплоть до 4-6 и более элементов, т.н. высокоэнтропийные сплавы).

Целью работы являлось развитие метода синтеза и получение нанокристаллических материалов при совмещении пиролиза аэрозолей и экзотермических процессов восстановления. Решались задачи обеспечения концентрационных и термохимических условий синтеза для протекания процесса восстановления и формирования структуры металлов систем Ni и Cu-Ni.

В качестве исходных компонентов применялись нитраты соответствующих элементов, а в качестве восстановителя использовалась аминоуксусная кислота (глицин). Процесс синтеза в общем случае можно описать уравнением реакции:

$$Me^{\vartheta}\left(NO_3\right)_{\vartheta}+\left(\frac{2}{3}\vartheta\varphi\right)C_2H_5NO_2+\vartheta\frac{3}{2}\left(\varphi-1\right)O_2=Me+\left(\frac{4}{3}\vartheta\varphi\right)CO_2+\vartheta\left(\frac{2\varphi+3}{9}\right)N_2+\left(\frac{5}{3}\vartheta\varphi\right)H_2O$$

где φ – отношение восстановителя к окислителю, ϑ – валентность металла.

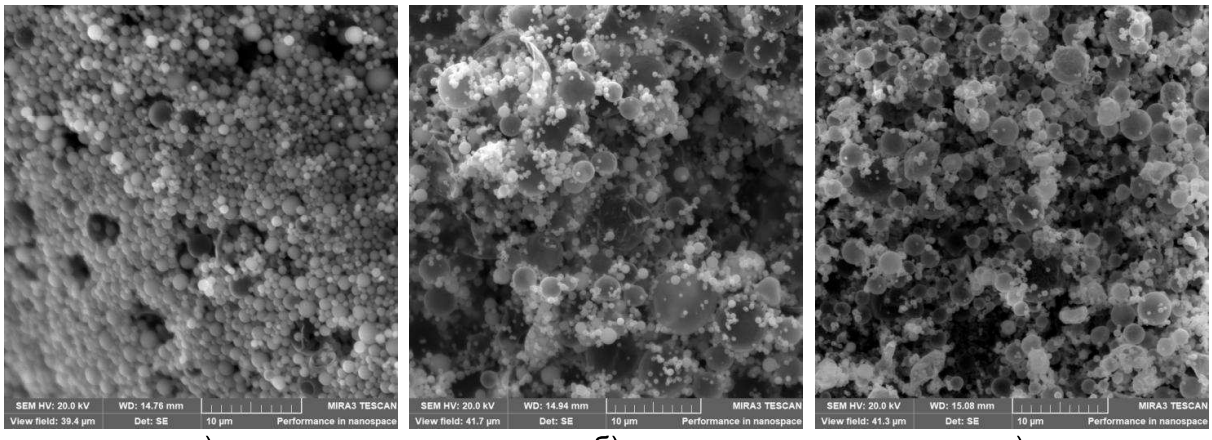
Соотношение восстановителя к окислителю отвечает за процесс протекания взаимодействия, так при φ = 1 предполагается стехиометрическое протекание реакции, при φ > 1 процесс идет с участием кислорода воздуха, а при недостатке его с образованием углерода, монооксида углерода и др. продуктов неполного окисления органических соединений. В реальных условиях стехиометрическое протекание реакции маловероятно, кроме того присутствует кислород воздуха (адсорбированный, примесный и др.), поэтому принимают φ > 1. Продувку осуществляли аргоном с обеспечением объемного расхода 2 л/мин.

Получены материалы на основе никеля при применении системы никеля – глицин. Исследования показали, что при увеличении φ от 1,25 до 2,00 доля металлической фазы никеля увеличивается от 23 до 85 %, что говорит о протекании более полного взаимодействия в системе. Также фиксируется образование нитрида никеля с максимумом при φ = 1,50, что, видимо, связано с протеканием процесса декомпозиции органического восстановителя с образованием аммиака и/или атомарного азота с последующим их взаимодействием с восстановленным металлом. При увеличении φ, видимо, происходит повышение температуры взаимодействия, что способствует разложению нитрида и снижению его количества.

Проведенные исследования показали, что для получения необходимо применение смесей с φ ≥ 2,0. Однако, кроме соотношения восстановителя и окислителя имеется еще фактор управления процессом синтеза – температура в реакторе, в данном случае в трубке по которой продувается аэрозоль. Исследования влияния температуры на фазовый состав проводилось для смесей при φ = 2,00 и температуре 600-1000 °С. Данные ренгенофазового анализа показали, что при увеличении температуры в реакторе происходит увеличение интенсивности дифракционных максимумов никеля, что говорит об образовании более совершенной, малодефектной структуры. Так, расчетные значения микронапряжений для фазы никеля при увеличении температуры показывают следующие значения (в % от модуля упругости): 600 °С – 4,5-5,1; 700 °С – 1,1-1,2; 800 °С – 0,8-1,0; 900 °С – 0,65-0,7 и

1000 °С – 0,6-0,5. Кроме того, повышение температуры обеспечивает протекание процесса восстановления более эффективно и количество оксида и нитрида никеля снижается при температуре реактора более 600 °С. Расчет ОКР показывает, что при увеличении температуры происходит укрупнение кристаллитов никеля в материале от 20 до 150 Å.

Исследование структуры полученных порошков, проводилось на электронном сканирующем микроскопе Mira3 Tescan. Полученные данные (рисунок 2) свидетельствуют о формировании микросферических частиц полифракционного состава с размерами 0,5-5 мкм с преобладанием фракции 0,5-1,5 мкм. Проведенный элементный анализ показал, что содержание никеля в частицах составляет не менее 98 %, остальные элементы – кислород, азот, кальций в сумме составляют менее 2 %. При этом можно отметить, что при температуре в реакторе 600 °С формируются сферические частицы более мелких размеров, что, возможно, объясняется неполнотой протекания процесса. Так, происходит удаление воды и сжатие капель аэрозоля с формированием пластичной при повышенных температурах оболочки меньшего диаметра из органо-солевой композиции, при этом частично протекают процессы экзотермического синтеза металлов с выделением газообразных продуктов, однако температура недостаточна для поддержания процесса и реакции тормозятся тепловыми потерями. При охлаждении оболочка частиц затвердевает и формируются сферические частицы малого диаметра. При увеличении температуры реактора процессы синтеза протекают практически полностью с выделением большого количества газообразных продуктов и оболочка частиц, которая находится в пластическом состоянии увеличивается до определенного предела в объеме и утончается. При протекании процесса синтеза в оболочке формируются канальные поры, которые обеспечивают выравнивание давление внутри и снаружи оболочки, что предотвращает ее разрушение. При повышении температуры в реакторе более 700 °С принципиальных отличий в формирующихся микросферических частицах и их размерах не отмечается.



а) б) в)

Рисунок 2 – Структура материала на основе никеля, полученного при различных температурах реактора, °С: а – 600; б – 800; в – 1000.

Формирование микросферических частиц можно объяснить следующей схемой (рисунок 3), при помещении частицы аэрозоля (стадия I) в тепловое поле с температурой, значительно превышающей температуру кипения растворителя, происходит быстрая отдача влаги с поверхности частицы (стадия II).

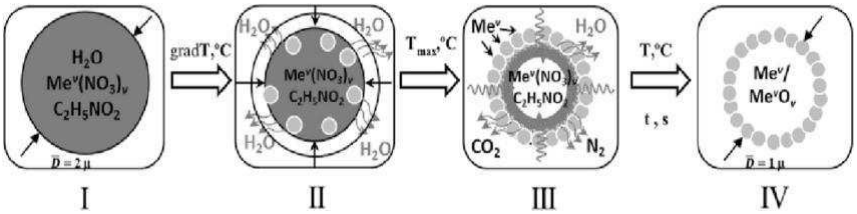


Рисунок 3 – Схема процесса образования полых микросферических частиц из аэрозоля

При этом растворенные вещества формируют твердую оболочку, в которой при дальнейшем разогреве идут экзотермические химические процессы (стадия III) с формированием конечного продукта (стадия IV). Следует отметить, что стабилизация и формирование микросферы в процессе синтеза требует и обеспечивается высокой проницаемой пористостью для выхода образующихся газообразных веществ.

При получении материалов в системе Cu-Ni с использованием глицина отмечается, что количество примесных оксидов незначительно (содержание оксидов не превышает 1,5 %), а также отсутствуют нитриды (рисунок 4). Это, видимо, связано с образованием фаз Cu_xNi_{1-x}, более устойчивых к окислению, и, кроме того, температура экзотермического процесса при добавлении солей меди повышается. При повышении температуры экзотермического взаимодействия нитриды переходных металлов разлагаются. Следует отметить, что на дифрактограммах четко прослеживается выделение двух фаз на основе меди и их зависимость от φ. Известно, что в системе никель-медь при охлаждении выделяются две фазы, кристаллизирующиеся в ГЦК решетке. При анализе дифрактограмм выявлено, что соотношение фаз CuNi γ = CuNi (ГЦК1) / CuNi (ГЦК2) при изменении φ от 1,25 до 4,0 изменяется от 0,2 до 0,6. Результаты расчета параметров ячейки и ОКР полученных материалов системы медь – никель приведены в таблице.

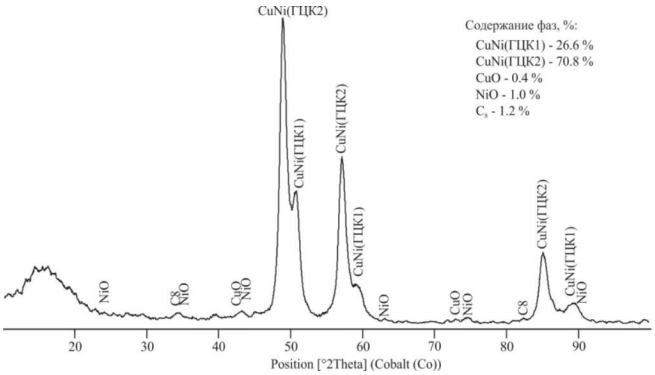


Рисунок 4 – Данные рентгеноструктурного анализа синтезированного порошка Ni-Cu при φ = 2,0

Таблица – Результаты расчета параметров ячейки и ОКР полученных материалов системы медь – никель

Отношение восстановителя к окислителю (φ)	Параметры элементарной ячейки (а), Å		ОКР, Å	
	CuNi (ГЦК1)	CuNi (ГЦК2)	CuNi (ГЦК1)	CuNi (ГЦК2)
1,25	3,64191	3,73999	50-55	70-75
1,50	3,63220	3,74167	48-55	72-76
2,00	3,61919	3,74096	50-60	70-74
4,00	3,61840	3,71105	50-60	35-40

Определение толщины стенок полых микросфер для полученных при использовании метода пиролиза аэрозолей и экзотермического восстановления материалов на основе металлов показало, что значения находятся в пределах 15-50 нм в зависимости от условий синтеза, частный случай приведен на рисунке 5 для системы Cu-Ni.

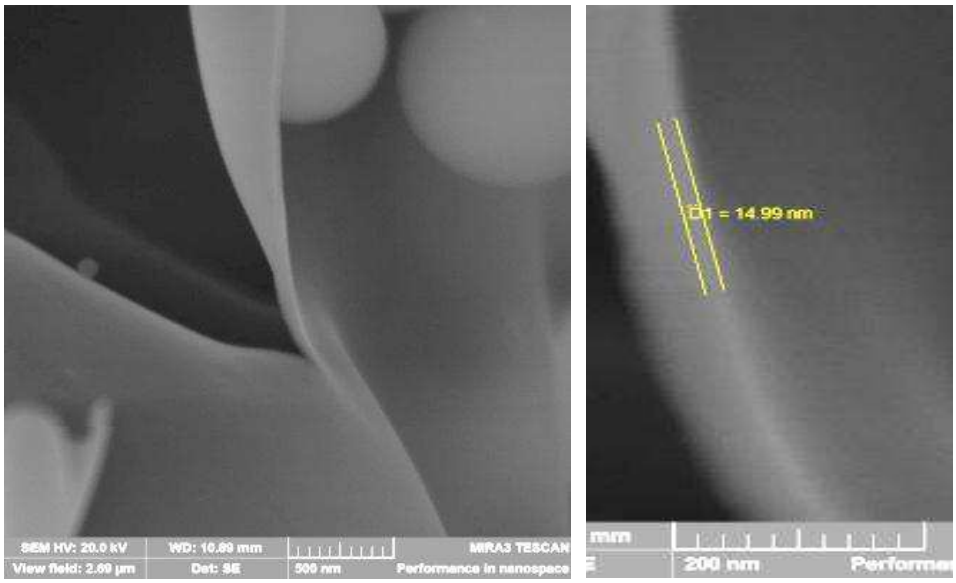


Рисунок 5 – Исследование толщины стенок микросферы для системы Cu-Ni

Полученные при исследовании реализации процессов совмещенного пиролиза аэрозолей и экзотермического синтеза материалов результаты, свидетельствуют о возможности получения нанокристаллических металлов и сплавов в виде микросфер, а также управления процессами синтеза и составом продуктов при изменении состава (соотношения восстановителя и окислителя), а также внешних условий (температура реактора). Показано, что соотношения восстановителя и окислителя (φ) для получения металлов должно составлять более 2,0, а температура реактора для завершения процессов синтеза и предотвращения роста зерен должна находиться в пределах 700-800 °C.

Список источников литературы

1 Chemistry of nanocrystalline oxide materials: combustion synthesis, properties and applications / K.C. Patil [et al.] // Singapore : World Scientific, cop. 2008.– 345 p.

2 Aruna, S. T. Combustion synthesis and nanomaterials / S. T. Aruna, A. S. Mukasyan // Current Opinion in Solid State and Materials Science, 2008, 12. pp. 44–50.

3 Khort, A.A. Effect of Reductant Type on Phase Composition and Ferroelectric Behavior of Combustion Synthesized $BaTiO_3$ and $Bi_4Ti_3O_{12}$ / A. A. Khort, K. B. Podbolotov// International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis. – 2014. – Vol. 23, No. 2. – pp. 106–111.

4 Khort, A.A. Preparation of $BaTiO_3$ nanopowders by the solution combustion method / A. A. Khort, K. B. Podbolotov// Ceramics International. – Vol. 42, Iss. 14. – 2016. – pp. 15343–15348.

5 Cross, A. Highly Active and Stable Ni-Cu Supported Catalysts prepared by Combustion Synthesis for Hydrogen Production from Ethanol / A. Cross [et al.] // Applied Catalysis A: General. – 2018. – DOI 10.1016/j.apcata.2018.12.027.

6 Вилейшикова Е.В. Люминесценция нанокристаллов $Eu:Y_3Al_5O_{12}$, $Eu:Lu_3Al_5O_{12}$ и $Eu:GdAlO_3$, синтезированных методом экзотермического горения в растворах / Е. В. Вилейшикова [и др.] // Журнал прикладной спектроскопии. – 2017.-Т.84, № 5. — С. 810–820.

7 Подболотов, К. Б. Получение нанопорошков металлов и композитов в режиме горения растворов / К. Б. Подболотов, А. Т. Волочко, А. А. Хорт // Перспективные материалы и технологии: монография. В 2-х т. Т. 2 / А. В. Алифанов [и др.]; под ред. В. В. Клубовича. – Витебск: УО «ВГТУ», 2017. – 509 с. – Гл. 9. – С. 171–189.

8 Tarasov, A. Spray Solution Combustion Synthesis of Metallic Hollow Microsphere / A. Tarasov [et al.] // J. Phys. Chem. C. – 2016. – Vol. 130. – No 13. – pp. 7165-7171.

9 Trusov G.V. High porous cellular materials by spray solution combustion synthesis and spark plasma sintering / G.V.Trusov [et al.] // Journal of Alloys and Compounds. – Vol. 779. – 2018. – pp. 557-565.

СТАЛЬНЫЕ КОМПОЗИЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ, СОЗДАВАЕМЫЕ В ТВЕРДОМ АГРЕГАТНОМ СОСТОЯНИИ

[1]Яздани – Черати Дж.Х., [2]Марукович Е.И., [3]Ушеренко С.М.
[1]БНТУ, [2]Институт металлов НАН Б, [3]БНТУ.
j.yazdani.c@gmail.com[1], maruko46@mail.ru[2], usherenko@gmail.com[3]

Аннотация. При взаимодействии порошковых частиц со сталью реализуются интенсивные деформации и изменение химического состава. Сочетание изменений макроструктуры, интенсивных локальных деформаций и легирования вводимыми и синтезируемыми химическими элементами позволяет при последующей термической обработки существенно менять механические свойства композиционной стали.

Введение. Сгустки микрочастиц при ударе со скоростями в сотни и тысячи метров в секунду проникают на глубины в десятки и сотни миллиметров. В объеме металлической заготовки возникают многочисленные закрытые элементы структуры. Необычным результатом является дополнительных легирование вводимыми химическими элементами [1]. Размывание по объему преграды вводимого вещества реализуется при трении микроударников в матрице. Такой перенос массы (легирования) в стали является энергозатратным. Доказано, что кинетическая энергия соударения сгустка дискретных ударников с преградой составляет только несколько процентов от общего объема затрат энергии [2]. Объяснения этой аномалии были сконцентрированы на поиске каких-то вариантов эффективного использования кинетической энергии.

Для объяснения значительной энергетической аномалии были выполнены поиски источников дополнительной энергии. Таким источником энергии, обеспечивающим высокий градиент давления внутри объема твердого тела, являются многочисленные микровзрывы [3].

Генерация дополнительной энергии при легировании в твердом агрегатном состоянии возможна только за счет термоядерных микровзрывов по объему металлической (стальной) преграды. Микровзрывы на вдоль множества треков порошковых частиц, которые двигаются в закрытой системе [3]. Этот подход объясняет скачкообразное увеличение глубин проникания сгустков частиц с размерами менее 100 мкм, создание структуры композиционного металлического материала, генерация интенсивного электромагнитного излучения и т.д. [4].

При ударе сгустка порошковых частиц об преграду в ней возникают пульсирующие поля давления. Пульсация вызвана градиентами скорости и плотности в объеме сгустка ударников [5]. После формирования зародыша канала в него разгружается поле давления. Канальный элемент захлопывается по оси. В этой схеме перераспределения энергии существование зон переменного давления в объеме преграды является обязательным условием реализации эффектов сверхглубокого проникновения [4].

В республиках Беларусь и Иран эффективное использование процесса объемного легирования и стальных композиционных материалов на этой основе для армирования горнорежущего и строительного ударного инструмента.

Целью настоящей работы является разработка инструментальных стальных композиционных материалов.

1. Экспериментальные результаты по объемному легированию стали в режиме сверхглубокого проникания (СГП).

Эффекты СГП реализуются в относительно узких диапазонах скоростей соударения (300 – 5000 м/с), при этом размеров ударников (менее 0,5 мм).В диапазоне таких условий стабильно наблюдается скачкообразное увеличение относительных глубин проникания до 100 – 10 000 калибров ударника. Роль иголок, прошивающих металлическую матрицу, выполняют дискретные частицы порошка. Создаваемые структурные дефекты, реализовавшиеся в режиме СГП, имеют характерные отличия. В

частности, наблюдаются включения, аналогичные кремниевым иглам в сплаве алюминий – кремний (рисунок 1).

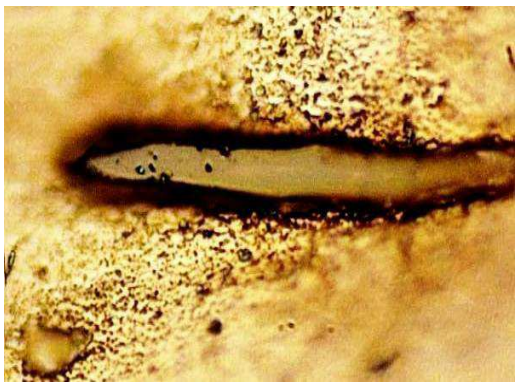


Рисунок 1 - Игольчатая скобка, возникающая на поверхности шлифа в процессе прошивки (режим СГП) стали сгустками порошка карбида кремния в алюминиевой оболочке, × 400

Результаты микроанализа волоконных элементов, армирующих углеродистую сталь 45, после обработки в режиме СГП приведены в таблице 1.

Таблица 1 - Химический состав волоконного элемента на поверхности вертикального шлифа прошитой в режиме СГП стали 40.

elmt		zaf	Weigh %	atom.%
FeK :	6	.938	61.749	47.684
MnK :	6	920	8 . 430	6.618
Si K :	6	.681	21.915	33.648
AlK :	6	.697	6.921	11.063
TiK :	6	.988	0.762	0. 686
S K :	0	. 834	0. 223	0. 300
TOTAL			100.000	100.000

2. Изменения твердости и износостойкости углеродистой стали, прошитой сгустками порошковых частиц разного состава.

Возможности изменения некоторых механических свойств стали, реализуемых в результате их обработки в режиме сверхглубокого проникания показаны в настоящей работе. Образцы исходной стали до и после динамической обработки пронумерованы: сталь 45 - исходные образцы - №1.1, 1.2.; сталь 45 ← SiC+Ni - №2.1, 2.2.; сталь 45 ← SiC+Sn - №3.1, 3.2 . Выполнялась для всех образцов закалка с температуры 840^{0}С и отпуск при 600 ^{0}С в течение 3 часов. Результаты испытаний приведены в таблице 2.

Таблица 2 - Изменения твердости до и после термической обработки

№ п.п.	НВ до и после СГП	НВ после закалки с 840^{0}С и отпуска 600^{0}С	Коэффициент упрочнения
1.1	116	640	5,5
1.2	110	640	5,5
2.1	121	667	5,5
2.2	114	640	5,6
3.1	132	653	4,9
3.2	114,5	653	5,7

Износостойкость стали определяли по потере веса при трении закаленной стали об абразив. Потерю веса определяли в одинаковых условиях и за равные периоды времени. Результаты износа по весу и в процентах к исходному показаны в таблице 3.

Таблица 3 - Потеря веса исходной и легированной стали

№ образцов	Исходный вес, г	Потеря веса, г, %							
		30 мин		60 мин		90 мин		120 мин	
		г	%	г	%	г	%	г	%
1.1	32,0720	0,0611	0,1905	0,0330	0,1029	0,0395	0,1232	0,1379	0,43
1.2	31,7259	0,0483	0,1522	0,0337	0,1062	0,0520	0,1639	0,0401	0,1264
2.1	31,9368	0,1223	0,3829	0,0415	0,1299	0,0402	0,1259	0,0381	0,1193
2.2	31,8550	0,0405	0,1271	0,0443	0,1391	0,0213	0,0669	0,0273	0,857
3.1	31,5690	0,0352	0,1115	0,0207	0,0656	0,0117	0,0371	0,0221	0,07
3.2	31,4780	0,0504	0,1601	0,0401	0,1274	0,0264	0,0839	0,0247	0,08

Данные таблицы 3 свидетельствуют, что образцы из исходной стали (№1.1 и №1.2) при износе за 2 часа потеряли 0,559% веса. Образцы же из стали 45 ← SiC+Ni (№2.1 и №2.2) за 2 часа потеряли 0,4850% веса. Образцы из стали 45 ← SiC+Sn (№3.1 и 3.2) за 2 часа потеряли только 0,366% веса. Получен следующий ряд потери веса образцов: стали без прошивки – стали прошитые SiC+Ni – стали прошитые SiC+Sn равный 1,52 – 1,325 - 1

Заключение. При использовании в качестве дополнительной технологической операцию легирования в твердом агрегатном состоянии прошивку стальных заготовок сгустками порошковых частиц в режиме сверхглубокого проникания обычная сталь преобразуется в композиционный материал:

1. В объеме стали формируются волоконные элементы легированные вводимыми и синтезируемыми химическими элементами;
2. После прошивки стали 45 сгустками порошка и термической обработки незначительно меняется твердость по сравнению с необработанной в динамическом режиме исходной стали – до 4%.
3. После испытаний на износ стали 45, подвергнутой обработкой порошковыми сгустками и обычной закалкой и отпуску, получен следующий ряд потери веса образцов: стали без прошивки – стали прошитые SiC+Ni – стали прошитые SiC+Sn равный 1,52 – 1,325 – 1.

Список литературы.

1. Яздани-Черати Джавад Х., Ушеренко С.М., Ушеренко Ю. С. Объемное легирование стали в твердой фазе/ XIX Харитоновские научные чтения. Экстремальные состояния вещества , Детонация, Ударные волны. Труды международной конференции. г. Саров.В 2-х томах. Под редакцией доктора технических наук А.Л. Михайлова. Т.1. Высокоскоростное метание и соударение. Явление кумуляции. Взрывные технологии. 2017. С.153 – 158.

2. The physics of superdeep penetration phenomenon. J. Owsik, K. Jach, S. Usherenko and other. Journal of Technical Physics, J.Tech. Phys., 49, 1, 3–25, 2008. Polish Academy of Sciences, Institute of Fundamental Technological Research, Warszawa. Military University of Technology, Warszawa.

2.Объемное динамическое легирование стали в твердом агрегатном состоянии. Е.И. Марукович, Ю.С. Ушеренко, Джавад Х. Яздани-Черати, С.М. Ушеренко. 60-я международная научная конференция «Актуальные проблемы прочности», Материалы конференции, 14-18 мая 2018 г., под редакцией члена-корреспондента НАН Беларуси В.В. Рубанчика. Витебск. Беларусь.- С.345-347.

РАЗРАБОТКА ТЕПЛОФИЗИЧЕСКОЙ МОДЕЛИ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕРМИЧЕСКИХ РЕЖИМОВ ПРОЦЕССА ЦЕНТРОБЕЖНОЙ ИНДУКЦИОННОЙ НАПЛАВКИ МНОГОСЛОЙНЫХ И ТОЛСТОСЛОЙНЫХ ПОРОШКОВЫХ ПОКРЫТИЙ

Белявин К.Е.[1], Сосновский И.А.[2], Курилёнок А.А.[2], Худолей А.Л.[2]
1. Белорусский национальный технический университет, Минск, Республика Беларусь, e-mail: dz-m@tut.by
2. Объединенный институт машиностроения НАН Беларуси, Минск, Республика Беларусь, e-mail: sos3@tut.by

Целью настоящей работы являлась разработка теплофизической модели для определения термических режимов процесса центробежной индукционной наплавки толстослойных и многослойных порошковых покрытий.

Решение тепловой задачи. Рассмотрим процесс центробежной индукционной наплавки (ЦИН) толстослойного покрытия (рисунок 1). Толстослойным будем считать такое покрытие, в котором распределением температуры по его толщине при расчете параметров режима нагрева нельзя пренебрегать.

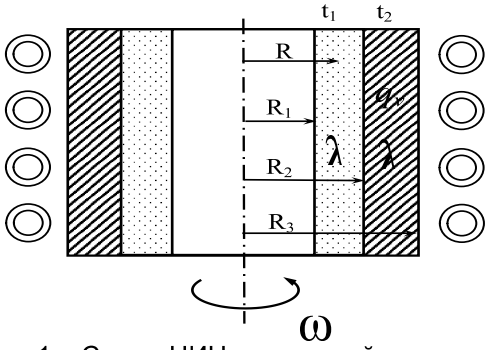


Рисунок 1 – Схема ЦИН толстослойных покрытий

Дифференциальное уравнение теплопроводности с учетом сделанных допущений запишется так:

$$\frac{\lambda}{R}\frac{d}{dR}\left(R\frac{dT}{dR}\right)+q_v=0\,, \tag{1}$$

где T – температура, К; R – радиальная координата, м; q_v – удельная мощность внутренних источников теплоты, Вт/м^3; λ – коэффициент теплопроводности материала заготовки при температуре плавления порошка ($T_{сп}$), Вт/(м·К).

Общее решение этого уравнения в том случае, когда внутренние источники теплоты зависят от координаты, имеет вид:

$$T=A\int\frac{dR}{R\lambda}+B-\int\frac{dR}{R\lambda}\int q_v R dR\,, \tag{2}$$

где A и B – постоянные интегрирования.

Перейдем к безразмерной координате $\overline{R}$ с помощью замены переменной

$$\overline{R}=\frac{R}{R_3}\,, \tag{3}$$

где R_3 – радиус наружной поверхности заготовки. Тогда решение (2) с учетом того, что $\lambda=const$, можно записать в виде

$$T=\frac{A}{\lambda}\int\frac{d\overline{R}}{\overline{R}}+B-\frac{R_3^2}{\lambda}\int\frac{d\overline{R}}{\overline{R}}\int q_v\overline{R}d\overline{R}\,. \tag{4}$$

Учитывая, что материал заготовки – ферромагнитный, а наносимое покрытие – парамагнитное, исходя из (4) распределение температуры t_1 по толщине покрытия описывается выражением

$$t_1 = \frac{A_1}{\lambda_1}\int\frac{d\overline{R}}{\overline{R}} + B_1, \tag{5}$$

а распределение температуры t_2 по толщине заготовки – выражением

$$t_2 = \frac{A_2}{\lambda_2}\int\frac{d\overline{R}}{\overline{R}} + B_2 - \frac{R_3^2}{\lambda_2}\int\frac{d\overline{R}}{\overline{R}}\int q_v\overline{R}d\overline{R}\ , \tag{6}$$

где A_1, A_2, B_1 и B_2 – постоянные интегрирования; λ_1 – коэффициент теплопроводности материала покрытия; λ_2 – коэффициент теплопроводности материала заготовки.
Граничные условия на внешних поверхностях составной системы имеют вид

$$\left.\frac{dt_1}{d\overline{R}}\right|_{\overline{R}=\frac{R_1}{R_3}} = 0 \tag{7}$$

и

$$t_2\big|_{\overline{R}=1} = T_3, \tag{8}$$

где T_3 – температура наружной поверхности заготовки.
Условия сопряжения на границе раздела слоев имеют вид:

$$t_1\big|_{\overline{R}=\frac{R_2}{R_3}} = t_2\big|_{\overline{R}=\frac{R_2}{R_3}}\ , \tag{9}$$

и

$$\lambda_1\left.\frac{dt_1}{d\overline{R}}\right|_{\overline{R}=\frac{R_2}{R_3}} = \lambda_2\left.\frac{dt_2}{d\overline{R}}\right|_{\overline{R}=\frac{R_2}{R_3}}. \tag{10}$$

Подставив решения (5) и (6) в граничные условия (7) – (10), получим систему из четырех алгебраических уравнений с четырьмя неизвестными A_1, A_2, B_1 и B_2:

$$\frac{A_1}{\lambda}\frac{R_3}{R_1} = 0; \tag{11}$$

$$B_2 - C\big|_{\overline{R}=1} = T_3; \tag{12}$$

$$\frac{A_2}{\lambda_2}\ln\frac{R_2}{R_3} + B_2 - C\Big|_{R=\frac{R_2}{R_3}} = \frac{A_1}{\lambda_1}\ln\frac{R_2}{R_3} + B_1; \tag{13}$$

$$\frac{A_2}{\lambda_2}\ln\frac{R_3}{R_2} + B_2 - \left.\frac{dC}{d\overline{R}}\right|_{\overline{R}=\frac{R_2}{R_3}} = \frac{A_1}{\lambda}\frac{R_3}{R_2}, \tag{14}$$

где

$$C(\overline{R}) = \frac{R_3^2}{\lambda_2}\int\frac{d\overline{R}}{\overline{R}}\int q_v\overline{R}d\overline{R}\ . \tag{15}$$

Отсюда:

$$A_1=0; \tag{16}$$

$$A_2 = \lambda_2\frac{R_2}{R_3}\left.\frac{dC}{d\overline{R}}\right|_{\overline{R}=\frac{R_2}{R_3}}; \tag{17}$$

$$B_2 = C\big|_{\overline{R}=1} + T_3; \tag{18}$$

$$B_1 = \frac{R_2}{R_3}\ln\frac{R_2}{R_3}\left.\frac{dC}{dR}\right|_{\overline{R}=\frac{R_2}{R_3}} - C\big|_{\overline{R}=1} - T_3. \tag{19}$$

Таким образом, общее решение поставленной тепловой задачи для заготовки с толстослойным покрытием получается подстановкой формул (16) – (19) в уравнения (5) и (6) и имеет вид:

$$T_1 = \frac{R_2}{R_3}\ln\frac{R_2}{R_3}\left.\frac{dC}{d\overline{R}}\right|_{\overline{R}=\frac{R_2}{R_3}} - C\big|_{\overline{R}=1} - T_3; \qquad T_2 = \frac{R_2}{R_3}\ln\overline{R}\left.\frac{dC}{d\overline{R}}\right|_{\overline{R}=\frac{R_2}{R_3}} - C + C\big|_{\overline{R}=1} + T_3. \tag{20}$$

Рассмотрим теперь процесс ЦИН многослойного покрытия (рисунок 2), используя при этом приведенный выше анализ ЦИН толстослойного покрытия.

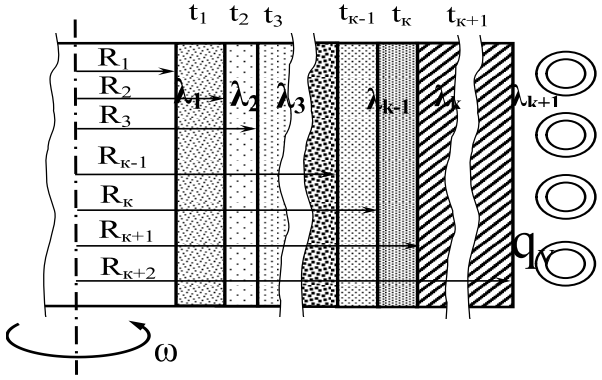


Рисунок 2 – Схема ЦИН многослойных покрытий.

Многослойное покрытие, состоящее из ***k*** слоев различной толщины и теплопроводности, можно рассматривать как однослойное покрытие толщиной $h=R_{k+1} - R_1$ из материала с некоторым эффективным коэффициентом теплопроводности $\lambda_{эфф}$. Тогда и в этом случае справедливы выводы, полученные ранее для ЦИН толстослойных покрытий. Т.е. термические режимы изотермической выдержки не будут зависеть от количества слоев, их толщины, теплопроводности используемых материалов, а для их расчета также можно пользоваться расчетными соотношениями для ЦИН тонкослойных покрытий.

Выводы

В результате анализа технологического процесса центробежной индукционной наплавки (ЦИН) толстослойных и многослойных порошковых покрытий на стадии изотермической выдержки в рамках разработанной теплофизической модели математически строго установлено следующее:

- температура наплавляемого порошкового слоя постоянна по его сечению и не зависит от толщины слоя и его теплопроводности;
- распределение температуры по сечению заготовки не зависит от толщины порошкового слоя и его теплопроводности;
- температура порошкового слоя равна температуре внутренней поверхности заготовки.

На основании проведенного анализа основных особенностей технологии ЦИН и сделанных допущений математически строго показано, что толщина порошкового слоя не оказывает влияния на выбор термических режимов изотермической выдержки в процессе ЦИН. Следовательно, для расчета термических режимов ЦИН толстослойных покрытий можно пользоваться расчетными соотношениями для ЦИН тонкослойных покрытий.

Термические режимы изотермической выдержки ЦИН многослойных покрытий не зависят от количества слоев, их толщин, теплопроводности используемых материалов, а для их расчета можно пользоваться расчетными соотношениями для ЦИН тонкослойных покрытий.

ПРИМЕНЕНИЕ НАНОПОРОШКИ В ПРОИЗВОДСТВЕ АСФАЛЬТОБЕТОНА

Гувалов А.А., Мамедов А.Д.
Азербайджанский архитектурно-строительный университет
Производственно-строительно инвестиционная корпорация АККОРД
Баку, abbas.guvalov@akkord.az

Современная тенденция к миниатюризации показала, что вещество может иметь совершенно новые свойства, если взять очень маленькую частицу этого вещества. Частицы размерами от 1 до 100 нанометров обычно называют «наночастицами». Наночастицы некоторых материалов имеют очень хорошие каталитические и адсорбционные свойства. Применение наночастиц в производстве строительных материалов проявляет необычные свойства.

Основными продуктами нанотехнологии в мире в настоящее время являются нанопорошки и наночастицы, различающиеся размерами, формой и специфическими свойствами. Улучшение свойств материалов, наблюдаемое при использовании нанопорошков и наночастиц, связано с физико-химическими процессами и явлениями, происходящими на поверхности взаимодействующих фаз.

В условиях резко возросшей интенсивности движения автомобильного транспорта, глобальных изменений климата ужесточаются требования к качеству дорожных покрытий. Одним из способов решения этой проблемы является использование нанотехнологий в производстве асфальтобетона. Асфальтобетон представляет собой композиционный материал, основу которого составляют минеральные частицы разных размеров, связанные битумом, свойствами которого определяется большинство физико-механических показателей материала. Содержание каждого из компонентов асфальтобетонной смеси жестко нормируется требованиями стандартов в зависимости от условий работы дорожного покрытия. Содержание битума, как правило, не превышает 7 % от массы материала.

Битум, выпускаемый отечественными предприятиями, обладает рядом существенных недостатков: слишком узким интервалом пластичности и слишком низким комплексом основных свойств, необходимых для создания высококачественных покрытий, особенно при температурах ниже нуля. В связи с этим возникает настоятельная потребность в улучшении свойств битума путем введения в него модифицирующих добавок.

Механизм действия модификаторов состоит в связывании длинномерных молекул битума с образованием прочной пространственной сетки. В качестве связующих элементов могут быть использованы различные материалы, в том числе и наночастицы. Характер сил, формирующих пространственную сетку из молекул битума, до настоящего времени не изучен. Предполагается, что при введении модификатора в матрицу реализуется специфический физико-химический процесс трансформации поверхностной энергии частиц модификатора, приводящий к упорядочению и упрочнению модифицируемой матрицы.

В настоящее время разработки в области микрореакторной универсальной технологии углеродных нанотрубок, фуллеренов, наноалмазов, графенов, наночастиц металлов, их оксидных соединений, наночастиц карбидов, нитридов и т.п. Важнейшей отличительной особенностью этой технологии является непосредственное поглощение наночастиц практически в момент их образования специально разработанными жидкими органическими средами, которые препятствуют их агрегации в течение длительного времени – более полугода. При наномодифицировании эффект упрочнения достигается при концентрациях нанодобавок в сотые и тысячные доли массового процента. При этом кардинальным образом улучшаются потребительские свойства материалов. Базовый продукт ArmCap, содержащий многостенные углеродные нанотрубки и наноалмазы в настоящее время используется для получения наномодификатора ArmBit для битумов и асфальтобетонов.

Концентрация наномодификатора в битуме – 0,005 масс. %; R20 и R50 – пределы прочности на сжатие при 20 и 50 °C соответственно.

Достоинством рассмотренных способов модификации битума в асфальтобетоне является возможность их внедрения без изменения требований стандарта на состав асфальтобетонной смеси и технологии ее производства. Модификаторы выступают в роли заменителя части битума в асфальтобетоне при неизменном его содержании в материале, что не требует пересмотра нормативных документов. При стоимости модификатора ниже стоимости битума замена части битума модификатором является экономически обоснованной. В противном случае использование модификаторов связано с удорожанием асфальтобетонной смеси, а значит, и дорожного покрытия в целом.

Результатом воздействия наномодификаторов является повышение технических и эксплуатационных свойств асфальтобетона. Такой же эффект достигается при структурировании асфальтовяжущего. В этом случае эффект достигается уменьшением содержания битума в асфальтобетонной смеси при упорядоченном расположении частиц минерального порошка в асфальтовяжущем. В отличие от модификации асфальтобетона, где происходит самоорганизация структуры вследствие введения модификаторов, при структурировании асфальтовяжущего упорядочение структуры реализуется путем механического воздействия на частицы материала в процессе окатывания гранул.

В заключение отметим, что технология структурирования асфальтовяжущего является принципиально новой для производства асфальтобетона. Ее внедрение требует пересмотра требований к асфальтобетону и технологии его производства. Однако снижение себестоимости материала на 30–40 % может быть весомым основанием для продолжения работ в этом направлении. Снижение стоимости обусловлено уменьшением содержания битума в асфальтобетонной смеси, а также возможностью использования вместо дорогостоящих каменных материалов различных отходов производства и местных минеральных материалов. Кроме того, возможность заготовки гранулированных продуктов впрок, возможность круглогодичной работы асфальтобетонных заводов с увеличением числа рабочих мест, возможность холодной укладки асфальтобетонной смеси в дорожное полотно дополняют достоинства нового материала.

О возможности включения технологии структурирования асфальтовяжущего в класс нанотехнологий отметим следующее. В соответствии с приведенной выше классификацией ограничительным фактором при решении этого вопроса является размер объекта, формирующего новые свойства материала. В рассматриваемой технологии таким объектом является битумная пленка в асфальтовяжущем между частицами минерального порошка, а контролируемым параметром – толщина этой пленки. Прямое измерение этой величины весьма проблематично. Однако можно воспользоваться соображениями, позволяющими оценить порядок этой величины. Удельная поверхность минеральных порошков, вырабатываемых отечественными предприятиями, составляет в среднем 300–350 $м^2$/кг. Тогда можно определить толщину битумной пленки, необходимой для распределения 13 % битума в массе асфальтовяжущего. Процентное содержание битума взято в соответствии с данными, приведенными в работе. Проведя простой расчет, получим оценку порядка 1–7 м, т.е. 100 нм.

Таким образом, поверхностный слой веществ – особая поверхностная фаза толщиной в несколько нанометров. По этому показателю его можно было бы отнести к наноструктурам. Однако типичными наноструктурами принято считать только обособленные тела – нити, ленты, пленки трубки такой же толщины. Поверхностный слой только с одной стороны имеет межфазовую границу, отделяющую его от других веществ. Поэтому поверхностный слой является особой поверхностной фазой вещества, но не типичной наноструктурой.

КОМПОЗИЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ ГАЗОТЕРМИЧЕСКОГО НАПЫЛЕНИЯ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ДИФФУЗИОННОГО ЛЕГИРОВАНИЯ ИЗ ПОРОШКОВ НА ОСНОВЕ СТАЛЕЙ АУСТЕНИТНОГО КЛАССА

Пантелеенко Ф.И., Оковитый В.А., Пантелеенко А.Ф.
Белорусский национальный технический университет

Аннотация. Представлены экспериментальные исследования композиционных материалов для газотермического напыления, полученных методом диффузионного легирования из порошков на основе сталей аустенитного класса. Исследовано изменения дисперсного состава порошков в процессе их химико–термической обработки. С целью выявления способности порошков к самофлюсованию провели наплавку газопламенным методом порошка ПР–Х18Н15. Анализ влияния температурно–временных параметров химико–термической обработки показал, что лучшей флюсуемостью порошок ПР–Х18Н15 обладает после обработки при 850°С-900°С в течение одного часа . Такой режим обработки, как было установлено обеспечивает получение однофазного Fe_2B покрытия на порошке. Лучшая самофлюсуемость порошка с однофазным покрытием объясняется более низкой температурой эвтектического плавления инконгруэнтно плавящейся фазы Fe_2B.

Введение. Для формирования износостойких газотермических покрытий широкое применение получили самофлюсующиеся порошки на никелевой основе системы Ni-Cr-B-Si-C и их смеси. Самофлюсующиеся сплавы на никелевой основе обладают высоким комплексом свойств. Они имеют невысокую температуру плавления, технологичны, хорошо флюсуются и наплавляются на воздухе, обладают высокой износостойкостью Покрытия из самофлюсующихся сплавов в зависимости от марки сплава могут иметь твердость от 180 НВ до 65 HRC. Наряду с неоспоримыми преимуществами самофлюсующимся сплавам на никелевой основе присущ ряд серьезных недостатков, значительно снижающих эффективность данной технологии:

1. Высокая чувствительность к технологическим режимам напыления покрытия. Требуемый комплекс свойств покрытия сохраняется только при сохранении однородной мелкодисперсной структуры исходного порошка. Даже незначительный перегрев резко снижает качества покрытия.

2. Низкая трещиностойкость при нанесении самофлюсующихся сплавов на никелевой основе на стальные детали обусловлена высоким коэффициентом линейного расширения при нагреве $(14,4\text{-}16,2)\cdot10^{-6}К^{-1}$.

3. Высокая стоимость, обусловленная применением дорогостоящего металла основы-никеля. Высокий комплекс защитных свойств покрытий зачастую является избыточным. Их использование оправданно только для условий одновременного воздействия изнашивания, агрессивных сред и высоких температур. Когда определяющим ресурс детали является только изнашивание, никелевые порошки надо заменять на более дешевые, в том числе порошки на базе железа.

4. Трудоемкость последующей механической обработки.

5. Высокий коэффициент трения в условиях сухого трения скольжения, покрытия склонны к схватыванию и задирам.

Таким образом структура, хрупкость, трещиностойкость, износостойкость, обрабатываемость, экономические факторы часто ограничивают применение материалов на никелевой основе. Когда определяющим ресурс детали является только изнашивание, никелевые порошки надо заменять на более дешевые порошки на железной основе, в том числе порошки на базе аустенитных сталей, являющиеся наиболее массовым полупродуктом порошковой металлургии.

Анализ состояния вопроса получения и применения самофлюсующихся порошковых материалов позволили предложить принципиально новую концепцию создания самофлюсующихся порошков на основе сталей аустенитного класса [1-5].

1. Элементы бор и кремний или только бор вводятся в поверхностный слой каждой частицы диффузионным путем на определенную глубину, в определенных

количествах и с условием обеспечения требуемого фазового состава, благодаря чему должны быть обеспечены:

а) реализация эффекта контактного эвтектического плавления между бор содержащей поверхностью частицы и наплавляемым изделием, между поверхностью частицы и ядром;

б) самофлюсуемость, высокая технологичность порошка и повышенная прочность сцепления с наплавляемым изделием;

в) исключение угара легирующих элементов при получении порошка;

г) образующиеся боридные и карбоборидные фазы должны повышать триботехнические характеристики наплавленных покрытий.

2. В качестве исходных используются дешевые порошки на основе сталей аустенитного класса или отходы механической обработки, что позволяет получить в 3–5 раз более дешевые самофлюсующиеся порошки по сравнению с никелевыми .

3. Обеспечивается в 1,5–2 раза лучшая механическая обрабатываемость наплавленных покрытий, чем у покрытий из никелевых сплавов.

Технологические свойства композиционных материалов

Весьма важными характеристиками порошковых материалов являются технологические свойства (текучесть, насыпная плотность и др.). В зависимости от назначения порошковых материалов и предъявляемых к ним требованиям отдельные технологические свойства приобретают особую значимость. Так, для порошков, наплавляемых в окислительной атмосфере, наиболее важными технологическими свойствами, определяющими качество и эксплуатационные характеристики наплавленного покрытия, является текучесть, плотность, флюсуемость. Одной из важнейших характеристик порошкового наплавочного материала является размер частиц. Гранулометрический состав полученных и исследованных самофлюсующихся порошков на основе ПР–Х18Н15 в графической интерпретации представлен на рис. 1. Исследование изменения дисперсного состава порошков в процессе их химико–термической обработки указывает на необходимость учета фактора роста диаметра частиц порошков. Очевидно, что увеличение времени обработки в общем случае смещает кривую распределения дисперсионного состава в сторону увеличения размеров частиц. Сравнение пиков дисперсионного состава с увеличением продолжительности борирования показывает, что для порошка ПР–Х18Н15 происходит их смещение вправо примерно на 20 мкм. Наряду со смещением характерно расширение диапазона дисперсионного состава. Уменьшение насыпной и пикнометрической плотностей порошка (рис.2) по мере увеличения продолжительности борирования вызвано увеличением в порошке в процессе обработки количества более легких, чем основа, боридных фаз.

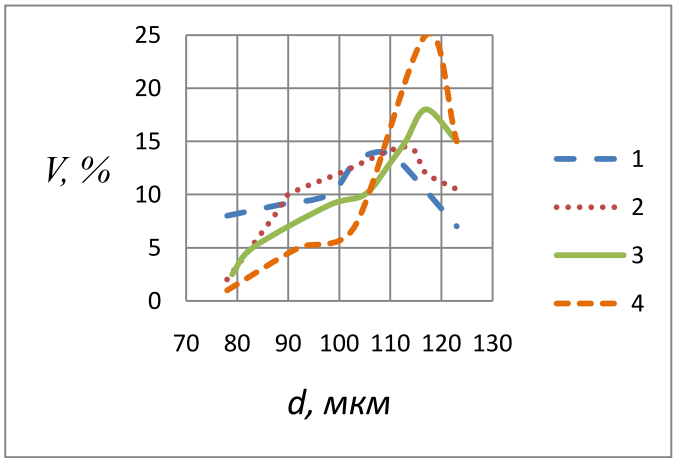
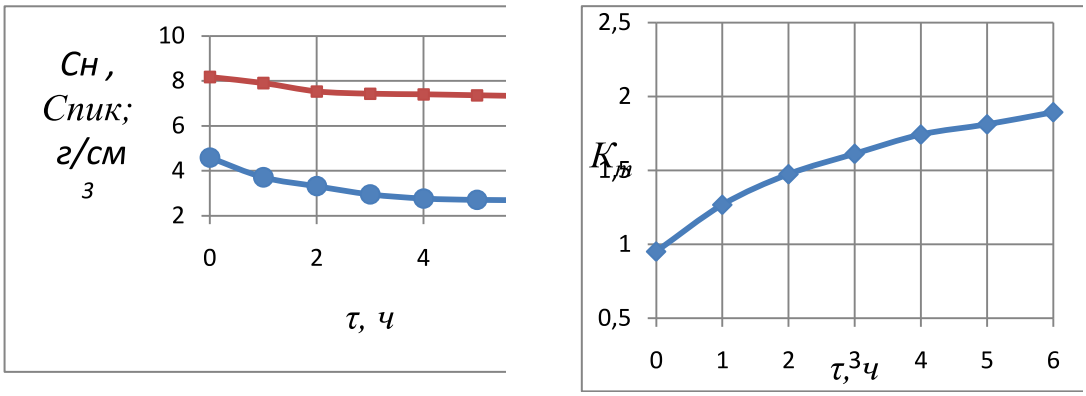


Рисунок 1 - Зависимость дисперсионного состава порошка ПР–Х18Н15 от продолжительности диффузионной обработки (Т=920°С):
1 – исходный порошок; 2 – 1 ч.; 3 – 2 ч.; 4 – 6 ч.



а б

Рисунок 2 - Влияние продолжительности борирования на: а) насыпную ($C_н$), пикнометрическую ($C_{пик}$) плотность; б) текучесть ($K_Т$) порошка ПР–Х18Н15

Результаты приведенные на рис. 2 свидетельствуют о низкой боируемости высоколегированного порошка. Даже после шести–семичасовой обработки плотность порошка высока — 7,31 г/см^3 , а увеличение размера частиц составляет около 20 мкм. Если говорить о текучести, то заметно ее ухудшение с увеличением продолжительности борирования . Ухудшение текучести связано с изменением микрорельефа частиц в результате борирования. их, что отчетливо видно при сравнении электронных фотографий порошка исходного и борированного. Пропускание борированного порошка ПР–Х18Н15.через газовую горелку УПТР-86 позволило улучшить его текучесть и повысить насыпную плотность (см. рис. 3). Важнейшие практические выводы, вытекающие из полученных при исследовании названных свойств результатов:– возможность достаточно точного контроля степени борирования порошка по величине пикнометрической плотности;– необходимость использовать максимально узкие фракции порошка.Важнейшими технологическими свойствами самофлюсующихся порошков являются самофлюсуемость и наплавляемость. С целью выявления способности порошков к самофлюсованию было решено детально оценить ее на одном из порошков, например ПР–Х18Н15, а затем проверить выявленные закономерности на всех остальных порошковых материалах.

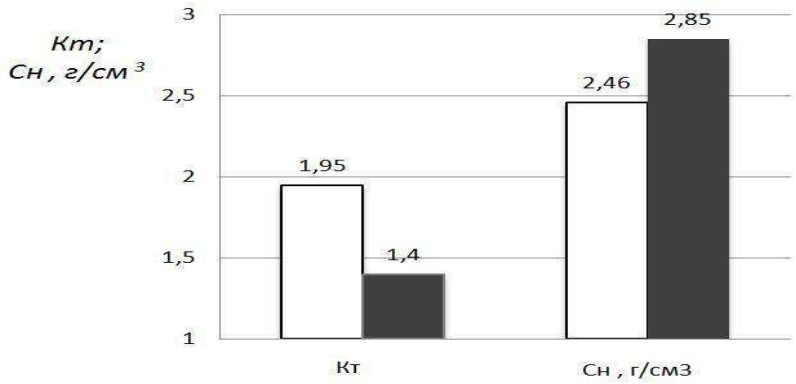


Рисунок 3 - Влияние газопламенной обработки на текучесть ($K_Т$) и насыпную плотность (Сн) борированного порошка ПР–Х18Н15. (Режим борирования: Т=900°С, τ=7ч.). Не заштрих. — до обработки, заштрих. — после обработки

Наплавку проводили газопламенным методом в обычной окислительной атмосфере на установке собственной конструкции УПТР-86 на образцы в виде полуколец . Самофлюсуемость оценивали по внешнему виду наплавленных покрытий по десятибалльной шкале. Анализ влияния температурно–временных параметров химико–термической обработки показал, что лучшей флюсуемостью порошок ПР–Х18Н15 обладает после обработки при 850°С-900°С в течение одного часа . Такой режим обработки, как было установлено обеспечивает получение однофазного Fe_2B

покрытия на порошке. Лучшая самофлюсуемость порошка с однофазным покрытием объясняется более низкой температурой эвтектического плавления инконгруэнтно плавящейся фазы Fe_2B. Даже увеличение содержания стального порошка в смеси не позволяет преодолеть доминирующего влияния температурно–временных параметров на однофазность покрытий. Многочисленные эксперименты оценки самофлюсуемости порошков ПР–Х18Н9; ПР–Х18Н10; ПР–Х18Н15 обработанных на одно– и двухфазные покрытия по режимам, соответствующим диаграммам фазового состава однозначно подтверждают преимущество по самофлюсуемости однофазных покрытий на порошке.Нами экспериментально установлено, что лучшей самофлюсуемости соответствует и лучшая наплавляемость, т.е. формирование качественного беспористого покрытия. При этом, чем выше самофлюсуемость, тем меньше потери порошка.

Заключение.

Изучены свойства композиционных материалов для газотермического напыления, полученных методом диффузионного легирования из порошков на основе сталей аустенитного класса. Исследование изменения дисперсного состава порошков в процессе их химико–термической обработки указывает на необходимость учета фактора роста диаметра частиц порошков. Уменьшение насыпной и пикнометрической плотностей порошка по мере увеличения продолжительности борирования вызвано увеличением в порошке в процессе обработки количества более легких, чем основа, боридных фаз. . Анализ влияния температурно–временных параметров химико–термической обработки показал, что лучшей флюсуемостью порошок ПР–Х18Н15 обладает после обработки при 850°С-900°С в течение одного часа . Такой режим обработки, как было установлено обеспечивает получение однофазного Fe_2B покрытия на порошке. Лучшая самофлюсуемость порошка с однофазным покрытием объясняется более низкой температурой эвтектического плавления инконгруэнтно плавящейся фазы Fe_2B.

Список использованных источников

1.Пантелеенко Ф.И., Любецкий С.Н. Самофлюсующиеся порошки и износостойкие покрытия из них. - Минск: БелНИИНТИ, 1991 -59с.

2. Пантелеенко, Ф.И. Получение порошков из аустенитных сталей методом диффузионного легирования./ Пантелеенко .И.,Оковитый В.А, Пантелеенко А.Ф., Оковитый В.В., //Вестник Белорусского научно- технического университета. БНТУ-Минск, 2010. -Вып.5. - С.45-53 .

3.Пантелеенко, Ф.И. Разработка технологического процесса плазменного напыления покрытий на детали коробок передач энергонасыщенных тракторов / Пантелеенко Ф.И., Оковитый В.А., Пантелеенко А.Ф. // Труды ГОСНИТИ, Москва. - 2012. –Т. - 110,часть 2. - С.19-22.

4.Состав для газотермического напыления износостойких покрытий: пат. 15833 Респ. Беларусь, МПК B 22F 1/00; C 23C 4/06 / Оковитый В.А., , Девойно О.Г., Пантелеенко А.Ф.,Оковитый В.В. заявитель - БНТУ -№ a 20100496; заявл. 30.03.2010. опубл.30.04.12 // Афіцыйны бюл. Нац. цэнтр інтэлектуал. уласнасці. – 2012. - № 2.

5. Состав для газотермического напыления износостойких покрытий: пат. 19111 Респ. Беларусь, МПК B22F 1/00; C23C4 /04/ Оковитый В.А., Девойно О.Г., Пантелеенко А.Ф., Оковитый В.В. .- заявитель - БНТУ-№ a 20120954; заявл. 22.06.2012, опубл.30.04.2015 // Афіцыйны бюл. Нац. цэнтр інтэлектуал. уласнасці. – 2015. - № 2.

МЕХАНОХИМИЧЕСКИЙ СИНТЕЗ ИНТЕРМЕТАЛЛИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ МЕТАЛЛОВ – СПУТНИКОВ ПЛАТИНЫ (Ir, Ru, Rh) С Ga ДЛЯ ПЕРЕВОДА Ir, Ru, Rh В РАСТВОРИМЫЕ ФОРМЫ

Григорьева Т.Ф.[1], Ляхов Н.З.[1], Витязь П.А.[2], Павлов Е.А.[3], Удалова Т.А.[1], Восмериков С.В.[1], Девяткина Е.Т.[1]

[1]Институт химии твердого тела и механохимии СОРАН, Новосибирск, Россия
grig@solid.nsc.ru
[2]Объединенный институт машиностроения НАН Беларуси, Минск, Беларусь
[3]ОАО Красноярский завод цветных металлов имени В.Н. Гулидова, Красноярск, Россия

Металлы – спутники платины (Ir, Ru, Rh), благодаря своим уникальным физико-химическим свойствам, чрезвычайно востребованы практически во всех отраслях промышленности. Высокая термостойкость делает их незаменимыми при изготовлении термопар, эксплуатируемых при температурах выше 2300 K, топливных элементов космических аппаратов, жаропрочных лопастей турбинных двигателей, жаростойких тиглей для агрессивных сред и мундштуков для выдувания стекла, фильер для производства стекловолокна и пр. Небольшие добавки металлов – спутников платины (МСП) увеличивают твердость, механическую прочность и износостойкость металлов и сплавов, эксплуатирующихся при больших нагрузках в авиации, космосе, в океанских глубинах, а также микроэлектронике, радио- и электротехнике. Инертность к химическому воздействию позволяет использовать МСП и их сплавы в антикоррозионных покрытиях, работающих в агрессивных средах при повышенных температурах.

При получении ультрадисперсных высокочистых МСП самой длительной и трудоемкой является стадия перевода их в растворимую форму. Иридий, рутений и родий обладают высоким значением потенциала ионизации, при обычной температуре характеризуются высокой устойчивостью по отношению к химическому воздействию кислот и щелочей, но в определенных условиях взаимодействуют с кислородом, хлором, смесями кислот [1].

Интерметаллические соединения (ИМС) растворяются быстрее, чем входящие в их состав инертные металлы, особенно при наличии большой межфазной или межзеренной поверхности [2]. Переход инертного металла в растворимую форму становится возможным в случае, когда один из компонентов ИМС хорошо растворяется.

Во взаимодействующих системах твердый – жидкий металлы проявляются адсорбционно–активные свойства жидкого металла по отношению к твердому. Проникновение жидкого металла по границам зерен поликристаллов резко снижает прочностные характеристики последних [3, 4]. Работа разрушения поликристаллического металла, находящегося в контакте с расплавом, снижается в сотни раз [5]. Можно ожидать, что инертные металлы будут химически взаимодействовать с активным жидким галлием. Поскольку Ga хорошо растворим в кислых растворах [6], то существует возможность удалить его из интерметаллических соединений Ga_xMe_y (Me = Ir, Ru, Rh), полученных механохимическим методом, увеличивая, таким образом, способность МСП к растворению в кислотах.

Целью работы было изучение возможности механохимического синтеза интерметаллических соединений Ga_xMe_y (Me = Ir, Ru, Rh) в системах Ga–Ir, Ga–Ru, Ga–Rh, а также кислотного отделения галлия из синтезированных ИМС для перевода Ir, Ru и Rh в растворимые формы.

В работе использовали металлы: галлий (марка ГЛ-0), порошки иридия (марка Brand ИА-1) с размерами частиц ~1.5 мкм, рутения (марка Brand РуА-0) с размерами частиц ~2.35 мкм, родия (марка Brand РдА-0) с размерами частиц ~2.45 мкм.

Механическую активацию смесей галлия с МСП проводили в высокоэнергетической шаровой планетарной мельнице с водяным охлаждением, в атмосфере Ar. Скорость вращения барабанов вокруг общей оси ~1000 об/мин. Массовое отношение шаров и навески обрабатываемого материала – 20:1.

Для определения степени растворения МСП исходные металлы и продукты механической активации систем Ga – Ir (Ru, Rh) обрабатывали смесью концентрированных кислот («царской водкой») в течение 3 часов, при температуре 348 K.

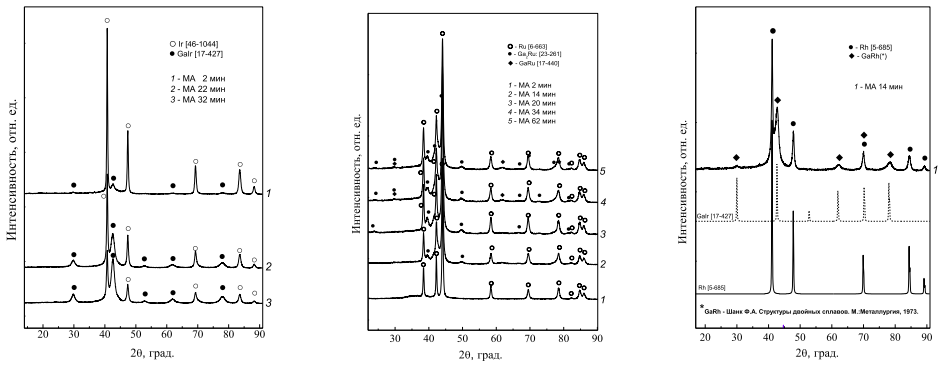
Рентгенофазовый анализ порошков проводили на дифрактометре XPERT-PRO с использованием излучения CuK_α (λ = 1.54051 Å).

Морфологические характеристики и элементный состав как исходных порошков МСП, так и механохимически синтезированных продуктов в системах Ga – Ir (Ru, Rh) до и после кислотного отделения галлия изучали с помощью растрового электронного микроскопа JEOL 6601 LV с энергодисперсионным рентгеновским микроанализатором (ЭДРМ).

Изучение растворения исходных Ga, Ir, Ru, Rh в «царской водке», при температуре 348 K, показало, что при данных условиях Ga растворяется почти полностью в течение 40 мин, Ir в течение 180 мин практически не растворяется, и лишь 7.3 % Ru и 11.2 % Rh переходят в раствор в течение 180 мин.

Электронно-микроскопическое исследование порошков металлов до и после кислотной обработки показало, что морфология и размеры частиц практически не изменяются.

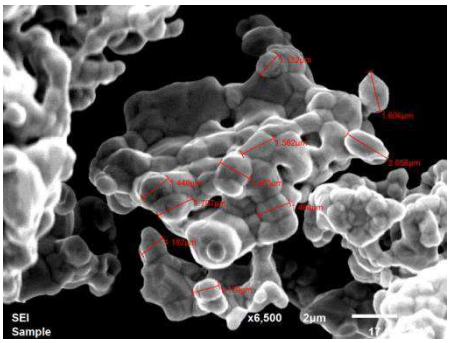
По данным рентгенографического исследования, в результате механической активации в смесях порошков иридия (рутения, родия) с галлием уже на начальных стадиях формируются интерметаллические соединения: GaIr при 2 мин активации, Ga_2Ru и GaRh при 14 мин активации, в соответствующих смесях (Рис. 1, а-в). С увеличением времени активации в смесях Ir и Ru с Ga содержание интерметаллидов растет, причем в смеси с Ru появляется соединение GaRu, в формировании которого участвует, кроме Ga и Ru, ранее образующееся соединение Ga_2Ru. Во всех исследованных системах взаимодействие протекает не полностью, о чем свидетельствует присутствие рефлексов исходных металлов на дифрактограммах.



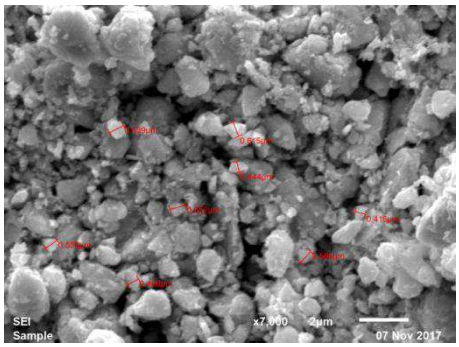
а б в

Рисунок 1 - Дифрактограммы продуктов механической активации смесей Ga + Ir (*а*), Ga + Ru (*б*) и Ga + Rh (*в*)

В результате обработки активированных смесей Ga + Ir, Ga + Ru и Ga + Rh «царской водкой» происходит частичное растворение сформировавшихся интерметаллидов. Степень перехода МСП из интерметаллидов в раствор растет с увеличением времени механической активации, достигая ~40 % для иридия (время активации 32 мин), ~37 % для рутения (34 мин) и ~35 % для родия (14 мин). Размеры частиц нерастворимых осадков меньше в 3-10 раз по сравнению с размерами частиц исходных металлов. В качестве примера на рис. 2 представлены растровые электронные микрофотографии (РЭМ) для системы Ga – Ir.



а



б

Рисунок 2 - РЭМ изображения частиц исходного иридия (а) и активированной смеси Ga + Ir (б) после кислотной обработки

Исследования показали, что задача перевода химически инертных металлов-спутников платины в растворимую форму может быть решена за счет механохимического синтеза ИМС GaIr, Ga_2Ru, GaRu и GaRh.

Галлий переходит из интерметаллидов в раствор при обработке смесью концентрированных кислот, при этом реакционная способность МСП возрастает, и более 35-40 % МСП переходят в растворимые формы в виде комплексов типа H_xMCl_y ($H_2M^{4+}Cl_6$) (M = Ir, Ru, Rh). Размеры частиц ультрадисперсных осадков чистых металлов Ir, Ru, Rh после растворения ИМС и высушивания меньше размеров частиц исходных Ir, Ru, Rh в 3-10 раз.

Возвращение ультрадисперсных осадков чистых металлов Ir, Ru, Rh на стадию механохимического синтеза ИМС позволяет достичь практически полного перевода Ir, Ru, Rh в растворимые формы. Растворенный Ga может быть восстановлен и также возвращен на стадию механохимического синтеза ИМС.

Использование механохимически синтезированных интерметаллических соединений иридия, рутения и родия с галлием позволяет сократить длительность процесса перевода Ir, Ru, Rh в растворимые формы приблизительно в 10 раз.

Список литературы

1. Гинзбург С.И., Езерская Н.А., Прокофьева И.В., Федоренко Н.В., Шленская В.И., Бельский Н.К. Аналитическая химия платиновых металлов / Под ред. акад. Алимарина И.П. М.: Наука, 1972. - 616 с.

2. Каковский И.К., Поташников Ю.М. Кинетика процессов растворения. М.: Металлургия, 1975. - С. 126-138.

3. Hugo R.C., Hoagland R. In situ TEM observation of aluminum embrittlement by liquid gallium // Scripta Mater. - 1998. - V. 38, No. 3. - P. 523-529.

4. Hugo R.C., Hoagland R. Penetration of aluminum: in situ TEM observation at the penetration front // Scripta Mater. - 1999. - V. 41, No. 12. - P. 1341-1346.

5. Григорьева Т.Ф., Баринова А.П., Ляхов Н.З. Механохимический синтез в металлических системах. Новосибирск: Параллель, 2008. - 311 с.

6. Иванова Р.В. Химия и технология галлия. М.: Металлургия, 1973. - 392 с.

ОСОБЕННОСТИ ЛЕГИРОВАНИЯ И ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ ФЕРРИТНО-МАРТЕНСИТНЫХ СТАЛЕЙ С 12 % ХРОМА

Моляров А.В., Беломытцев М.Ю.
Национальный исследовательский технологический университет «НИТУ «МИСиС», г. Москва, Россия
amolyarovv_875@mail.ru

Разработка новых жаропрочных конструкционных материалов ответственного назначения основывается прежде всего на определении оптимального химического состава, способного обеспечить требуемые служебные характеристики тяжелонагруженного оборудования. При этом обязательным условием для создаваемых сталей является подбор и назначение благоприятных режимов термической обработки, от которых напрямую зависит их структурно-фазовый состав и, как следствие, получаемые механические свойства.

Однако для большинства экспериментальных 12 %-ных хромистых сталей ферритно-мартенситного класса с базовым химическим составом на основе марки стали ЭП-450 (12Х12М2БФР) условие необходимости и представление о решающей роли термической обработки не только не выполняются, но являются и необязательными, что объясняется высоким уровнем стабильности переохлажденного аустенита.

Как следствие, изменение температуры нагрева в интервале 1000-1175ºС и скорости последующего охлаждения в очень широком диапазоне значений 300-0,3 ºС/сек (укладывающихся в ряд типовых режимов: закалка – нормализация – отжиг) не оказывает какого-либо влияния на сдвиговый характер γ-α превращения и не приводит к распаду аустенита по диффузионному механизму с образованием ферритно-карбидной смеси. Содержание мартенсита в структуре таких сталей всегда остается на неизменном уровне максимально возможном для данного химического состава. Для некоторых исследуемых сталей с почти полностью мартенситной структурой в диапазоне температур их предполагаемой эксплуатации 680-720°С время минимального инкубационного периода до начала распада аустенита по диффузионному механизму может достигать сотен часов, что подтверждено изотермическими диаграммами распада переохлажденного аустенита [1].

Данное обстоятельство делает невозможным применение термической обработки в ее классическом варианте (с закалкой и последующим высоким отпуском) для создания определенного структурно-фазового состояния в сталях с длительным инкубационным периодом распада аустенита. Поэтому единственно возможным способом формирования требуемой структуры путем термического воздействия на сталь с высокой стабильностью переохлажденного аустенита остается лишь изотермическая закалка. Такая термическая операция, редко используемая на практике в качестве термообработки, позволяет регулировать содержание феррита и мартенсита в заданных пределах, вплоть до получения полностью ферритной структуры.

В ферритно-мартенситных сталях с малым инкубационным периодом γ-α превращения термическая обработка является обязательной и классической технологической процедурой, поскольку оказывает непосредственное воздействие на структуру и механические свойства. Например, замедление скорости охлаждения стали с температуры аустенизации способствует образованию феррита в структуре и, как следствие, снижению всех прочностных характеристик.

Таким образом, для экспериментальных 12 %-ных хромистых сталей с длительным инкубационным периодом распада аустенита варьирование основных параметров термической обработки (температуры нагрева и скорости охлаждения) практически не влияет на структуру и механические свойства в отличие от колебаний и изменений в содержании и композиции легирующих элементов. Подбор и оптимизацию химического состава этих жаропрочных сталей с целью получения требуемых механических характеристик при заданной структуре необходимо проводить в узком интервале легирования. Чем более широким является интервал легирования, тем

более вариативным может быть фазовый состав стали. Кроме того, исследуемые высоколегированные стали с 12 % хрома легко переходят из одного структурного класса в другой даже при малых колебаниях химического состава.

Высокая степень легированности этих сталей сильно усложняет процесс прогнозирования и оптимизации химического состава и обуславливает обязательное применение компьютерного моделирования с использованием нейронных сетей. Необходимый набор данных для оценки в первом приближении степени влияния химических элементов на механические свойства был получен непосредственно из экспериментов с учетом основных положений теории легирования жаропрочных сталей с 12 % хрома. В частности, комплексное легирование такими карбидообразующими элементами, как Mo, W, Nb и V оказалось значительно эффективнее, чем эквивалентное легирование одним элементом, но в гораздо большем количестве [2].

Проведенные исследования на экспериментальных сталях позволили качественно оценить характер изменения прочностных показателей ($\sigma_{0,2}$ и $\sigma_{в}$) при совместном и количественно разном содержании в них карбидообразующих элементов. Было установлено, что параметры прочности монотонно возрастают с увеличением содержания углерода от 0,07 % до 0,23 %. При этом количество углерода, как оказалось, должно быть не более 0,20-0,25 %, что связано с ограничением количества и скорости роста карбидов, а также необходимостью сохранения достаточной прочности твердого раствора железа при длительных термических выдержках.

Попытка снижения содержания молибдена вплоть до полного его исключения из химического состава за счет повышения концентрации вольфрама до 3 % показала отрицательный результат – пределы прочности и текучести снижаются в 1,5-2 раза. Повышение содержания марганца от 0,5 % до 3 % приводит к повышению прочностных характеристик металла с максимальным упрочняющим эффектом при концентрациях близких к 3 %. В этом отношении замена никеля, как высокоактивируемого элемента в условиях облучения металла, на марганец с малой наведенной остаточной радиоактивностью выглядит вполне оправданной.

Характер влияния ниобия на прочностные свойства исследуемых экспериментальных сталей проявляется только в совместной связке с другими легирующими элементами. Даже увеличение содержания ниобия до практически предельного количества (0,4 %) в связке с вольфрамом, доля которого устремлена к максимуму (3 %), при полном отсутствии молибдена и минимальной концентрации марганца (не более 0,5 %) оказалось не способно скомпенсировать нехватку двух последних из указанных легирующих элементов (Mo, Mn) и их благоприятное совместное влияние на металл, в том числе предотвратить снижение уровня прочности.

Список литературы

1. Беломытцев М.Ю., Образцов С.М., Моляров А.В. О соотношении жаропрочности и содержания феррита в 12 %-ных хромистых сталях с ферритно-мартенситной структурой // Металлург. - 2017. - № 9. - С. 46-51.

2. Ланская К.А. Высокохромистые жаропрочные стали. М.: Металлургия, 1976. - 216 с.

ЗАВИСИМОСТЬ ХАРАКТЕРИСТИК ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ПРОЧНОСТИ ОТ ОСОБЕННОСТЕЙ ПРОЦЕССА ИЗОТЕРМИЧЕСКОГО РАСПАДА АУСТЕНИТА В ФЕРРИТНО-МАРТЕНСИТНЫХ СТАЛЯХ

Моляров А.В.
Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва, Россия
amolyarovv_875@mail.ru

Существующая практическая необходимость в новых конструкционных материалах, способных работать при повышенных температурах длительное время, заставляет разрабатывать большое число критериев для оценки степени достижения их прочностных характеристик требуемым значениям. В качестве стандартных критериев жаропрочности выступают предел ползучести и предел длительной прочности. Кратковременные характеристики прочности – предел текучести и предел прочности могут рассматриваться как эмпирические параметры поведения материалов при длительных температурных выдержках, обеспечивая достоверность лишь в первом приближении.

Немаловажным фактором также является стабильность структуры, которая напрямую определяется режимом эксплуатации изделия, в том числе и в случае возникновения нештатных ситуаций – кратковременного нагрева в аустенитную область (т.е. выше температуры Ac_1), медленного охлаждения ниже температуры мартенситного превращения и последующего восстановления рабочего режима. Описанный эффект структурной метастабильности в процессе эксплуатации с образованием ферритной фазы вместо мартенсита обуславливает преждевременную деградацию стали и снижение прочностных свойств, что приводит к ускоренному разрушению изделия. Таким образом, степень распада аустенита по диффузионному механизму может служить индикатором жаропрочности стали.

В качестве метода, позволяющего контролировать превращение аустенита при охлаждении, использовали длительные термические выдержки с реализацией технологической схемы изотермической закалки. Исследование проводили на примере целого ряда экспериментальных ферритно-мартенситных сталей с 12 % хрома типа 12Х12М2БФР. Характерными параметрами диаграммы изотермического распада аустенита служили следующие величины: температура «носа» С-образной кривой начала распада, время инкубационного периода и критическая температура (точка) Ac_1.

На основании выполненных исследований в условиях изотермических выдержек было установлено, что кинетика распада переохлажденного аустенита имеет функциональный характер и может быть описана связью типа «один ко многим». В то же время для большого числа факторов, определяющих воздействие процесса изотермического распада аустенита на жаропрочность стали, четкая корреляционная зависимость с явно выраженной математической функцией прослеживается лишь в отдельных случаях. Например, предел текучести монотонно повышается в результате увеличения времени инкубационного периода γ-α превращения или снижения температуры «носа» С-образной кривой. При этом наблюдается закономерность – линейная зависимость между температурой «носа» С-образной кривой и критической температурой Ac_1 (рис. 1), описываемая уравнением $T_{min} = 0{,}86 \cdot Ac_1 + 5{,}70$ с коэффициентом достоверности аппроксимации 0,83.

Отсюда становится понятным, почему показатели кратковременной прочности $\sigma_{0,2}$ и σ_B снижаются при увеличении температуры Ac_1.

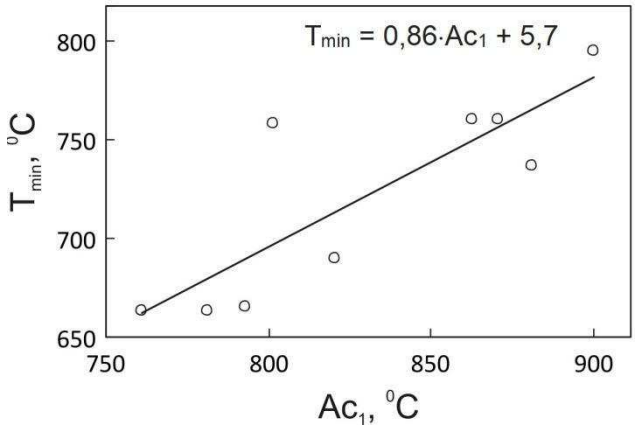


Рисунок 1 – Взаимосвязь температуры «носа» С-образной кривой распада аустенита (T_{min}) и критической точкой Ac_1

Температура Ac_1, характеризующая начало преобразования феррита в аустенит (α-γ превращения) при нагреве стали, тесно связана с уровнем ее легирования [1]. Косвенным подтверждением данного факта для экспериментальных ферритно-мартенситных сталей являются результаты исследований, свидетельствующие о том, что повышение концентрации ферритостабилизирующих элементов (Cr, Si, Mo, V, Nb, W, Ti) и, как следствие, увеличение содержания первичного δ-феррита в структуре вызывает рост температуры Ac_1.

Список литературы

1. Пикеринг Ф.Б. Физическое металловедение и разработка сталей. М.: Металлургия, 1982. - 184 с.

SPECIFIC FEATURES OF THE STRENGTH DISTRIBUTION STATISTICS OF HIGH-STRENGTH POLYMERIC MATERIALS

Boiko Yu.M.[1], Marikhin V.A.[1], Myasnikova L.P.[1], Moskalyuk O.A.[2]
[1]*Ioffe Physical-Technical Institute, St. Petersburg, Russia, E-mail: yuri.boiko@mail.ioffe.ru*
[2]*St-Petersburg State University of Industrial Technologies and Design, St. Petersburg, Russia*

Commercially available and lab-scale ultra-high-molecular-weight polyethylene (UHMWPE) gel-spun oriented fibres are promising materials of various applications such as armoured protection, pull ropes, cables, nets, sport articles, etc [1,2]. This is due to their high mechanical strength σ = 2-6 GPa that is similar to that of the high-strength inorganic materials such as carbon, glass and quartz fibres (σ = 6-7 GPa) [3,4].

Traditionally, five identical samples are tested to estimate an average value of σ (σ_{av}). However, such rather small number of measurements seems not to be sufficient to reliably estimate σ_{av} for the high-strength materials. Actually, these materials are brittle or quasi-brittle. For this reason, their fracture may occur occasionally by a rapid main crack propagation from the surface defects (e.g., kink bands) across the sample bulk [1,2], thus resulting in the marked increase in the data scatter. Therefore, a proper estimation of σ_{av} of such materials requires much more (some tens) fracture tests. Besides, the fracture mechanism should be taken into consideration.

In order to overcome this problem, the Weibull model has been proposed [5] and successfully used [3,4]. In Weibull statistics, the cumulative probability function $P(\sigma)$ describing the probability of failure of identical samples at or below stress σ is given by

$$P(\sigma) = 1 - \exp\left[-(\sigma / \sigma_0)^m\right] \qquad (1),$$

where m is the so-called Weibull modulus which is only a measure of dispersion in the data, and σ_0 is the scale parameter (corresponds to σ_{av}). In order to carry out the Weibull analysis, a set of test results should be converted into an experimental probability distribution by ordering them from the lowest strength to highest ones. The j-th result in the set of n samples is assigned a cumulative probability of failure (P_j). To calculate these probabilities, simple relationships $P_j = f(j, n)$, estimators, are used. One of the most correct of them is given [6] by

$$P_j = (j - 0.5) / n \qquad (2).$$

By rearranging and taking logarithm of both sides of Equation (1) twice and by replacing $P(\sigma)$ by P_j, the following Equation is obtained

$$\ln\ln[1 / (1 - P_j)] = m \cdot \ln\sigma - m \cdot \ln\sigma_0 \qquad (3).$$

Equation (3) represents a linear regression

$$y = a + bx \qquad (4),$$

where $y = \ln\ln[1 / (1 - P_j)]$, $b = m$, $x = \ln\sigma$, and $a = -m \cdot \ln\sigma_0$ is the intersect with the y axis (at x = 0). By estimating m as a slope of the curve $\ln\ln[1 / (1 - P_j)] = f(\ln\sigma)$ using a standard procedure of the linear regression analysis, one can further estimate the scale parameter σ_0 by solving Equations (5) and (6):

$$\ln\sigma_0 = -a / m \qquad (5)$$

$$\sigma_0 = \exp(-a / m) \qquad (6).$$

In Figure 1-a, the tensile strength shown in ascending order vs sample number for the oriented gel-spun single threads of ultra-high-molecular-weight polyethylene (UHMWPE) ultimately drawn to a very high draw ratio of 120 by using the multi-stage hot-zone drawing technique on a home-made device equipped with a pin heater [1]. Drawing was carried out in 5 stages by increasing the orienting stress and the drawing temperature in a step-wise manner. As is seen, the σ values are vary high, varying between 4 and 6 GPa. So, the scatter in the data seems to be rather broad. Therefore, the Weibull model seems to be appropriate for the analysis of the measured strength. The results of this analysis shown in Fig. 1-b reveal 2 slopes on the curve, indicating that the data scatter at low strengths (20% of the tested samples) is substantially smaller with respect to that at high strengths (80% of the tested samples). So, the Weibull analysis gives a deeper insight into the fracture mechanism

showing that the low-strength samples are "equally weak". By contrast, the data description in the framework of the Gauss model seems to be unsatisfactory (see Fig 1-c).

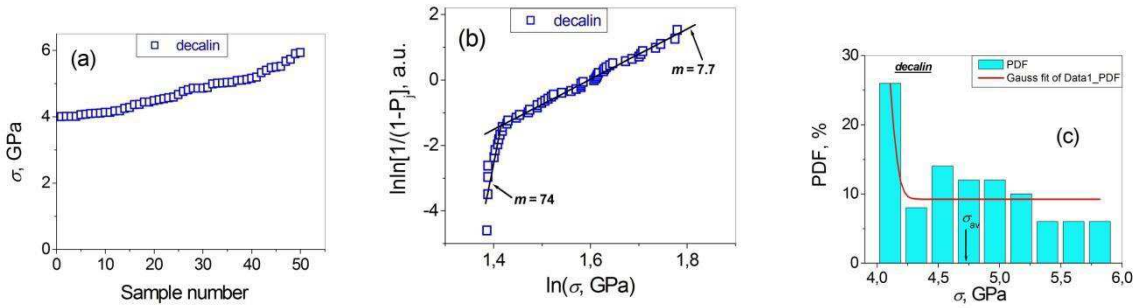


Figure 1 - (a) Tensile strength σ vs sample number shown in ascending order, (b) its Weibull plot, and (c) its Gauss plot (the probability density function, PDF, vs σ) for the oriented UHMWPE gel-spun single threads

If the above mechanism of fracture is true (the crucial role of a sudden accidental main crack propagation resulting in the premature fracture of the whole sample), the impact of this factor should be considerably reduced for the polyfilaments consisting of some tens, or even some hundreds of single fibers. In this case, a better presentation of the measured σ on a Gaussian plot is expected. Actually, the descriptions of the strength distribution for the quasi-brittle (strain at break $\varepsilon_b \approx 3\%$) oriented UHMWPE gel-spun polyfilaments consisting of 170 single fibres (see Fig. 2-a) are better both in the frameworks of the Weibull (see Fig. 2-b) and Gauss model (see Fig. 2-c) with respect to those for the single threads (see Fig. 1).

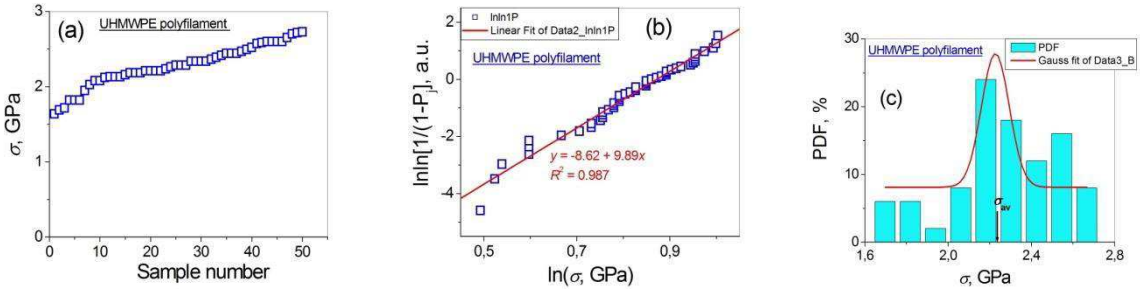


Figure 2 - (a) Tensile strength vs sample number shown in ascending order, (b) its Weibull plot, and (c) its Gauss plot for the oriented UHMWPE gel-spun polyfilaments

Basing on the above results, further improvements in the strength distribution of the high-strength polymeric materials can be received for the polyfilaments that are less brittle, i.e. by introducing a viscous deformation contribution. For this purpose, the polyfilaments of polyamide-6 (PA-6) consisting of 200 single filaments ($\varepsilon_b \approx 16\%$) has been chosen, and strength of 50 samples was measured (see Fig. 3-a). The results of the analysis have shown that, on one hand, the data can still be described within the framework of the Weibull model (see Fig. 3-b), despite this material is more ductile than the UHMWPE single threads and polyfilaments. On the other hand, as was expected, the measured strength can be described satisfactorily with a well-defined bell-shaped curve which is characteristic of the normal Gaussian distribution (see Figs. 3-c). So, to put differently, the strength distribution of the PA-6 polyfilaments demonstrate the dualism in the statistics behaviours. The latter consists in the possibility to describe the experimental results in the frameworks both of the Gaussian (by assuming that the defects are distributed uniformly among the polyfilaments of the sample) and Weibull statistics (since the material mechanical behaviour turned out to be intermediate between those of brittle and viscoelastic materials).

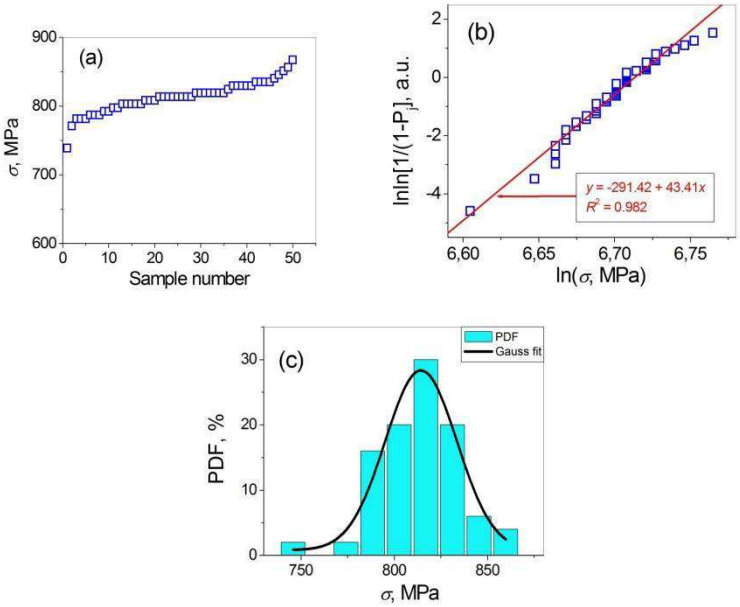


Figure 3 - (a) Tensile strength vs sample number shown in ascending order, (b) its Weibull plot, and (c) its Gauss plot for the oriented PA-6 polyfilaments

In conclusion, the distribution of the tensile strength of the high-strength UHMWPE gel-cast highly oriented single film threads and poly-filaments has been investigated by using the Weibull and Gauss statistical models on the basis of the large number of mechanical measurements (50 samples in a series). It has been shown that the tensile strength distribution of the oriented UHMWPE polyfilaments can be described both in the frameworks of the normal and of the standard Weibull distribution function while that of the ultimately drawn oriented UHMWPE single film threads cannot be described in the framework of the Gauss model. This difference in the fracture behaviours of the single threads and polyfilaments is attributed to the crucial role of a sudden accidental main crack propagation in the single thread resulting in the premature fracture of the whole sample. It has been shown that the strength distribution of the PA-6 polyfilaments demonstrate the dualism in the statistics behaviours consisting in the possibility to describe the experimental results in the frameworks both of the Gaussian and Weibull statistics. Our investigations of various high-strength polymeric materials have shown that the most proper type of distribution, Weibull's or Gaussian, is completely different, on one hand, for mono- and polyfilament samples, and, on the other hand, for quasi-brittle and viscoelastic materials. The results of this work indicate that, prior to the analysis of a data set of mechanical measurements by employing a certain statistical model, the fracture character (brittle, viscoelastic, or viscous) should be considered.

This work was supported by the Russian Foundation for Basic Research, Grant Number 18-29-17023mk.

References

[1] Marikhin VA, Myasnikova LP (1996) Structural basis of high-strength high-modulus polymers. In: Fakirov S (ed) Oriented Polymer Materials. Huthig & Wepf Verlag-Zug, Heidelberg, pp. 38-98.
[2] Boiko YuM, Marikhin VA, Myasnikova LP, Moskalyuk OA, Radovanova EI (2017) J Mater Sci 52:1727–1735. https://doi.org/10.1007/s10853-016-0464-9.
[3] Tanaka F, Okabe T, Okuda H, Kinloch IA, Young RJ (2014) Composites Part A 57:88–94. https://doi.org/10.1016/jcompositesa.2013.11.007.
[4] Baikova LG, Pesina TI, Kireenko MF, Tikhonova LV, Kurkjian CR (2015) Tech Phys 60:869–872. https://doi.org/10.1134/S1063784215060031.
[5] Weibull W (1951) J Appl Mech 18:293–297.
[6] Sullivan JD, Lauzon PH (1986) J Mater Sci Lett 5:1245–1247. https://doi.org/10.1007/BF01729379.

ПРИМЕНЕНИЕ БЕЗАБРАЗИВНОЙ УЛЬТРАЗВУКОВОЙ ФИНИШНОЙ ОБРАБОТКИ УЛУЧШЕНИЯ ШЕРОХОВАТОСТИ ПОВЕРХНОСТИ ДЕТАЛЕЙ АВИАТЕХНИКИ

Юркевич С.Н., Ващенко И.М., Юркевич-Потоцкая К.С.
ОАО «558 Авиационный ремонтный завод», Барановичи, Беларусь

Безабразивная ультразвуковая финишная обработка материалов (БУФО) достаточно известна. Применяется для упрочнения поверхности деталей, улучшения шероховатости поверхности. Преимуществом безабразивной ультразвуковой финишной обработки, по сравнению с известным методом алмазного выглаживания, является возможность упрочнения деталей с отверстиями, применение меньшего бокового давления на деталь, возможность упрочнения деталей не только из сталей, но также из титановых, алюминиевых и медных сплавов и получения на данных деталях низкой шероховатости поверхности. Сам процесс отличается простотой применения, низким энергопотреблением, высокой производительностью.

В данной работе рассмотрим применение БУФО с целью упрочнения поверхности деталей из титановых и алюминиевых сплавов, образцов из сталей 30ХГСА и 30ХГСН2А с отверстиями.

Режимы обработки и прочностные характеристики:

1. Образец № 1/2 (рисунок 1), с твердым хромом на стали 30ХГСН2А, с последующей шлифовкой и БУФО с двух сторон по разным режимам, при фиксированном прогибе на 0,5 мм выдерживает нагрузку 2943 Н (сторона а), 2639 Н (сторона б) с отсутствием трещин и отслоений на покрытии, при фиксированном прогибе на 1 мм выдерживает нагрузку 5483,8 Н (сторона а) при отсутствии трещин, 5748,7 Н (сторона б) с присутствием трещин шириной до 5 мкм на покрытии с локальными отслоениями от основы. Покрытие практически беспористое (до 5%).
2. Образец № 2/1 (рисунок 1) с покрытием «молочный + твердый» хром на стали 30ХГСН2А с последующей шлифовкой и выглаживанием при фиксированном прогибе на 0,5мм выдерживает нагрузку 2452,5 Н с присутствием трещин шириной до 5 мкм на покрытии, при фиксированном прогибе на 1 мм выдерживает нагрузку 4247,7 Н с отрывом и выкрашиванием покрытия, с присутствием трещин на стали. Средняя шероховатость со стороны трубы, из которой вырезаны образцы 0,331 Ra, исходной части трубы - 0,378 Ra. Покрытие плотное, практически беспористое, твердый хром сошлифован.
3. Образец № 3/2 (рисунок 1) без хрома из стали 30ХГСН2А с последующей шлифовкой и БУФО при фиксированном прогибе на 0,5 мм выдерживает нагрузку 1932,6 Н (образец 3/2-1), 3825,9Н (образец 3/2-2) при фиксированном прогибе на 1 мм с трещинами на стали, только со-шлифовкой (без БУФО) выдерживает нагрузку 1795,2 Н (образец № 3/2-5) при фиксированном прогибе на 0,5 мм, 3521,8 Н (образец 3/2-6) при фиксированном прогибе на 1 мм. Средняя шероховатость со стороны трубы, из которой вырезаны образцы после БУФО - 0,098 Ra, после шлифовки- 0,244 Ra.
4. Образец № 3/1 (рисунок 1) без хрома, после шлифования и выглаживания при фиксированном прогибе на 0,5мм выдерживает нагрузку 2060,1 Н с присутствием рваного края на стали, при фиксированном прогибе на 1 мм выдерживает нагрузку 4463,6Н с присутствием рваного края на стали. Средняя шероховатость со стороны трубы, из которой вырезаны образцы 0,246 Ra, исходной части трубы — 0.315 Ra.

Нагрузка при прогибе на заданную величину (F), величина прогиба (1), ширина раскрытия трещины (а), величина отслоения покрытия от основы (в), структура представлены в таблице 1.

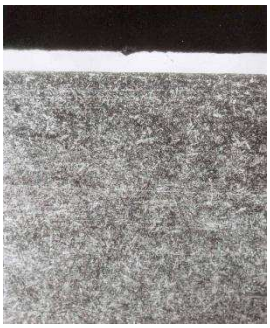
Таблица 1.

Наименование образца, обработка	№ образца	Толщина образца, мм	Толщина покрытия, мкм	Структура и состояние хромового покрытия и основы	Шероховатость, R_1а ср/. R_2аср., мкм	Величина прогиба, l, мм	Нагрузка при прогибе, F, Н
1/2, твердый хром, шлифование, БУФО	1/2-2а	5,0	25-35	Покрытие практически беспористое (до 5%)	0,160/0,488 - 0,500	0,5	2943
	1/2-6б	5,0	50-55	Покрытие практически беспористое (до 5%).		1	5748,7
2/1, хром молочный +твердый, шлифовка, выглаживание	2/1-1	5,0	10-20	Покрытие плотное, практически беспористое. Трещины на покрытии и в стали до 5 мкм	0,331-0,378	0,5	2452,5
	2/1-2	5,0	10-20	Покрытие плотное, практически беспористое. Отрыв и выкрашивание покрытия, трещины на стали		1	4247,7
3/2, контрольный, без хрома, шлифовка, БУФО Шлифовка без БУФО	3/2-1	4,5		Покрытие отсутствует	0,098	0,5	1932,6
	3/2-2	4,5		Покрытие отсутствует		1	3825,9
	3/2-5	4,5	-	Покрытие отсутствует	0,244	0,5	1795,2
	3/2-6	4,5	-	Покрытие отсутствует		1	3521,8
3/1, без хрома, шлифование, выглаживание	3-1	5,0	-	Рваный край основы	0,246/ 0,315	0,5	2060,1
	3-2-	5,0		Рваный край основы		1	4463,6

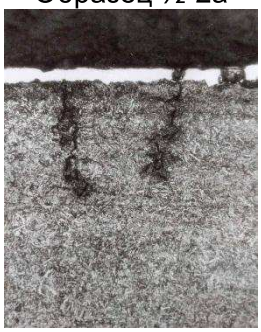
Примечание. * Шероховатость R_{1a} ср - средняя шероховатость со стороны трубы, из которой вырезаны образцы, R_2а ср. - средняя шероховатость исходной части трубы.



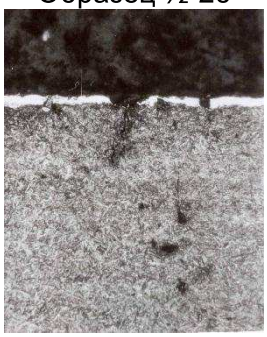
Образец ½-2а



Образец ½-2б



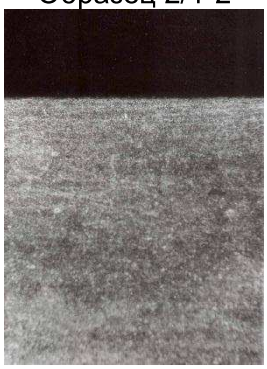
Образец 2/1-1



Образец 2/1-2



Образец 3/2-5



Образец 3/2-1

Рисунок 1 - Микрошлифы образцов, х200

Анализ результатов:

1. На образцах без хрома шероховатость поверхности лучше после обработки «шлифование + БУФО» (0,098 - 0,099 Ra при 0,244 Ra после шлифования), чем после «шлифования + алмазное выглаживание» (0,246 Ra при 0,315 Ra после шлифования).
2. Анализ дефектов показывает, что появление дефектов в виде отрыва и выкрашивание покрытий обуславливается качеством предыдущей обработки – качеством нанесения хрома и проведения шлифования, а не конечной – алмазного выглаживания или БУФО, или вида хрома («молочный + твердый» или «твердый»).
3. Трещины, видимые на основе образцов 2/1 и 2/2 являются дефектом материала, поскольку над частью трещин покрытие не разрушено.
4. На образцах с покрытием твердый хром параметры шероховатости поверхности после БУФО (0,160 Ra при 0.488- 0,500 Ra после шлифования обр. 1/2) лучше, чем параметры шероховатости после обработки алмазным выглаживанием 0,335-0,395 Ra обр. 3/1). Требования по шероховатости к обрабатываемым поверхностям от 0,2 до 0,8 Ra.
5. Обработка БУФО (образцы 3/2-1, 3/2-2) приводит к упрочнению материала по сравнению с обработкой шлифованием (образцы 3/2-5, 2/2-6). После обработки БУФО по твердому хрому образец 1/2-2а выдержал испытание на изгиб 1 мм без образования трещин на покрытии.

ВЛИЯНИЕ ФАЗОВОГО СОСТАВА И ЛОКАЛЬНОЙ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ НА ТРАНСПОРТНЫЕ СВОЙСТВА ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ ZrO_2-Gd_2O_3

Милович Ф.О.,[1] Ломонова Е.Е.,[2] Рябочкина П.А.,[3] Волкова Т.В.,[3] Табачкова Н.Ю.,[2] Агаркова Е.А.[4]

[1] Национальный исследовательский технологический университет "МИСиС", Москва, Россия Н.П. Огарева, Саранск, Россия

[2] Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН, Москва, Россия

[3] Национальный исследовательский Мордовский государственный университет

[4] Институт физики твёрдого тела РАН, Черноголовка, Россия

E-mail: filippmilovich@mail.ru

В настоящее время применение материалов на основе диоксида циркония в качестве твердого электролита для твердооксидных топливных элементов (ТОТЭ) связано с необходимостью решения целого ряда научных и технологических проблем. Одна из них получение материалов с повышенной проводимостью в диапазоне средних температур (500-700 ^oC), а также повышение стабильности электрофизических характеристик твердого электролита при рабочих температурах в течение длительного времени. В соответствие с этим, выявление различных факторов таких, как фазовый состав и локальная кристаллическая структура, влияющих на величину кислород-ионной проводимости твердых растворов на основе диоксида циркония, является актуальной темой исследования.

Выполнены комплексные исследования фазового состава и локальной структуры кристаллов диоксида циркония, стабилизированного оксидом гадолиния в широком диапазоне составов от 2.7 до 38 мол.% Gd_2O_3 и установлено влияние Gd_2O_3 на транспортные характеристики кристаллов этих твердых растворов.

Присутствие трансформируемой t и нетрансформируемой t` тетрагональных фаз установлено в кристаллах диоксида циркония, частично стабилизированных оксидом гадолиния, с концентрацией 2.7 и 3.6 мол.% Gd_2O_3, методом рентгеновской дифракции и определены параметры их кристаллической структуры.

Наличие двойниковой структуры, образующейся при переходе высокотемпературной кубической фазы в тетрагональную фазу, показано в кристаллах ZrO_2 с содержанием 8 мол.% Gd_2O_3, при их исследовании методами просвечивающей электронной микроскопии и спектроскопии комбинационного рассеяния света. Установлено, что двойниковая структура отсутствует при таком же содержании оксида иттрия в кристаллах ZrO_2-8 мол.% Y_2O_3, а структура кристаллов соответствует структуре t´´-фазы.

Исследования особенностей их локальной кристаллической структуры были проведены с использованием методов оптической спектроскопии. В качестве спектроскопического зонда использовался Eu_2O_3. Установлено, что локальная структура твердых растворов ZrO_2-Gd_2O_3 определяется, главным образом, концентрацией стабилизирующих оксидов Gd_2O_3. Показано, что снижение величины ионной проводимости в интервале концентраций стабилизирующих оксидов выше 12 мол.% Gd_2O_3 обусловлено увеличением относительной доли катионов Gd^{3+} с кислородной вакансией в ближайшем кристаллическом окружении, а в интервале концентраций выше 20 мол.% Gd_2O_3 уменьшению величины ионной проводимости способствует образование двух анионных вакансий в ближайшем кристаллическом окружении ионов Gd^{3+}.

Работа проведена при поддержке гранта РНФ (№ 18-79-00323).

ПОЛЯРИЗАЦИОННЫЕ СВОЙСТВА ЖИДОКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ ЯЧЕЙКИ СО СКРУЧЕННОЙ ОРИЕНТАЦИЕЙ МОЛЕКУЛ

Эгамов М.Х.
Горно-металлургический институт Таджикистана, Бустон, Республика Таджикистан, egamov62@mail.ru

Жидкокристаллические материалы широко применяются в портативных компьютерах, цифровых часах, микроволновых печах, и в электронных устройствах специального назначения. Пространственные жидкокристаллические (ЖК) модуляторы света используются при промышленном изготовлении проекторов. Функционирования таких устройств основано на принципе изменения состояния поляризации падающего светового излучения с помощью управляющего напряжения. На основе жидких кристаллов разработаны также другие устройства управления оптическим путем для целей межкомпонентных соединений, создания проекционных дисплеев, изготовления перестраиваемых линз и обработки изображений. Наиболее перспективными из таких устройств являются устройства призматического типа. Известно, что тщательно подобранная ЖК-решетка может давать в первом порядке дифракции 100%-ную эффективность [1]. Поэтому они претендуют на ведущую роль там, где требуются селекция длин волн и высокоэффективное управление лазерными пучками. Существует множество трюков и методов изготовления ЖК-призм и дифракционных решеток. Однако изготовление таких дефлекторов и механизмы управления ими являются достаточно сложными [2]. В настоящей работе предлагается простой способ применения жидкокристаллической ячейки со скрученной ориентацией молекул нематика в качестве спектрального секционного элемента, где используются только его поляризационные свойства.

Нематическая структура со скрученной ориентацией состоит из тонкой жидкокристаллической пленки, диспергированной между двумя параллельными стеклянными пластинками. Поверхности этих пластинок обрабатывались таким способом, чтобы молекулы в пленке были ориентированы параллельно этим поверхностям, но чтобы в пределах толщины пленки поворачивались на 90^0. Когда на пленку падает световое излучение с поляризацией, параллельной выделенному на входной поверхности направлению, то после прохождения пленки по всей ее толщине плоскость поляризации светового излучения также поворачивается на 90^0. В случае, когда напряжение к ячейке не подается (E=0), то свет поляризуется таким способом, чтобы он мог пройти сквозь эту ячейку. При приложении напряжении (E>0), молекулы в ЖК-ячейках изменяют свою ориентацию пропорционально приложенному напряжению вплоть до углов в 90^0, блокируя тем самым прохождение светового излучения. Путем варьирования подачи соответствующего напряжения, можно получить любую степень пропускания света. Оптические характеристики определялись в виде переменной φ, характеризующей комплексной степени поляризации и зависящей от начальной поляризации светового излучения φ_0 и пути прохождения света через пленки z следующей формулой:

$$\varphi(z,\varphi_0)=\frac{(\beta-i\alpha\cdot tg\beta z)\varphi_0+(-jg_0\cdot tg\beta z)}{(-jg_0\cdot tg\beta z)\varphi_0+(\beta+j\alpha\cdot tg\beta z)}\cdot\exp j2\alpha z \qquad (1)$$

где

$$\alpha=\frac{2\pi}{p}$$

$$\beta=\frac{\Delta k}{2}\left\{\left(\frac{2d}{k}\right)^2+1\right\}^{1/2}$$

$$g_0=\frac{\Delta k}{2}$$

p – шаг спиральной структуры скрученной ориентации ЖК-молекул; k – постоянная распространения световой волны через ячейки; Δk – разность между главными значениями постоянных распространения НЖК. Для скрюченной НЖК при линейной поляризации падающего светового излучения принимаем φ_0=-1, тогда для структуры со скручиванием на прямой угол $\pi/2$ поляризация на выходе ячейки может быть получена путем приравнивания z к толщине пленки:

$$z = \frac{p}{4} = d$$

Тогда получаем

$$\varphi = \frac{\left(1+x^2\right)^{1/2} - j\left(1+x\right)tg\frac{\pi}{2}\left(1+x^2\right)}{\left(1+x^2\right)^{1/2} + j\left(1-x\right)tg\frac{\pi}{2}\left(1+x^2\right)^{1/2}} \cdot \left(-1\right) \qquad (2)$$

где

$$x = \frac{d\Delta k}{\pi} = \frac{2d\Delta n}{\lambda}$$

и Δn – разность между главными значениями показателя преломления НЖК. Выражение (2) задает эллиптическую поляризацию светового излучения. Предположим, что $\varphi=Z+jY$ описывает параметры эллипса поляризации с эллиптичностью ε, который наклонен под углом Θ к направлению, повернутому на прямой угол 90^0, тогда

$$\theta = \frac{1}{2}\arg\varphi = \frac{1}{2}ctg\frac{Y}{X} \qquad (3)$$

и

$$\varepsilon = \frac{|\varphi|-1}{|\varphi|+1} = \frac{\left(X^2+Y^2\right)^{1/2}-1}{\left(X^2+Y^2\right)^{1/2}+1} \qquad (4)$$

Зная геометрию эллипса, получим отношение интенсивностей компонент светового излучения, поляризованных параллельно и перпендикулярно направлению директора (преимущественная ориентация молекул жидкого кристалла):

$$R = tg\left[0{,}5\cos ec\left\{\frac{1-\sin^2 2\left(ctg\varepsilon\right)}{1+tg^2 2\theta}\right\}^{1/2}\right] = \frac{\sin^2\frac{\pi}{2}\left(1+x^2\right)^{1/2}}{\left(1+x^2\right)-\sin^2\frac{\pi}{2}\left(1+x^2\right)^{1/2}} \qquad (5)$$

тогда коэффициент пропускания для светового излучения, поляризованного параллельно направлению директора, определяется формулой,

$$T = \frac{\sin^2\frac{\pi}{2}\left(1+x^2\right)^{1/2}}{1+x^2} \qquad (6)$$

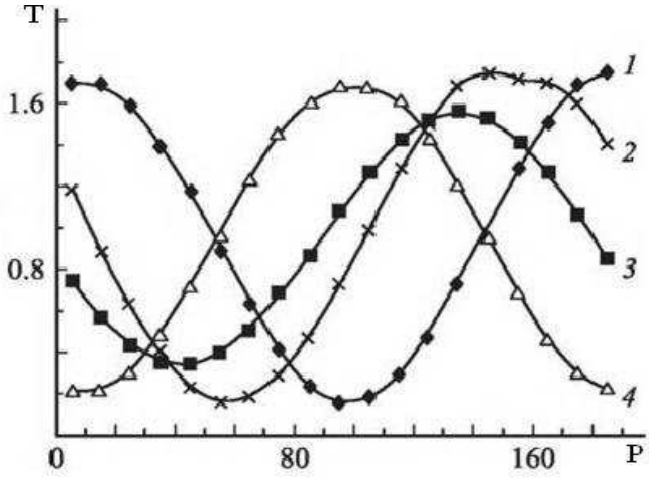


Рисунок 1 - Зависимость коэффициента светопропускания скрученной НЖК от степени поляризации при различных значениях напряжении: 1–0В; 2–3В; 3–4В; 4–5В

В наших опытах была использована скрученная нематическая жидкокристаллическая ячейка с 90^0-ной спиральной геометрией, толщиной 10 мкм и управляющим напряжением от 0 до 5В. Управляющее напряжение подавалось от лабораторного питающего устройства, которое обеспечивало ступенчатую регулировку напряжения с шагом 5 мВ. Источниками света служили He-Ne лазер, излучающий на длине волны 633 нм. ЖК-ячейка освещался линейно поляризованным световым излучением от He-Ne лазера мощностью 5 мВт. Первоначально поляризация падающего лазерного излучения выбиралась при помощи поляроида такой, чтобы излучения не проходила сквозь ЖК-ячейки. В результате поляризация пучка лазерного излучения от He-Ne лазера устанавливалась вертикально, а поляризация на выходе ЖК-ячейки - горизонтально. Затем изучалось состояние поляризации светового излучения, прошедшего сквозь скрученной НЖК при различных напряжениях. С помощью анализатора при конкретном значении напряжения определялось состояние поляризации ЖК-ячейки. На рис.1 показана зависимость прошедшего сквозь скрученной ЖК-ячейки светового излучения с длиной волны 633 нм от степени поляризации разных значений напряжений. Как видно, поляризация подчиняется закону Малюса. Очевидно, что наши результаты согласуются с предсказаниями теории [3], в котором построена кривой зависимости коэффициента пропускания T от Θ, характеризуемой уравнением (6).

Литература

1. Ren H., Fan Y.H., Wua S.T. //Appl. Phys. Lett. - 2003. - Vol.82. – P. 3168-3170.
2. Wang X., Wilson D., Muller R., Psaltis D. //Appl. Opt. - 2000. - Vol. 39. – P. 6545-6555.
3. McMundy J.W., Crawford G.P., Jay G.D. // Mol.Cryst.Liq. Cryst. – 2007. - Vol.46. - P. 1896-1910.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ НА ФАЗОВЫЙ И ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКИЙ СОСТАВ СИНТЕЗИРУЕМЫХ АЛЮМООКСИДНЫХ ПОРОШКОВ

[1]Ильющенко А.Ф., [2]Судник Л.В., [2]Лученок А.Р., [2]Ткачук В.С., [2]Рудницкий К.Ф., [3]Мазалов Д.Ю.

[1]Институт порошковой металлургии имени академика О.В. Романа, ул. Платонова, 41, 220005 г. Минск, Беларусь

[2] ОХП «Научно-исследовательский институт импульсных процессов с опытным производством», ул. Платонова 12б, Минск, Беларусь

[3]ООО «Энерготех», г. Москва.

Быстрое развитие в сфере высокотехнологичных керамических изделий с новыми и многообещающими применениями в широких областях привело к созданию не только различных способов формования и спекания, но также и способов и технологий получения порошков с новыми функциональными возможностями. Можно отметить постоянно растущий интерес исследователей к получению дисперсных фаз, состоящих из твердых микрочастиц. Образование таких микрочастиц часто можно рассматривать как результат самоорганизации наночастиц соответствующих твердых фаз, возникающих и взаимодействующих между собой в условиях избытка подводимой извне тепловой энергии.

Алюмооксидные ультра- и нанодисперсные порошки обладают такими характеристиками, как низкая плотность, высокое отношение поверхности к объему, а также низкий коэффициент теплового расширения и преломления, это делает их привлекательными для многих применений, таких как катализаторы, покрытия различного рода для поверхностей и др. Высокая площадь поверхности нано- и ультрадисперсных порошков является преимуществом для сенсоров.

Известны многочисленные способы получения ультрадисперсных и наноразмерных порошков, однако в последние годы упор все же делается на химические способы синтеза, позволяющие получать неагломерированные порошки заданного химического, гранулометрического состава определенной морфологии, способы, позволяющие осуществлять разработку индустриальных технологий в широких масштабах, на основе доступного, недорогого сырья и химикатов. Наиболее универсальным способом синтеза прекурсоров композиционных материалов является метод, основанных на сжигании алюминия в водных средах в условиях высоких температур и давлений. При этом вводится понятие сверхкритического состояния.

Сверхкритическое агрегатное состояние вещества впервые было установлено французским естествоиспытателем Каньяр де ла Тур в 1822 году при нагревании жидкостей в закрытых металлических шарах, что приводило к одновременному росту температуры и давления. Для исследованных жидкостей были определены соответствующие значения критической температуры, при которой происходило резкое изменение свойств вещества.

Современные представления трактуют сверхкритическое состояние как наличие свободных молекул и многочисленных слабо связанных кластеров молекул. Расстояния между присутствующими в сверхкритической фазе частицами (молекулами и кластерами) значительно больше, чем в классической жидкости, но намного меньше, чем в обычных газах. Внутри кластеров молекулы располагаются хаотическим образом, то есть вовсе не так, как они располагаются в настоящей жидкой фазе данного вещества. Энергия взаимодействия молекул в кластерах очень невелика. В то же время скорости, с которыми отдельные молекулы входят в кластеры и покидают их очень высоки. Отсюда вытекает низкая вязкость и одновременно высокая

диффузионная способность сверхкритической среды. Обе характеристики исключительно важны и лежат в основе практического использования вещества в сверхкритическом состоянии.

Важно также, что растворимость как жидких, так и твердых веществ в сверхкритических средах является функцией давления: чем выше давление, тем выше растворимость твердых веществ в сверхкритических средах. В диапазоне сверхкритического состояния эта зависимость плавно меняется, в то время как при переходе сверхкритической точки растворимость твердого вещества падает почти до нуля (среда переходит в классический газ, в котором твердые вещества не растворяются).

Изучение процесса синтеза оксидно-гидроксидных порошков показало, что при сжигании алюминиевого порошка в водных средах при давлении 10-15 МПа и температуре 270-320 °С происходит экзотермическая реакция:

$$2\ Al + 2\ H_2O = 2\ AlOOH + H_2 + тепло$$

Синтезированные порошки, представляющие собой агломераты до 1 – 5 мкм, которые состоят из нанокристаллов. Изучена скорость реакций синтеза в зависимости от pH, температуры и давления. Определены эффективные константы и энергии активации синтеза.

Синтезированные порошки нашли применение в производстве новых типов керамики и композитных материалов, катализаторов, теплоизоляционных, защитных и других материалов.

Областями применения полученных порошков могут стать:

- получение огнеупорных материалов и покрытий;
- материалы для оптических, микроволновых и магнитооптических изделий;
- катализ, газовая сенсорика, процессы сорбции и др.

ВЛИЯНИЕ СПОСОБА ФОРМОВАНИЯ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА АЛЮМОМАТРИЧНЫХ КОМПОЗИТОВ

Ильющенко А.Ф. [1], Судник Л.В. [2], Лученок А.Р. [2], Рудницкий К.Ф.[2]
[1]Институт порошковой металлургии имени академика О.В. Романа, ул. Платонова, 41, 220005 г. Минск, Беларусь
[2] ОХП «Научно-исследовательский институт импульсных процессов с опытным производством», ул. Платонова 12б, Минск, Беларусь

Развитие современной науки и техники предъявляет повышенные требования к материалам конструкционного и функционального назначения, в том числе к условиям эксплуатации, главными из которых являются обеспечение максимальной прочности и жесткости конструкций при минимальных весовых характеристиках, высоких износостойкости и несущей способности, максимальной ударной вязкости в широком диапазоне температур, трибологических свойств, высокой усталостной прочности.

Значительные успехи в этой области были достигнуты с развитием композиционных материалов с металлической матрицей, упрочненной наноструктурированными добавками. По сравнению с традиционными алюминиевыми сплавами, композиционные материалы на их основе отличаются более высокими значениями физико-механических свойств, что обеспечивает им конкурентные преимущества в ряде отраслей науки и техники.

Широкое применение алюминиевых сплавов в качестве матричных сплавов обусловлено тем, что для них характерны высокие показатели теплопроводности, теплоемкости и коррозионной стойкости, высокие технологические свойства, в том числе возможность широкого варьирования механических свойств за счет выбора систем легирования и режимов термических и термомеханических обработок, литейные свойства, обрабатываемость резанием и совместимость с дискретными наполнителями. Кроме того, алюминиевые сплавы характеризуются разнообразием интерметаллидных фаз, образующихся при взаимодействии с другими металлами.

Свойства разрабатываемых композиционных материалов могут варьироваться в широких пределах в зависимости от объемного содержания и морфологии компонентов. Перспективным направлением в плане совершенствования композиционных материалов является разработка составов и технологий получения их с наноразмерными частицами. Это связано с тем, что нанокомпозиты могут в потенциале совместить все преимущества наноматериалов и композитов и продемонстрировать более высокий уровень эксплуатационных характеристик.

Целью проведенных исследований являлось определение влияния импульсного прессования на структуру и свойства алюмоматричных материалов для получения аргументов в пользу перспектив выбранных технологий получения нанокомпозитов высокой плотности.

Материалы и методика исследований. Уплотнению подвергались наноструктурированные ультрадисперсные керамические порошки и их смеси с алюминиевыми порошками. В основе технологии синтеза алюмооксидных порошков лежит процесс сверхкритического водного окисления в условиях повышенных температур и давлений.

Экспериментальные данные и обсуждение результатов. В зависимости от условий протекания окисления металлического алюминия водой могут реализовываться три реакции, по которым образуются различные твердые продукты и выделяется различное количество тепла, на единицу массы реагирующего металла.

Разрабатываемый способ получения гидрооксида или оксида алюминия заключается в том, что из мелкодисперсного алюминия готовят суспензию порошковообразного алюминия в воде. Суспензию непрерывно подают в реактор высокого давления, где суспензию порошковообразного алюминия распыляют в водупри повышенных температуре и давления. В реакторе при до- или сверхкритических параметрах воды в поверхностных слоях частиц алюминия происходит образование новой фазы (гидроксида алюминия) с увеличением объема в

два раза. При возрастании механических напряжений на границе фаз выше критических происходит отрыв новообразований от частицы алюминия. В результате частицы алюминия (размером до 20 мкм) превращаются в наноструктурированный бемит (размер до 50 нм). Следует иметь ввиду, что вследствие большой удельной поверхности наночастицы склонны к агрегации.

Гидроксид алюминия AlOOH (бемит) полученный методом гидротермального синтеза содеожит основное вещество до 99,995 %, имеет размер кристаллов не более 50 нм, истинная плотность не более 3,06 г/см^3.

Содержание основного вещества в оксиде алюминия, полученного термообработкой бемита, достигается 99,995 %, размер кристаллов не более 50 нм, истинная плотность не менее 3,95 г/см^3[1].

Процессы традиционной порошковой металлургии, включающие операции прессования и последующего спекания, как правило, приводят к частичному плавлению и рекристаллизации матричных зерен в процессе спекания.

Перспективным методом получения изделий из порошков является метод импульсного компактирования с использованием энергии бризантных взрывчатых веществ. Практическое применение импульсного воздействия позволяет получать изделия из различных порошков высокой (до 99 %) плотности. Однако нанопорошки размером частиц порядка 2-20 нм обладают огромной удельной поверхностью (250-300м^2/г) и адсорбционной способностью. Поэтому при импульсном компактировании, сопровождаемом сильным разогревом материала [2] и расширением адсорбированных на поверхности наночастиц веществ, происходит разуплотнение и разрушение изделия.

Нами рассмотрены возможности двухстадийной технологии получения материалов и изделий, включающей импульсное гранулирование [3] и последующее компактирование гранулированного материала. При этом за счет высоких давлений, развиваемых в процессе импульсного воздействия и сдвиговых деформаций обеспечивается высокая прочность межчастичных связей и возможность исключения операции спекания прессовок.

В общем случае для армирования применяют частицы (или волокна) карбида кремния, оксида алюминия, борида титана, карбида бора и т.п., в результате чего достигают увеличение прочности и повышение значения модуля Юнга. Прочность получаемых композиционных материалов зависит от объемной доли упрочняющих частиц, которые обычно вводят (методом порошковой металлургии или перемешивают с расплавленным металлом) в алюминиевый сплав в количестве 10÷50 % и получают композиционные материалы с пределом прочности 500÷620 МПа, плотностью 2840÷2940 кг/м^3.

В реализованных композитах размеры структурных элементов - керамических частиц и металлических зерен - находятся в пределах от 0.1 до 50 мкм. В сущности, эти композиты представляют собой механическую смесь, а их поведение хорошо описывается дислокационной теорией прочности. При деформации композиционного материала зародившиеся в его зернах дислокации не в состоянии перерезать более прочные частицы и поэтому вынуждены обходить их неконсервативным путем, затрачивая определенную энергию. Ключевым фактором в этом процессе является не прочность самих частиц, а состояние поверхности между частицей и металлической матрицей. Если параметры кристаллических решеток керамической частицы и металлической матрицы сильно различаются (в этом случае говорят, что решетки несопряженные), то разрушение происходит по границам раздела между частицами и матрицей [3].

В наноструктурных композиционных материалах уменьшение размеров зерен металлической матрицы и керамических частиц до нанометровых приводит к изменению физических механизмов деформации и разрушения наноматериалов. Поскольку зарождение и движение дислокации в наноструктурных элементах материала (зернах, частицах) не реализуются, то его деформация происходит путем проскальзывания зерен металлической матрицы относительно друг друга. Роль упрочняющих частиц в этом случае сводится к тому, что они:

а) при изготовлении наноструктурного композита при термической обработке замедляют рекристаллизацию металлической матрицы;

б) при воздействии на нанокомпозит механической нагрузки препятствуют проскальзыванию металлических зерен относительно друг друга, являясь своеобразными механическими «стопорами».

Полученный наноструктурный композиционный материал состоит из сплава алюминия с размерами зерен от 5 до 150 нм, преимущественно 44÷60 нм, и 10 % вес. упрочняющих наночастиц Al_2O_3.

Установлено что, твердость наноструктурного композиционного материала, состоящего из зерен алюминиевого сплава марки и 10% частиц Al_2O_3, измеренная по Виккерсу при нагрузке 2,942 Н, составила 288,7÷233,3 HV (2830÷2290 МПа), а плотность - 2640÷2650 кг/м3. Прочность полученного композиционного материала находится в пределах 763÷1048 Мпа, что позволяет считать предложенные методы получения ультрадисперстного порошка и наноструктурированного материала эффективным.

Эффективность разработанной технологии подтверждена и для материалов и изделий из композиций Cr+5% нанокерамических частиц, TiAl +3-5% нанокерамических частиц и др. диаметром 80-100 мм с относительной плотностью порядка свыше 90%.

Литература

1. Функциональные материалы на основе наноструктурированных порошков гидроксида алюминия / П.А. Витязь [и др.] – Минск: Беларуская навука, 2010. – 183 с.

2. Роман О.В., О возможности определения температуры нагрева пористых тел при взрывном нагружении [текст]: И.М. Пикус, О.В. Роман, ФГВ 1974 №5, с 782-785.

3. Патент РБ №13614 РБ «Способ получения поликомпонентных гранул из разнородных порошков».

ЗАКОНОМЕРНОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ МИКРОТВЕРДОСТИ ФАЗЫ БРОНЗЫ В МУЛЬТИМОДАЛЬНОМ ПОКРЫТИИ, ПОЛУЧЕННОМ ЛАЗЕРНОЙ НАПЛАВКОЙ

Девойно О.Г., Кардаполова М.А., Луцко Н.И., Лапковский А.С.
БНТУ, г. Минск, Республика Беларусь, e-mail: nilucko@tut.by

В связи с практическим исчерпанием пределов упрочнения однокомпонентных материалов значительно возрастает роль композиционных материалов, в том числе композиционных упрочняющих покрытий. Особенно высокие физико-механические свойства показывает такой вид композиционных покрытий, как мультимодальные покрытия [1, 2]. Модой считается значение какого-либо признака (размера частиц упрочняющей фазы, величины пористости, вида материала), которые встречаются наиболее часто. Если имеют место несколько значений какого-либо признака, имеющие одинаковую частоту повторения, то покрытие является мультимодальным.

Лазерная наплавка имеет ряд преимуществ перед другими методами упрочнения, связанных с небольшими размерами наплавляемых валиков, минимальным перемешиванием материалов покрытия и подложки, хорошим сцеплением валиков друг с другом и с возможностью выбора режимов нанесения в широком диапазоне [3]. Эти свойства лазерной наплавки позволяют использовать ее для нанесения мультимодальных покрытий, путем чередования валиков из разнородных материалов. Такие покрытия могут использоваться как для упрочнения, так и для восстановления поверхностей деталей [4, 5].

Схема поперечного сечения такого покрытия, в котором чередуются валики из различных материалов, показана на рисунке 1.

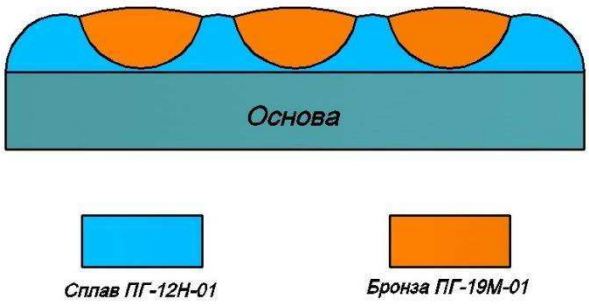
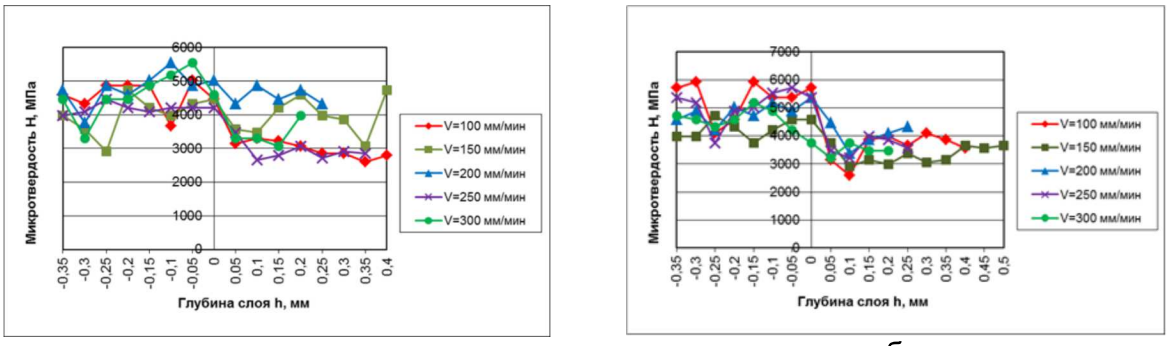


Рисунок 1 – Схема поперечного сечения мультимодального покрытия полученного чередованием валиков из различных материалов

В данной работе нами предпринята попытка исследовать распределение микротвердости в единичных валиках из бронзы ПГ-19М-01, наносившихся как составляющая мультимодаоьного покрытия, и выявить влияние режимов лазерной наплавки на величину микротвердости.

Для выполнения исследований применялся лазерный технологический комплекс, включавший газовый CO_2 лазер непрерывного действия типа «Комета 2» с мощностью излучения 1000 Вт и координатную систему с числовым программным управлением, обеспечивавшую необходимое перемещение наплавочной головки относительно наплавлявшихся образцов. Лазерная наплавка производилась при дистанциях наплавки 10, 12 и 14 мм, скоростях наплавки 100, 150, 200, 250 и 300 мм/мин, величине подачи порошка 12 г/мин. Наплавка выполнялась на образцы, изготовленные из стали 45, имевшие размеры 20х30х8 мм. В качестве наплавочного материала использовался порошок алюминиевой бронзы – ПГ-19М-01, имевший грануляцию 20-80 мкм.

После наплавки образцы разрезались в направлении перпендикулярном валикам наплавки, затем изготавливались поперечные шлифы валиков наплавки и производился замер микротвердости по глубине валиков. Измерения микротвердости производились при помощи микротвердомера ПМТ-3 при нагрузке 100 г по линии симметрии валиков из основы к поверхности покрытия с шагом 0,05 мм. Результаты для дистанций наплавки 12 и 14мм приведены на рисунке 2.

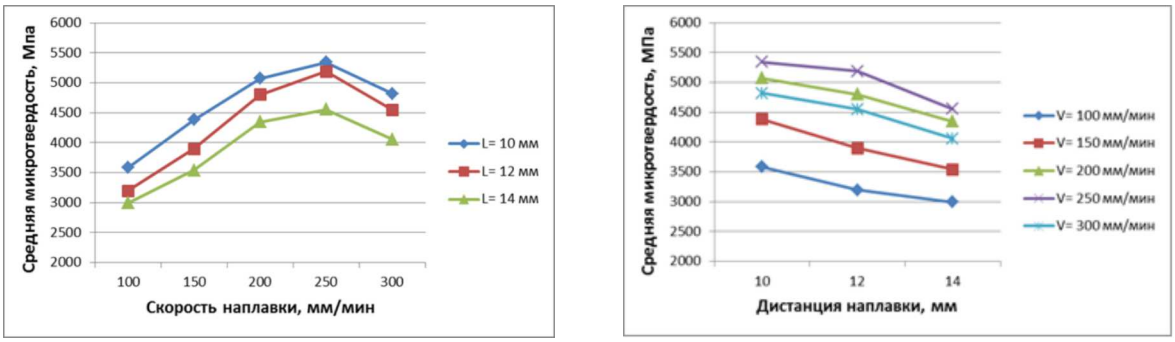


а б

Рисунок 2 - Распределение микротвердости по глубине валика из бронзы ПГ-19М-01: а -при дистанции наплавки 12 мм; б – при дистанции наплавки 14 мм

Полученные результаты позволяют отметить следующее:

- При переходе из основы в покрытие наблюдается некоторое снижение микротвердости, которое увеличивается с увеличением дистанции наплавки, что свидетельствует о том, что величина переходной зоны уменьшается при росте дистанции наплавки;
- По глубине наплавленных валиков из бронзы ПГ-19М-01 микротвердость распределена достаточно равномерно при всех дистанциях наплавки, что говорит о равномерном перемешивании наплавляемого материала покрытия в ванне расплава. Небольшие колебания микротвердости по глубине валиков из бронзы свидетельствуют также о равномерном распределении фаз в покрытии;
- Наблюдается некоторое снижение микротвердости в валиках из бронзы ПГ-19М-01 при увеличении дистанции наплавки, что связано с изменением положения фокуса лазерного излучения относительно поверхности наплавки и разными условиями нагрева-охлаждения;
- Наивысшая микротвердость (5300 Мпа) отмечается при скорости наплавки 250 мм/мин и дистанции наплавки 10 мм;
- При скорости наплавки 100 мм/мин и дистанции наплавки 14 мм уровень микротвердости достаточно низок и составляет порядка 3000 Мпа.



а б

Рисунок 3 - Зависимость средней микротвердости в валиках из бронзы ПГ-19М-01 от скорости наплавки (а) и дистанции наплавки (б)

На рисунке 3а приведена зависимость средней микротвердости в валике бронзы ПГ-19М-01 от скорости наплавки. При малых скоростях наплавки и, соответственно, большом энерговкладе в валиках из бронзы образуется достаточно крупнозернистая структура с низкой микротвердостью. С ростом скорости наплавки и уменьшением энерговклада в валики, величина зерна уменьшается, а микротвердость растет. При скорости наплавки 250 мм/мин формируется оптимальная зернистость структуры и наблюдается максимальная микротвердость. С увеличением скорости наплавки из-за уменьшения энерговклада в покрытие в нем создаютя условия неполного сплавления материала валиков по границам зерен и микротвердость уменьшается.

На рисунке 3б показаны зависимости средней микротвердости в валиках из бронзы ПГ-19М-01 от дистанции наплавки. С увеличением дистанции наплавки изменяются условия поглощения энергии лазерного излучения потоком порошка и материалом покрытия. С увеличением дистанции наплавки, как видно из рис 3б, микротвердость валиков из бронзы ПГ-19М-01 снижается.

Таким образом, можно сделать следующие выводы:

- Валики, полученные лазерной наплавкой алюминиевой бронзы ПГ-19М-01, отличаются равномерным распределением микротвердости по глубине валика. Максимальная величина средней для всех использовавшихся режимов микротвердости составляет 5300 Мпа, а минимальная – 3000 Мпа.

- Величина переходной зоны между покрытием и подложкой для валиков из бронзы ПГ-19М-01 зависит от скорости наплавки. При малой скорости наплавки переходная зона достаточно большая. С увеличением скорости наплавки переходная зона уменьшается. Тем не менее, при всех скоростях наплавки сохраняется металлургическая связь материала валиков с подложкой.

- Зависимости средней микротвердости материала валиков от скорости наплавки показывают, что максимальная микротвердость достигается при скорости наплавки 250 мм/мин. При больших и меньших скоростях наплавки микротвердость материала валиков уменьшается.

- Приемлемой дистанцией наплавки, с точки зрения наивысшей микротвердости следует считать дистанцию наплавки 10 мм.

Полученные в работе результаты могут быть использованы при нанесении мультимодальных покрытий из разнородных материалов методом лазерной наплавки.

Список использованной литературы

1. Ratajski, J. Mechanical properties of antiwear Cr/CrN multimodule coatings/ J. Ratajski , A. Gilewicz, P. Bartosik, L. Szparaga// Archives of Materials Science and Engineering. – 2015. – V. 75. - I. 2. – P. 35-45.

2. Gilewicz, A. The properties of multi-module and gradient coatings base on CrN/CrCN deposited on nitride 4140 steel/ A.Gilewicz, R. Olik, L. Szpraga, J. Ratajski// Problemy Eksploatacji – Maintenance Problems. – 2014. – I. 3. – P. 27-43.

3. Vilar, R. Laser cladding/ R. Vilar// Journal of laser applications. – 1999. – V. 11. – I. 2. - P. 64-79.

4. Лазерные технологии обработки материалов: современные проблемы фундаментальных исследований и прикладных разработок/ Под ред. В.Я. Панченко. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2009. – С.664.

5. Шишковский И.В. Лазерный синтез функционально-градиентных мезоструктур и объемных изделий. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2009, - С. 424.

THE EFFECT OF RELAXATION AND PREHISTORY ON THE BEHAVIOR OF THE STRUCTURAL ORDER PARAMETER IN THE COURSE OF PLASTIC TWISTING

Zavorotnev Yu.D. [a], Metlov L.S. [a], Zakharov A.Yu. [b]
[a]*Donetsk Institute for Physics and Engineering,*
Donetsk, 83114, Ukraine, zavorotnev.yurii@mail.ru
[b]*Yaroslav-the-Wise Novgorod State University*
Veliky Novgorod, 173003, Russia

When a plastic deformation of any type is applied, four zones can be separated. The first zone is characterized by elastic behavior only. Plastic deformation becomes substantial within the second one. The third zone is an area of prevailing plastic deformation. The fourth zone associated with a fracture, we do not consider here. It should be noted that a conventional criterion of the separation of the first zone and the second one is absent. This fact is determined by substantial effect of plasticity on the behavior of the material even under small deformation.

All the of aforesaid is also related to plastic deformation of twisting about a crystal axis. The further analysis is based on the explicit dependence of the modulus of twisting moment *M* on the number of revolutions *N*. To establish the dependence, generally, the description of the evolution of structural defects [1,2] and their effect on the plastic yield stress of the twisting moment is required. The problem becomes more complex, so simplifying assumptions should be made. Namely, at high *N*, the system achieves constant stationary values. Thus, the modulus of the twisting moment *M* depends on the number of revolutions *N* as a function characterized by a horizontal asymptote

$$M = \alpha_1 * th(\alpha_2 * N) \tag{1}$$

where α_1 and α_2 are phenomenological constants. The choice is based on the fact of constant M within the third zone because the twisting moment is determined by the elastic component of deformation only.

Suppose that the second-order phase transition results in formation of a highly-symmetrical state characterized by vector order parameter q and non-zero Lifshits invariants. Non-equilibrium thermodynamic potential is written as

$$\Phi = \frac{b_1}{2}q^2(N) + \frac{b_2}{4}q^4(N) + \frac{b_3}{6}q^6(N) + \gamma_1 M^s\left(q_x\frac{\partial q_y}{\partial z} - q_y\frac{\partial q_x}{\partial z}\right) + \\ + \gamma_2 M^r\left(\left(\frac{\partial q_x}{\partial z}\right)^2 + \left(\frac{\partial q_y}{\partial z}\right)^2\right) + q^2(N)\frac{1}{\Delta N}\int_{N-\Delta N}^{N} A(x)q^2(x)dx + \Phi_{el} \tag{2}$$

where γ_i *(i = 1, 2)*, b_i *(i = 1, 2, 3)* are phenomenological constants, Φ_{el} is the potential of elastic interaction related to the elastic tensor. The terms that include derivatives describe spiral structure generated as a result of twisting. The next to last term in (2) accounts for the pre-history, factor *A(x)* determines the law of distribution of interaction in the past. In particular, the law can describe the preceding states totally or partially as well as the rate of decrease in the interaction (exponential, elliptical, linear etc.). In the present work, *s* = *6*, *r* = 2 [3].

Account of deformation implies that the system passes to a non-equilibrium state as a result of a process. Transition to the equilibrium state is due to a relaxation in some time period. At the finite relaxation time and fast external action, the states are non-equilibrium and the modulus of the structural OP is modified. The delay of the equilibrium state can be described by the Landau-Khalatnikov equation. We analyze three variants of time dependence of the number of revolutions here: $N_1 \sim t$, $N_2 \sim t^2$, $N_3 \sim \sqrt{t}$. Equation (6) was solved numerically using the MatLab package.

1) Without of prehistory account. The results of theoretical analysis of time dependence $q(t)$ at varied twisting conditions are presented in Fig.1. The dash-dotted line is the linear dependence $N_1 \sim t$, the dashed line is the square dependence $N_2 \sim t^2$ and the dotted line marks the rotation with negative acceleration $N_3 \sim \sqrt{t}$. For the sake of comparison, solid line illustrates $q(N)$ without relaxation (the system is in the equilibrium state at any twisting moment) at $N \sim t$ (steady rotation).

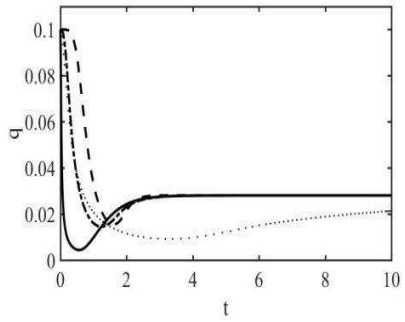


Figure 1 - Rotation without an account of prehistory

From the viewpoint of physics, a stable state of a crystal is characterized by some energy minimum. At high temperature, the global minimum is of highly symmetrical state. At the temperature drop, an additional minimum arises that is associated with a state of low symmetry. Under further temperature decrease, the low-symmetry phase is of lower energy. If the system is located below the temperature of transition in the area of lability, where two minima coexist, and the twisting deformation is applied, the elastic component enhances the energy of the system. As a result, the minima of high- and low-symmetry phases start convergence and the reverse transition to a high-symmetry state becomes favorable. Thus, the modulus of the OP is reduced.

Further, increase if *N* reduces a contribution of the elastic component according to (1). A spiral structure becomes the most favorable state of the system.

As a result, the energy of the crystal decrease and the modulus of the OP rises. In the steady mode, the contribution of the elastic component stays constant, being accompanies by a fixed energy of the system and the modulus of the OP becomes independent of the number of revolutions. As shown in Fig.1, an account of possible relaxation results in an increase in the modulus of the structural OP and a shift of the minimum of $q(t)$ towards later moments.

The lowest shift is generated by the linear dependence $N_1 \sim t$, the highest one is related to $N_3 \sim \sqrt{t}$. One should note unusual behavior of the dotted line (exponential distribution) characterized by a plateau at minor values. This fact is determined by low twisting rate in this area, so the energy of the sample stays almost the same. The ratio of the energies in the highly-symmetrical and low-symmetrical phases is stable, resulting in local stability of the structural order parameter. In the last two cases, the twisting rate in the vicinity of zero time is higher. The equalization of the energies of highly-symmetrical and low-symmetrical states proceeds faster and the value of $q(t)$ is reduced faster, too. The case of $N_3 \sim \sqrt{t}$ is of the highest rate and a reduction of $q(t)$ is faster, consequently.

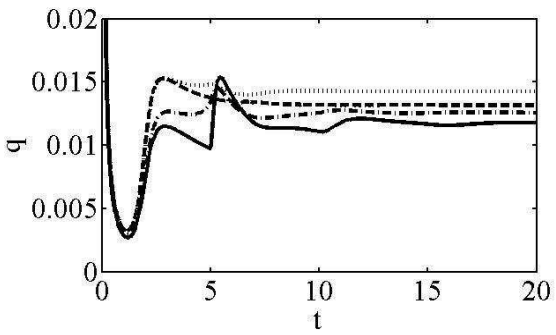


Figure 2 - Steady rotation. Small value of the parameter of system relaxation

2) In view of prehistory. We consider the case of $N_1 \sim t$ (rotation at a constant angular velocity). From the viewpoint of Physics, due regard to the prehistory means that there exist areas with the frozen preceding values of the twisting moment within the crystal. In Fig 2, the results of theoretical calculations inclusive of four distribution laws of prehistory are presented. The solid, dotted, dash-dotted and dotted lines mark rectangular ($\Delta N<N$), exponential, elliptical ($\Delta N<N$) and linearly descending ($\Delta N<N$) distribution law, respectively. A sharp change of the monotonous solid line in the vicinity of $t \sim 5,5$ arises due to the fact that preceding states become not involved to the prehistory and their contribution is of the same intensity. With respect to this fact, in the third zone, $q(t)$ demonstrate substantial convergent oscillations in the vicinity of the minimum of the non-equilibrium potential that is an evidence of gradual approaching the equilibrium. The first peak is determined by a sharp rejection of sharply changeable initial states. The next minimum arises as a result of the rejection of the states in the vicinity of $t \sim 5,5$. An analogous feature is less pronounced in the rest of cases because the rejections occur at small parameter of distribution $A(x)$. The anomaly is almost invisible at the exponential distribution law.

[1] E.I. Teitel, L.S. Metlov, D.V. Gunderov A.V. Korznikov, The Physics of Metals and Metallography. - 113 (2012) – P.1162-1168.

[2] A.V. Khomenko, Ya.A. Lyashenko, L.S. Metlov. Metallofizika i noveishie tekhnologii. 30 (2008). – P. 859-872.

[3] Yu.D. Zavorotnev, E.H. Pashinskaya, V.N. Varyukhin, O.Yu. Popova, JMMM 349 (2014). – P. 244-248.

ВЕЛИКОЕ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЕ ОТКРЫТИЕ Д.К. ЧЕРНОВА

Гольцов В.А., Гольцова Л.Ф., Котельва Р.В.
ГОУВПО "Донецкий национальный технический университет", г. Донецк,
E-mail: lyudmila-ya@mail.ru; goltsov@physics.donntu.org

Посвящается 150-летию выдающегося
открытия великого ученого и великого инженера
Дмитрия Константиновича Чернова

Великий ученый и великий инженер Дмитрий Константинович Чернов (1839–1921) 150 лет назад в 1868 г. сделал величайшее, мирового уровня, открытие. Говоря современным научным языком, Дмитрий Константинович, когда ему было всего 28–29 лет, впервые установил, что сталь – это полиморфный металл и, соответственно, сталь "принимает" закалку только в том случае, если она предварительно нагрета до (или несколько выше) точки *'a'* Чернова, а затем быстро охлаждена. Это открытие Д.К. Чернова и ныне является технической основой современной человеческой цивилизации [1].

На Всемирной выставке в Париже в 1900 г. одной из доминирующих проблем для обсуждения были именно металлы, для подтверждения их значимости был построен целый павильон из сварного железа и впервые установлена в качестве входной арки Эйфелева башня. Именно во время выставки известный французский металлург Г. Монгольфье, выступая перед сообществом металлургов, произнес: "Считаю своим долгом открыто и публично заявить в присутствии стольких знатоков и специалистов, что наши заводы и все сталелитейное дело обязаны настоящим своим развитием и успехами в значительной мере трудам и исследованиям русского инженера Чернова, и приглашаю вас выразить ему нашу искреннюю признательность и благодарность от имени всей металлургической промышленности".

Это открытие великого ученого и инженера Д.К. Чернова изменило ход развития человеческой цивилизации. Как известно, ход развития человеческой цивилизации условно делится на эпохи, исходя из того, какой материал составляет техническую основу существования человечества в данное время. Человечество уже успешно прошло эпохи камня, меди и бронзы. В настоящее время мы живем в период 2-й ступени века железа, истоки которого относятся к концу 1-го тысячелетия до н.э.

Мы до сих пор не осознаем всю значимость открытия Д.К. Чернова, которое разделило техническую цивилизацию человечества последней эпохи (век железа) на две неравные составляющие: "ДО ЧЕРНОВА" и "ПОСЛЕ ЧЕРНОВА". Действительно, уберите мысленно из весьма короткой эпохи XX–XXI веков н.э. металлы, современные сплавы и стали, их современную обработку. И не останется в современной человеческой цивилизации ничего: ни железных дорог, ни самолетов, ни компьютеров, ни Интернета, ни идей цифровой экономики и т.д. Человечество вернется в каменный век, а в лучшем случае – в век меди и бронзы. При этом особо подчеркнем, что именно в эпоху "ПОСЛЕ ЧЕРНОВА" цивилизация века железа стала развиваться необыкновенно быстро – стала шагать "семимильными шагами". Поэтому значимость для человечества великого открытия Дмитрия Константиновича Чернова является совершенно фундаментальной.

В век железа "ДО ЧЕРНОВА" в течение многих тысячелетий отдельные народы и человечество в целом осваивали постепенно производство и использование железа и железных изделий. Начало всему положило метеоритное железо. Именно метеоритное железо показало человеку все будущие преимущества железных изделий: инструментов, оружия и т.д.

В последующем народные умельцы многих стран изобрели и, "обобщенно говоря", освоили производство железа в 'кóпанках'. В земле, чаще всего на склоне горы, выкапывали небольшую пещерку –'кóпанку', в которую закладывали смесь железной руды и древесного угля. Далее эту смесь поджигали, ее температура поднималась. В результате образовывался "слиток" из железа с примесями остатков руды и продуктов горения. Затем этот "слиток" многократно ковали, и из него

“выжимались” примеси. Полученный железный материал, благодаря искусной работе умельца-кузнеца, очень часто обладал удивительно высокими потребительскими свойствами.

Постепенно ‘кóпанки’ подвергались все более важным усовершенствованиям. Их оснащали высокими трубами, снабжали поддувом воздуха для достижения все более высокой температуры и более полного восстановления железа. На этом пути древние умельцы научились производить, например, дамасскую сталь и булат. А сегодня, владея металлофизикой, мы этого сделать не можем.

В XIX веке в Европе были разработаны методы массового производства стали: доменное производство чугуна, мартеновское и бессемеровское производство стали. Эти новые технологии быстро распространились по Европе и по всему миру.

Металлы, металлическое оружие и металлические изделия всегда лежали в основе жизни Древней Руси. Неудивительно, что впоследствии именно здесь жил и работал выдающийся ученый-металлург Дмитрий Константинович Чернов [1]. Он родился в Петербурге в семье заводского фельдшера. В девятнадцать лет с отличием окончил Петербургский практический технологический институт, работал на старейшем столичном предприятии – Монетном дворе. Молодой инженер изучал труды П.П. Аносова и других прославленных металлургов первой половины XIX века, знакомился с новыми методами производства стали в бессемеровских конвертерах и мартеновских печах. В 27 лет Д.К. Чернов перешел на Обуховский сталелитейный завод. Только что построенный завод специализировался на производстве стальных артиллерийских орудий. Некоторые пушки разрывались уже в процессе испытаний, а другие отличались высокой прочностью и надежностью. Этот факт сильно заинтересовал Д.К. Чернова. В то время еще не было приборов для измерения высоких температур. Старые опытные кузнецы научили Чернова определять температуру металла “на глаз”, по цвету нагреваемых в печи слитков. Чернов подвергал ковке сталь, нагретую до различных температур, т.е. до разного “цвета каления”. Откованные и охлажденные образцы он испытывал в механической лаборатории на разрывной машине.

Спустя два года напряженной работы Д.К. Чернов докладывает о своих наблюдениях и выводах на заседаниях Русского технического общества. Говоря современным языком, именно Д.К. Чернов первым показал, что стали являются *полиморфными твердыми телами и при их термической обработке претерпевают фазовые превращения*. Вот собственные слова Дмитрия Константиновича**:** “Сталь, как бы тверда она ни была, *будучи нагрета ниже точки ‘а’, не принимает закалки*, как бы быстро ее ни охлаждали; напротив того, она становится значительно мягче и легче обрабатывается пилою”. Таким образом, критическая точка ‘*а’* практически характеризует температуру, при которой сталь начинает принимать закалку. Перед закалкой стальное изделие требуется нагреть несколько выше этой точки и быстро охладить.

Французский инженер-металлург Флоренс Осмóн через 20 лет повторил работу Чернова, используя для измерения температуры пирометр, и полностью подтвердил данные Чернова.

Общечеловеческое значение исследований Д.К. Чернова настолько велико для понимания технической основы развития человеческой цивилизации, что ученые ДонНТУ под эгидой Российской инженерной академии (РИА) смело разделили век железа на две стадии: “ДО ЧЕРНОВА” и “ПОСЛЕ ЧЕРНОВА”. Стоит подчеркнуть, что особая значимость великого открытия Д.К. Чернова проявилась также в том, что в эпоху железа “ПОСЛЕ ЧЕРНОВА” всего за несколько десятилетий (после 1868 г.) цивилизация железа сделала совершенно удивительный прогресс (ранее недостижимый за тысячелетия). Напомним главные достижения начальной стадии 2-й ступени эпохи железа:

- ✓ сформирована новая техническая наука: металловедение и термическая обработка металлов (МИТОМ), разработаны сотни новых полиморфных сталей и сплавов – они служат основой новых (неизвестных до Чернова) областей современной техники;

✓ разработаны новые области МИТОМ на базе полиморфных металлов и сплавов, например, на базе титана и его сплавов – без них были бы невозможны целые области современной техники: авиация, ракетостроение и т.д.;

✓ сформирована новая область физики – металлофизика, раскрывающая строение металлов на атомном, квантовом уровне;

✓ на базе открытия Д.К. Чернова в СССР сформировались ведущие научные школы металловедения и металлофизики. Традиции этих школ свято чтут и продолжают развивать ученые ДонНТУ.

Хорошо известно, что большая группа металлов (около половины) не являются полиморфными от природы (Pd, Nb и т.д.). Соответственно, методы их обработки и практического использования весьма ограничены.

В 1976 г. В.А. Гольцов и Н.И. Тимофеев сделали выдающееся открытие [2]: они показали, что водород, введенный в неполиморфный металл, наделяет его новым свойством – быть полиморфным. Это явление получило название “индуцированный водородом полиморфизм”. Оно имеет место как в полиморфных, так и в неполиморфных от природы металлах. Соответственно, на кафедре физики ДонНТУ в рамках “Проблемной научно-исследовательской лаборатории взаимодействия водорода с металлами и водородных технологий” (ПЛВМ-ВТ) несколько десятилетий исследователи изучают не только традиционные полиморфные стали и сплавы, но и такие неполиморфные металлы, как палладий, ниобий, ванадий и др. Применяя новую методику обработки металлов и сплавов в среде очищенного водорода, физики научились вызывать развитие в них фазовых гидридных превращений. Главное: водород наделяет неполиморфные металлы новым фундаментальным свойством – быть полиморфными. За эти десятилетия сформировалась новая область МИТОМ, получившая название “Водородная обработка материалов” (ВОМ) [3].

Это открытие физиков ДонНТУ высоко оценили величайшие ученые – академики АН СССР Г.В. Курдюмов и В.Д. Садовский. По их рекомендации сущность этого открытия была опубликована в главном научном журнале СССР “Доклады АН СССР”.

Вклад донецких ученых в понимание эпохи развития технической цивилизации человечества на стадии “ДО и ПОСЛЕ ЧЕРНОВА” – достойная память к 150-летию выдающегося открытия великого металлурга – Дмитрия Константиновича Чернова.

Настоящая работа выполнена под эгидой Российской инженерной академии в соответствии с договором о международном сотрудничестве между РИА и ГОУВПО “ДонНТУ”.

Литература

1. Федоров, А.С. Творцы науки о металле / А.С. Федоров. – М. : Наука, 1980. – 218 с. – Гл. IV. Металлургия становится точной наукой [Электронный ресурс]. Режим доступа: http://metallurgu.ru/books/item/f00/s00/z0000010/st005.shtml .

2. А. с. 510529 СССР, МПК С 22 F 1/00. Способ упрочнения гидридообразующих металлов и сплавов / В.А. Гольцов, Н.И. Тимофеев ; Донец. политехн. ин-т (СССР). – №1936144 ; заявл. 11.06.73 ; опубл. 15.04.76, Бюл. № 14.

3. Гольцов, В.А. Водородная обработка материалов – новая область физического материаловедения / В.А. Гольцов // Перспективные материалы : учебное пособие / под ред. Д.Л. Мерсона. – Тольятти : ТГУ, 2017. – С. 5–118.

ВЛИЯНИЕ ДЕФОРМАЦИИ МЕТОДОМ КРУЧЕНИЯ ПОД ВЫСОКИМ ДАВЛЕНИЕМ НА СТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КОМПОЗИТА Cu/SiC

Рогачев С.О.[1], Просвиряков А.С.[1], Сундеев Р.В.[2], Хаткевич В.М.[1]
[1]НИТУ «МИСиС», г. Москва, Россия
[2]Российский технологический университет (МИРЭА), г. Москва, Россия
E-mail: csaap@mail.ru

Введение. Разработке композиционных материалов на основе меди в мире уделяется большое внимание ввиду достижения высокой электропроводности, а также высоких прочностных свойств этих материалов, в том числе при повышенных температурах [1, 2]. Упрочнение медной матрицы возможно за счет внесения в нее дисперсных частиц, например, карбидов [3–5]. Уменьшение размера частиц от микронного до нанометрового диапазона приводит к значительному увеличению прочностных характеристик. Такие композиты обычно получают механическим легированием с последующим спеканием и прессованием [6, 7]. Однако полученные композиты характеризуются некоторой неоднородостью структуры, а также охрупченностью, ввиду чего требуется их дополнительная деформационная обработка. Для этой цели могут рассматриваться такие деформационные методы как экструзия, равноканальное угловое прессования (РКУП), кручение под высоким давлением (КВД) и т.д. [8]. В настоящей работе проведено исследование структуры и механических свойств (микротвердость) композита Cu/SiC, полученного механическим легированием и подвергнутого деформации методом КВД.

Материал и методики исследования. В качестве исходных материалов использовали измельченную медную стружку (99.95 мас. % Cu) размером менее 5 мм и частицы альфа-SiC размером 10 мкм. Содержание SiC составило 25 мас. %. (48 об. %). Механическое легирование порошковой смеси осуществляли в планетарной мельнице Gefest 11-3. Время обработки составило 40 мин. Механически легированные порошки прессовали в стальной матрице диаметром 15 мм при давлении 500 МПа. Далее прессованные образцы компактировали одноосным горячим прессованием в матрице при том же давлении и температуре 450 – 500 °C в печи сопротивления, установленной на 100 кН-прессе, в течение 30 мин. Для КВД из полученных прессовок вырезали образцы диаметром 8 мм и исходной толщиной 0.7 и 0.3 мм.

КВД образцов композита проводили при комнатной температуре и давлении 6 ГПа в условиях со стеснением (образец помещали в профилированное отверстие глубиной 0.3 мм в нижней вращающейся наковальне) и без стеснения (образец помещали между плоскими наковальнями). В условиях со стеснением осуществляли 1 оборот нижней наковальни (на образцах толщиной 0.7 мм), без стеснения – 1 и 5 оборотов (на образцах толщиной 0.3 мм). Следует отметить, что деформация в условиях без стеснения приводила к образованию трещин в композите.

Микроструктуру образцов композита до и после КВД исследовали методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) на микроскопе JSM-IT500 JEOL в режиме отраженных электронов, а также методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) на микроскопе JEM-2100 JEOL с рентгеноспектральным микроанализатором. Подготовку образца для ПЭМ проводили методом фокусированного ионного пучка на сканирующем ионном микроскопе Strata 201 SIMSmapIII×P с помощью галлиевой жидкометаллической ионной пушки.

Измерения микротвердости по Виккерсу (нагрузка 0.5 Н, время выдержки 10 с) проводили на микротвердомере Micromet 5101 (Buehler).

Результаты исследования. Согласно данным просвечивающей и сканирующей электронной микроскопии, структура образцов композита после механического легирования и компактирования (до КВД) состояла из распределенных в медной матрице частиц SiC размером как свыше 3 мкм, так и менее 50 нм, а также участков чистой меди (без частиц SiC) с удельной площадью 16 – 22 %. Микротвердость основного объема композита составила 233±32 HV, а участков чистой меди – 96±9 HV. В результате механического легирования в основном объеме композита

сформировалась преимущественно нанокристаллическая структура с преобладающим размером структурных элементов 30 – 80 нм.

КВД привело к обогащению участков чистой меди частицами SiC, т.е. к формированию более однородной структуры. После КВД на поверхности образца наблюдалось характерное «закручивание» элементов структуры вокруг его центра. Микротвердость бывших участков чистой меди повысилась до 172±16 HV, а микротвердость основного объема композита составила 210 – 380 HV. Существенной разницы в значениях микротвердости образцов после 1-го и 5-ти оборотов КВД не наблюдалось.

Деформация композита методом КВД (1 оборот в условиях со стеснением) привела к формированию в бывших участках чистой меди нано- и, преимущественно, субмикрокристаллической зеренной структуры. Преобладающий размер зерен составил 30 – 120 нм. В основном объеме композита сохранилась нанокристаллическая структура.

Acknowledgement: *The work was carried with financial support from the grant of President of the Russian Federation (No. MK-6239.2018.8). The SEM and TEM studies have been conducted with the use of the equipment of the Collective Use Center "Materials Science and Metallurgy" of NITU "MISIS".*

Список литературы.

[1] Th. Schubert, B. Trindade, T. Weißgarber, B. Kieback. Interfacial design of Cu-based composites prepared by powder metallurgy for heat sink applications // Materials Science and Engineering: A. 475 (2008) 39-44.

[2] D.D.L. Chung. Materials for Electronic Packaging / Butterworth-Heinemann, Oxford, 1995.

[3] Kuen-Ming Shu, G.C. Tu. The microstructure and the thermal expansion characteristics of Cu/SiCp composites // Materials Science and Engineering: A. 349 (2003) 236-247.

[4] G. Celebi Efe, S. Zeytin, C. Bindal. The effect of SiC particle size on the properties of Cu–SiC composites // Materials & Design. 36 (2012)s 633-639.

[5] Prosviryakov A.S. SiC content effect on the properties of Cu-SiC composites produced by mechanical alloying // Journal of Alloys and Compounds. 632 (2015) 707-710.

[6] L. Lü, M.O. Lai. Mechanical Alloying / Kluwer Academic Publishers, Boston, 1998.

[7] A.S. Prosviryakov, A.A. Aksenov, M.E. Samoshina, M.G. Kovaleva, D.O. Ivanov. Mechanical alloying of Cu–SiC materials prepared with utilisation of copper waste chips // Powder Metallurgy. 54 (2011) 382 – 384.

[8] P. Chandran, A. Zafari, E.W. Lui, K. Xia. Processing and characterization of Al-Al_3Nb prepared by mechanical alloying and equal channel angular pressing // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 194 (2017) 012008.

ВЛИЯНИЕ ДЕФОРМАЦИИ В КАМЕРЕ БРИДЖМЕНА НА СТРУКТУРУ, ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И УПРОЧНЕНИЕ ЭВТЕКТИЧЕСКОГО АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА Al-Ca-Mn-Fe-Zr-Sc

Рогачев С.О.[1], Наумова Е.А.[1,2], Сундеев Р.В.[3], Табачкова Н.Ю.[1]
[1]НИТУ «МИСиС», г. Москва, Россия
[2]МГТУ Станкин, г. Москва, Россия
[3]Российский технологический университет (МИРЭА), г. Москва, Россия
E-mail: csaap@mail.ru; jan73@mail.ru

Введение. В последнее время появились работы по исследованию многофазных эвтектических сплавов, обладающих высокими технологическими свойствами как при литье, так и при пластической деформации, на основе системы Al-Ca [1, 2]. Структура этих сплавов состоит из алюминиевого твердого раствора (Al) и эвтектики [(Al) + Al_4Ca], имеющей очень тонкое строение. Несмотря на целый ряд преимуществ (хорошие литейные свойства, низкая плотность и др.), данные сплавы относятся к сплавам средней прочности. Изыскание возможности повышения их механических свойств представляет несомненный интерес. Использование больших пластических деформаций – перспективный и достаточно освоенный способ повышения прочности и улучшения комплекса свойств различных металлических материалов [3, 4], в т.ч. алюминиевых сплавов [5, 6]. В данной работе изучено влияние деформации методом кручения под высоким давлением в камере Бриджмена (КВД) на упрочнение, структуру и фазовый состав эвтектического сплава системы Al-Ca.

Исследуемые материалы. В качестве материала для исследования был выбран литой эвтектический алюминиевый сплав на базе системы Al-Ca следующего химического состава: Al – 94.9 %; Ca – 3.5 %; Mn – 0.9 %; Fe – 0.5 %; Zr – 0.1 %; Sc – 0.1 %.

Деформацию методом КВД осуществляли на образцах сплава диаметром 8 мм и исходной толщиной 0.7 мм при комнатной температуре, давлении P = 6 ГПа и числе оборотов N = 1 и 5. КВД проводили в стесненных условиях, т.е. образец помещали в профилированное отверстие глубиной 0.3 мм, расположенное в нижней вращающейся наковальне. После КВД толщина образцов составила ~0.4 мм.

Результаты исследования. Деформация методом КВД (5 оборотов) привела к повышению микротвердости сплава с 58±3 HV до 240–270 HV (на середине радиуса образца), т.е. в 4.1–4.6 раза.

По данным оптической микроскопии структура сплава в исходном состоянии (до КВД) состояла из крупных дендритов твердого раствора (Al) со средним размером 16±2 мкм и эвтектики на основе [(Al) + Al_4Ca]. СЭМ-анализ выявил в структуре сплава небольшое количество крупных частиц, обогащенных железом и марганцем.

По данным ПЭМ, после одного оборота КВД в сплаве (на середине радиуса образца) сформировалась ультрамелкозернистая структура. Присутствуют как крупные фрагменты (или субзерна) размером 300–450 нм, так и рекристаллизованные мелкие зерна размером 50–300 нм. В структуре сплава видны области, содержащие бывшую эвтектическую фазу, при этом размер частиц Al_4Ca в этих областях уменьшился с 1–3 мкм до 5–10 нм и менее. Энергодисперсионный микрорентгеноспектральный анализ структуры сплава показал как наличие областей алюминиевой матрицы, обогащенных кальцием (2 – 10 %), так и наличие областей, в которых кальций отстутствовал.

Увеличение числа оборотов до 5-ти привело к формированию в сплаве нанокристаллической структуры (на середине радиуса образца) с преимущественным размером зерен 11–34 нм. Энергодисперсионный микрорентгеноспектральный анализ микроструктуры сплава показал, что алюминиевая матрица обогащена кальцием (от 0.8 до 3 %). Однако по данным СЭМ в структуре сплава сохраняются области, в которых концентрация кальция достигает 8 %.

На ПЭМ-изображениях структуры сплава, подвергнутого КВД, наблюдались частицы размером размером 0.5–2 мкм (после 1 оборота) и 40–500 нм (после 5 оборотов), обогащенные железом и марганцем.

По данным рентгеновского фазового анализа структура сплава в исходном состоянии (до КВД) состояла из твердого раствора (Al) и эвтектики [(Al) + Al_4Ca] с объемной долей фазы Al_4Ca ~12 %. Уже после одного оборота КВД интенсивность рентгеновских линий от фазы Al_4Ca существеено ослабевает. КВД с числом оборотов 5 привело к практически полному исчезновению линий от фазы Al_4Ca. Одновременно наблюдалось появление линий, принадлежащих фазе типа Al_6(Mn, Fe).

Таким образом, исчезновение эвтектики при КВД происходит в основном не за счет образования твердого раствора, а за счет существенного измельчения частиц Al_4Ca и образования нанокластеров и сегрегаций. Тем не менее, не исключено их частичное растворение в алюминиевой матрице. Также КВД приводит к измельчению исходных крупных частиц Al_6(Mn, Fe) и, возможно, к выделению новых частиц Al_6(Mn, Fe).

Заключение. Деформация методом КВД (5 оборотов) эвтектического сплава Al – 94.9 %; Ca – 3.5 %; Mn – 0.9 %; Fe – 0.5 %; Zr – 0.1 %; Sc – 0.1 % обеспечивает формирование нанокристаллической структуры с преимущественным размером зерна 11–34 нм. КВД способствует измельчению эвтектики [(Al) + Al_4Ca] и образованию нанокластеров и сегрегаций. КВД также приводит к повышению микротвердости сплава в 4.1–4.6 раза.

Acknowledgement: *The work was carried out with financial support from the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation in the framework of Increase Competitiveness Program of NUST «MISiS (№ K2-2019-008), implemented by a governmental decree dated 16th of March 2013, N 211. The authors greatly thank V.M. Khatkevich and M.Yu. Magurina for the help with obtaining the results and their discussion.*

Список литературы.

[1] Belov N.A., Batyshev K.A., Doroshenko V.V., Microstructure and phase composition of the eutectic Al – Ca alloy, additionally alloyed with small additives of zirconium, scandium and manganese, Non-ferrous Metals. 2 (2017) 49–54.

[2] Belov N.A., Naumova E.A., Alabin A.N., Matveeva I.A., Effect of scandium on structure and hardening of Al–Ca eutectic alloys, Journal of Alloys and Compounds. 646 (2015) 741–747.

[3] Valiev R.Z., Estrin Y., Horita Z., Langdon T.G., Zehetbauer M.J., Zhu Y.T., Fundamentals of Superior Properties in Bulk NanoSPD Materials, Mater. Res. Lett. 4 (2016) 1–21.

[4] Estrin Y., Zehetbauer M.J., Niche applications of bulk nanostructured materials processed by severe plastic deformation, in Bulk Nanostructured Materials, eds Michael. J. Zehetbauer and Yuntian Theodore Zhu, 2009, Wiley-VCH, Weinheim, Germany, pp. 635–648.

[5] J. Estrin, M. Murashkin, R. Valiev, Ultrafine-grained aluminium alloys: processes, structural features and properties, in Fundamentals of aluminium metallurgy, eds Roger N Lumley, 2011, Woodhead Publishing, UK, pp. 468-497.

[6] S.A. Nikulin, S.V. Dobatkin, V.G. Khanzhin, S.O. Rogachev, S.A. Chakushin. Effect of submicrocrystalline structure and inclusions on the deformation and failure of aluminum alloys and titanium // Metal Science and Heat Treatment.–2009.–V. 51.–N 5-6.–P. 208-217.

ПОЛУЧЕНИЕ ВЫСОКОПРОЧНЫХ БИМЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПРОВОДОВ «АЛЮМИНИЕВЫЙ СПЛАВ / МЕДЬ» МЕТОДОМ РОТАЦИОННОЙ КОВКИ

Рогачев С.О.[1], Андреев В.А.[2,3], Юсупов В.С.[2], Хаткевич В.М.[1], Токарь А.А.[1], Николаев Е.В.[1], Перкас М.М.[2], Бондарева С.А.[1]

[1]Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва, Россия

[2]Институт металлургии и материаловедения имени А.А. Байкова РАН, г. Москва, Россия

[3]ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ», г. Москва, Россия

E-mail: csaap@misis.ru

Введение. Композиционные и гибридные материалы широко применяются во многих отраслях промышленности благодаря комплексу свойств, который не может быть достигнут с использованием одного материала [1]. Например, в электротехнике и электроэнергетике перспективно использование биметаллических проводников типа алюминий / медь, что обеспечивает наряду с высокой электропроводностью снижение массы, а также стоимости по сравнению с чистой медью или медным сплавом. Производство таких материалов освоено методами экструзии или волочения [2].

Новым направлением в области создания композиционных и гибридных металлических материалов является получение в их компонентах ультрамелкозернистой (нано- и субмикрокристаллической) структуры, обеспечивающей более высокие свойства материалов [3]. Такие структуры могут быть сформированы при больших пластических (мегапластических) деформациях с использованием методов равноканального углового прессования (РКУП), равноканальной угловой экструзии (РКУЭ), кручения под высоким квазигидростатическим давлением (КВД) или их модификаций [4]. Известно применение метода РКУЭ для получения биметаллических прутков с алюминиевым стержнем и медной оболочкой [5]. Существенным недостатком этих методов является малый размер обрабатываемой заготовки.

Для получения длинномерных металлических заготовок с одновременным измельчением зеренной структуры и повышением прочности перспективно использовать такие методы больших пластических деформаций, как ротационная или радиальная ковка [6].

В настоящей работе с использованием процесса ротационной ковки получены длинномерные биметаллические прутки «алюминиевый сплав / медь», и проведено исследование их микроструктуры и механических свойств.

Материалы и методики исследования. Биметаллическая заготовка для ротационной ковки представляла собой медный стержень диаметром 10 мм, помещенный в алюминиевую оболочку с внешним диаметром 20 мм. Начальная длина заготовки составила 200 мм (рис. 1 *а*). В качестве компонентов заготовки использовали прутки из алюминиевого сплава марки Д16 (Al – 4,3 Cu – 1,7 Mg – 0,8 Mn – 0,3 Fe – 0,3 Si – 0,1 Zn) и меди чистотой 99,95 % в холоднодеформированном состоянии. Резку компонентов биметаллической заготовки из прутков осуществляли на токарном станке СКЕ6130i с ЧПУ. Перед сборкой заготовки ее компоненты подвергали разупрочняющему отжигу в вакууме: при температуре 400 ºС с выдержкой 2 ч для алюминиевого сплава и при температуре 500 ºС с выдержкой 40 мин для меди.

Ковку биметаллической заготовка заготовки осуществляли на модернизированной двухбойковой ротационно-ковочной машине РКМ1 (В2129.01) (рис. 1 *б*) без нагрева, при комнатной температуре. На больших диаметрах 20 – 10 мм

подача заготовки осуществлялась вручную, на дальнейших проходах использовалась валковая подача, что позволило получить более прямолинейную заготовку и равномерное распределение деформации по длине. Обжатие за проход составило 8 – 35 %. После накопления суммарной деформации 96,4 %, начиная с диаметра 3,8 мм, осуществляли периодический низкотемпературный отжиг для снятия наклёпа заготовки при температуре 120 ºС в трубчатой печи ПТС-2000-60-1200. Конечный диаметр заготовки составил 2,5 мм.



Рисунок 1 - Биметаллическая заготовка «алюминиевый сплав / медь» (слева) и процесс ротационной ковки (справа)

Металлографический анализ структуры биметаллических образцов после ротационной ковки с разными степенями обжатия проводили на поперечных шлифах на оптическом микроскопе «Buehler».

Измерения микротвердости на поперечных шлифах биметаллических образцов проводили по методу Виккерса (нагрузка 50 г, время выдержки 10 с) с помощью микротвердомера MICROMET 5101 с цифровой камерой и программы «ImageExpert MicroHardness 2».

Испытания на одноосное растяжение биметаллических образцов проводили на универсальной испытательной машине INSTRON 150LX при комнатной температуре со скоростью растяжения 1 мм/мин.

Результаты исследования. Визуальный анализ биметаллических образцов после ротационной ковки с конечным диаметром 2,5 мм показал хорошее качество поверхности и отсутствие дефектов на границе раздела алюминиевой оболочки и медного стержня.

Увеличение степени обжатия привело к существенному упрочнению компонетов биметаллической заготовки. При уменьшении диаметра заготовки с 20 до 15 мм микротвердость медного стержня повышается с 63 HV до 110 HV, а оболочки из алюминиевого сплава с 67 HV до 90 HV. При дальнейшем уменьшении диаметра до 5,1 и 2,5 мм микротвердость медного стержня увеличивается слабо (до 120 HV), а оболочки из алюминиевого сплава последовательно повышается до 105 и 125 HV. Таким образом, при конечном диаметре заготовки 2,5 мм наблюдается равномерное распределение микротвердости в поперечном сечении.

Предел текучести и прочности биметаллического образца диаметром 5,1 мм составили, соответственно, 330 и 375 МПа. При этом относительное удлинение не

превышает 2 %. Для повышения запаса пластичности рекомендуется проводить низкотемпературный отжиг заготовки после ротационной ковки.

Acknowledgement: *The work was carried out with financial support from the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation in the framework of Increase Competitiveness Program of NUST «MISiS (№ К2-2019-008), implemented by a governmental decree dated 16th of March 2013, N 211. The authors greatly thank A.A. Komissarov for the help with tensile testing.*

Список литературы

[1] Ashby M.F., Brechet Y.J.M. Designing hybrid materials. Acta Mater. 51 (2003) 5801–5821.

[2] Ahmed N. Extrusion of copper clad aluminum wire. J. Mech. Work. Technol. 2 (1978) 19–32.

[3] Beygelzimer Y., Estrin Y., Kulagin R. Synthesis of hybrid materials by severe plastic deformation: a new paradigm of SPD processing Adv. Eng. Mater. 17 (2015) 1853–1861.

[4] S.O. Rogachev, S.A. Nikulin, A.B. Rozhnov, V.M. Khatkevich, T.A. Nechaykina, M.V. Gorshenkov, R.V. Sundeev. Multilayer “Steel/Vanadium Alloy/Steel” Hybrid Material Obtained by High-Pressure Torsion at Different Temperatures // Metallurgical and Materials Transactions A. 48 (2017) 6091–6101.

[5] Eivani A.R., Taheri A.K. A new method for producing bimetallic rods. Mater. Lett. 61 (2007) 4110–4113.

[6] V.A. Andreev, V.S. Yusupov, M.M. Perkas, V.V. Prosvirnin, A.E. Shelest, S.D. Prokoshkin, I.Yu. Khmelevskaya, A.V. Korotitskii, S.A. Bondareva, R.D. Karelin. Mechanical and Functional Properties of Commercial Alloy TN-1 Semiproducts Fabricated by Warm Rotary Forging and ECAP. Russian Metallurgy (Metally). 2017 (2017) 890–894.

ИНСТРУМЕНТАЛЬНАЯ СТАЛЬ С РЕГУЛИРУЕМЫМ АУСТЕНИТНЫМ ПРЕВРАЩЕНИЕМ ПРИ ЭКСПЛУАТАЦИИ (РАПЭ) ДЛЯ ГОРЯЧЕГО ПРЕССОВАНИЯ

Кругляков А.А.[1], Никулин С.А.[2], Рогачев С.О.[2], Лебедева Н.В. [3], Панова Г.А.[4], Хоан Суан Нгуен[2], Баранова А.П.[2], Козлов Д.А. [2]

[1]Научно-коммерческая фирма WBH, г. Берлин, Германия
[2]НИТУ «МИСиС», г. Москва, Россия
[3]НИЦ «Курчатовский институт» - ЦНИИ КМ «Прометей» , г. С.-Петербург, Россия
[4]Санкт-Петербургский Государственный Морской Технический Университет, г. С.-Петербург, Россия
E-mail: dr.a.krugljakow@t-online.de

Стали с регулируемым аустенитным превращением при эксплуатации (стали с РАПЭ) – новый класс инструментальных сталей для горячего прессования [1 – 3]. В исходном состоянии такие стали имеют структуру на базе α-твердого раствора и легко обрабатываются резанием. При нагреве до рабочих температур 700-800 ºС стали претерпевают α→γ-превращение и сохраняют аустенитную структуру на протяжении всей высокотемпературной эксплуатации. Основным инновационным эффектом при создании сталей с РАПЭ является использование усилий деформации и высоких температур для повышения прочности инструмента (эффект Озерского-Круглякова), т.е. такие стали имеют ярко выраженную склонность к горячему наклепу [4, 5]. Стали с РАПЭ по своим уникальным механическим свойствам с более высокой эффективностью превосходят разработанные в последние годы сложнолегированые стали с карбидным упрочнением и могут полностью заменить традиционные штамповые стали в диапазоне температур эксплуатации 600 – 800 ºС.

Ранее были сформулированы положения, которые следует учитывать при разработке штамповых сталей с РАПЭ, склонных к деформационному, дисперсионному и нанофазному упрочнению при температурах эксплуатации [6, 7]. Изучены стали различных систем легирования: Cr–Ni–Mo–V, Cr–Ni–Mo–V–Co и Cr–N–Mo–V–Mn Установлено, что наибольший эффект деформационного упрочнения аустенита при температурах 700 – 800 °С оказывают углерод (0,43 – 0,46 %), молибден (4,3 %) и хром (2,3 – 2,4 %). Показано, что эффективное дисперсионное упрочнение сталей с РАПЭ в аустенитном состоянии возможно за счет карбидов и нитридов ванадия, а также фазы Лавеса (Fe_2W и Fe_2Mo). Многократная пластическая деформация сталей с РАПЭ в аустенитном состоянии в интервале температур 450 – 750 °С приводит к дополнительному упрочнению аустенита и стабилизации наклепанного состояния. Некоторые стали с РАПЭ были освоены в промышленности, например, сталь ЭП930 (4Х2Н5М3К5Ф).

В данной работе исследовали среднеуглеродистую (0,44 % С) сталь с РАПЭ, отличающуюся от промышленной стали ЭП930 в первую очередь увеличенным содержанием марганца, как элементом, понижающим температуру α→γ превращения и повышающим устойчивость переохлаждённого аустенита. Марганец является частичным заменителем остродефицитного никеля.

При создании новых схем легирования штамповых сталей с РАПЭ необходимо обеспечивать их высокую технологичность. Для этого важно разработать оптимальные режимы термической обработки, способствующие снижению твердости стали в исходном состоянии, за счет формирования структуры «легированный феррит + карбиды (интерметаллиды)». Высокая устойчивость переохлажденного аустенита в перлитной области не позволяет использовать для сталей с РАПЭ традиционные режимы отжига [8]. В данной работе предложен режим термической обработки, способствующий снижению твердости исходной горячекатаной стали для последующей механической обработки. Термическая обработка включает в себя аустенитизацию (1050 ºС, 1 ч) и последующую выдержку при температурах интенсивного выделения карбидных фаз и их коагуляции. Установлено, что в исследуемой стали при изотермическом превращении аустенита в интервале температур 330 – 450 °С (20 – 25 ч) наблюдается выделение карбидов (интерметаллидов), вследствие чего понижается стабильность переохлажденного

аустенита, и происходит его распад по бейнитному механизму. Последующий нагрев стали до температуры ниже A_{C1} (550 – 580 ºС) обеспечивает коагуляцию карбидных (интерметаллидных) включений, при этом твердость стали понижается до 32 – 34 HRC.

Список литературы.

1. Орлов Ю.Г., Дудецкая Л.Р. Материалы и технологии изготовления литого штампового инструмента. Минск: Беларуская Навука, 2010. - 171 с.

2. Позняк Л.А. Инструментальные стали. К.: Наукова думка, 1996. - 488 с.

3. Лебедева Н.В. Современные штамповые стали для горячего прессования // Балтийские металлы. 2003. - № 1. - С. 7-9.

4. А.А. Кругляков, С.А. Никулин, В.М. Хаткевич, С.О. Рогачев. Новые направления в исследовании штамповых сталей с регулируемым аустенитным превращением при эксплуатации (стали с РАПЭ) // Научно-технический семинар «Бернштейновские чтения по термомеханической обработке металлических материалов». Москва. 28-30 октября 2014 г. Сборник тезисов. – М: НИТУ «МИСиС», 2014. - С. 50-51.

5. А.А. Кругляков, С.А. Никулин. Структура и особенности деформационного упрочнения штамповых сталей с регулируемым аустенитным превращением // Деформация и разрушение материалов. - 2014. - № 11. - С. 23-25.

6. А.А. Кругляков. Влияние легирующих элементов на упрочнение штамповых сталей в аустенитном состоянии при высокотемпературной пластической деформации // Деформация и разрушение материалов. - 2019. - № 3. - С. 28-32.

7. A.A. Krugljakow, S.A. Nikulin, S.O. Rogachev, V.M. Khatkevich, N.V. Lebedeva. Effect of thermomechanical treatment with multiple plastic deformation on the nanophase hardening of die steel with regulated austenitic transformation // Scientific proceedings of the scientific-technical union of mechanical engineering. - 2015. - V. 19/182. - P. 10-15.

8. Озерский А.Д., Кругляков А.А., Панова Г.А. Структурно-фазовые превращения и механические свойства стали ЭП930 при закалке и отпуске // Технология судостроительного производства: Сб. научн. трудов. Л.: Изд. ЛКИ, 1984. - С. 82-90.

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ СИНТЕЗА КЛИНОПТИЛОЛИТА ИЗ ПРИРОДНОГО ЦЕОЛИТА НАХЧЫВАНА

Мамедова Г.А.
Нахчыванское отделение Национальной Академии Наук Азербайджана Институт Природных Ресурсов, г. Нахчыван, Азербайджанская Республика,
gunelmamadova@mail.ru

На основе природного цеолита Нахчывана Кюкючайского месторождения был синтезирован практически важный цеолит клиноптилолит. В качестве исходного образца был использован природный цеолит Нахчывана с минералогическим составом: морденит 78,5%, кварц 19,5 % и анортит 2,00 %. Образцы тщательно промывались дистиллированной водой и сушились при 150°C в течение 3 часов.

Содержание морденита, оценивали по интенсивности его базовых дифракционных отражений со значениями межплоскостных расстояний d = 13,56 Å, 5,76 Å, 4,35 Å, 2,88 Å. Совпадение (в пределах ошибок эксперимента) опытных и табличных значений d и относительной интенсивности линий однозначно указывает на доминирующую в образцах морденитовую фазу. На дифрактограмме наблюдаются пики, соответствующим межплоскостным расстояниям d = 3.34Å, 2,45Å, 2,28Å, 2,12 Å, которые являются свидетельством наличия в данном образце двуокиси кремния SiO_2 α-кварца, а d = 4,30Å, 3,60Å, 3,40Å 3.19Å – анортита.

Элементный состав природного минерала представлен в таблице 1.

Таблица 1 - Процентное содержание оксидов и элементов в составе природного цеолита

Элемент	Весовой %	Атомный %	Количество оксидов %	Формула
Na	0,42	0,37	0,56	Na_2O
Mg	0,38	0,32	0,63	MgO
Al	4,49	6,59	8,48	Al_2O_3
Si	40,53	29,33	86,71	SiO_2
K	0,75	0,39	0,90	K_2O
Ca	1,14	0,58	1,59	CaO
Fe	0,87	0,32	1,12	FeO
O	51,42	65,32		
Итог	100,00			

Гидротермальная модификация была проведена в автоклаве типа «Мори» объемом 18 $см^3$ в термальном растворе LiOH в присутствии минерализатора LiCl, коэффициент заполнения автоклавов F=0.8. Опыты по гидротермальной кристаллизации проводились без создания температурного градиента и без перемешивания реакционной массы. Отношение твердой фазы к жидкой 1:10.

Индивидуальная фаза – клиноптилолит была получена в следующих условиях: природный морденит+LiOH+LiCl; концентрация LiOH – 5-20 %; концентрация LiCl – 5-10 %; температура обработки 200−300^{0}C; время обработки – 1-50 часов.

Идентификация исходного материала и полученного продукта – клиноптилолита проведена рентгенографическим, термогравиметрическим, ИК-спектроскопическим и элементным методами анализа.

В экспериментах использовали установку рентгеновский анализатор 2D PHASER «Bruker» (CuK_α-излучение, 2θ=20-80^0). ИК-спектроскопические исследования проводились на ИК-спектрометре «Nicolete IS-10» в диапазоне частот 400–5000 $см^{-1}$. Образцы исследуемых цеолитов готовили таблетированием с KBr в воздушной среде в соотношении 1 мг цеолита/400 мг KBr с помощью ручного пресса «Spectroscopic Creativity Pike Technologies». Полученный порошок прессовался в таблетку диаметром 1 мм. Элементный анализ провели в аппарате «Launch of Trition XL ditution refrigerator – Oxford instrument». Дериватографические исследования провели в «Q-дериватограф-

1500-Д» - венгерской фирмы МОМ в динамическом режиме в области температур 20-1000^{0}С.

Клиноптилолит кристаллизуется в моноклинной сингонии с параметрами элементарной ячейки a=17,66 Å; b=17,91 Å; c=7,41 Å.

Результаты рентгенографического анализа и дифрактограмма клиноптилолита представлены на рисунке 1 и в таблице 2, соответственно.

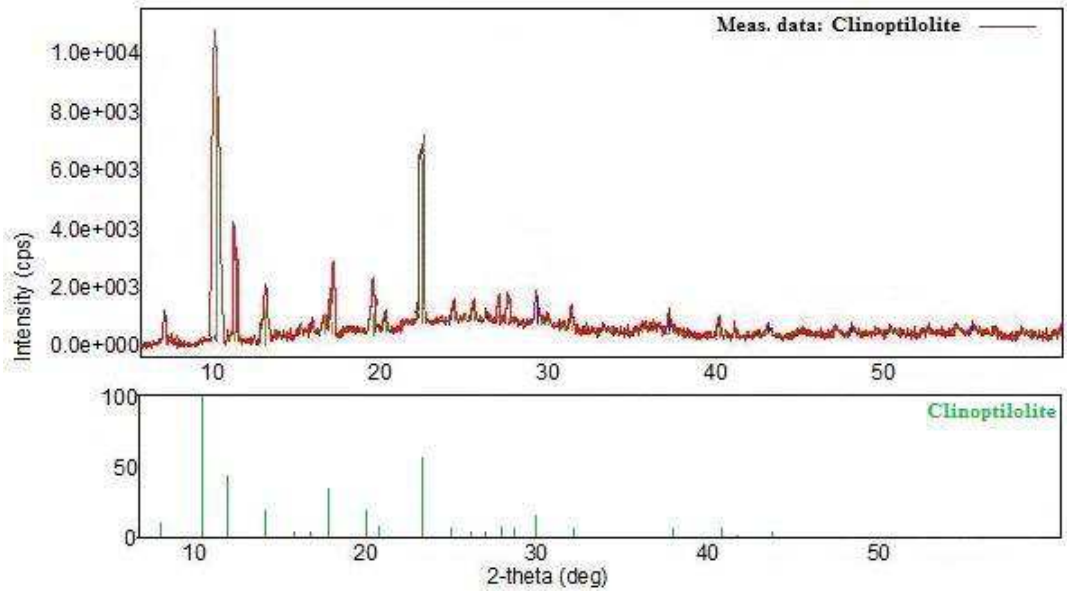


Рисунок 1 - Дифрактограмма клиноптилолита

Таблица 2 - Рентгенографические данные полученного клиноптилолита

Клиноптилолит			
$d_{экс}$, Å	$I_{отн}$	hkl	$d_{выч}$, Å
11,86	10	110	11,85
8,95	100	020	8,95
7,91	40	200	7,90
6,78	20	201	6,78
5,11	30	111	5,12
4,65	20	131	4,60
4,35	10	401	4,32
3,97	60	131	3,97
3,89	65	240	3,89
3,74	10	241	3,70
3,55	20	312	3,54
3,49	10	150	3,49
3,42	40	222	3,41
3,32	10	002	3,32
3,17	30	422	3,17
3,12	20	441	3,12
2,97	80	151	2,97
2,79	20	621	2,78
2,72	40	061	2,72
2,55	10	222	2,55
2,35	10	312	2,30
1,98	10	800	1,99

Методом термографического анализа установлена область дегидратации, содержание воды и термостабильность клиноптилолита. Кривые ДТА и ТГ представлены на рисунке 2.

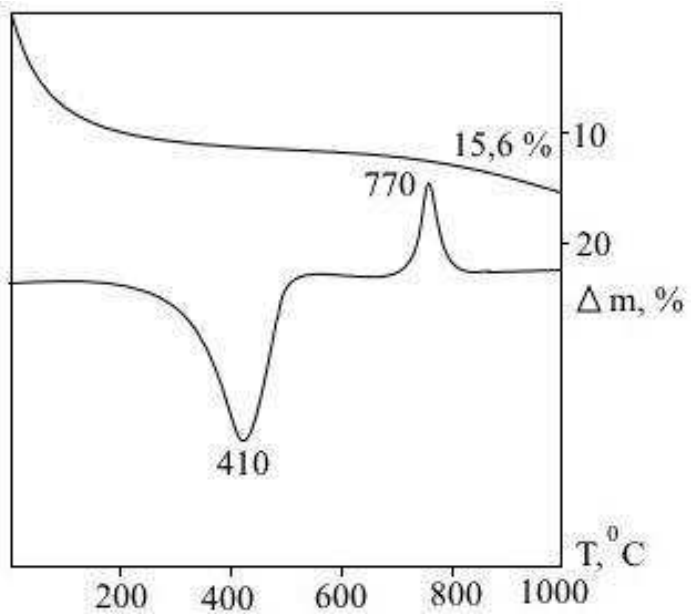


Рисунок 2 - Кривые ДТА и ТГ клиноптилолита

Кривые ДТА характеризуется одним эндотермическим и одним экзотермическим эффектами.

Эндотермический эффект относится к дегидратации образца, дегидратации подвергается гидратная оболочка из окружения катиона (с максимумом 410^0C), при которой потеря массы по кривой ТГ составляет 15,6 %.

Экзотермический эффект, обнаруженный при температуре с максимумом 770^0C, по данным рентгенофазового анализа, относится к разрушению кристаллической решетки цеолита.

Относящийся к группе тонкопластинчатых цеолитов, клиноптилолит очень стабилен к дегидратации, после которой хорошо адсорбирует H_2O, CO_2 и др. Достаточная техническая прочность клиноптилолита, устойчивость к действию высоких температур, агрессивных сред и ионизирующих излучений, селективность к крупным катионам щелочных, щелочноземельных, редких, рассеянных и некоторых тяжелых металлов, поглощающая способность и ситовый эффект – все это обуславливает широкое использование минерала. С увеличением концентрации кислоты кислотное декатионирование с образованием Н-форм сменяется извлечением алюминия и обменных катионов в жидкую фазу. В последнее время для решения практических задач водоочистки стали применяться цеолиты клиноптилолитовой структуры.

НЕКОТОРЫЕ ВОДОРОДНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И ПЕРСПЕКТИВЫ (обзор)

Гольцова М.В.
Белорусский национальный технический университет, Минск, Республика Беларусь
mgoltsova@bntu.by

Водород практически всегда присутствует в кристаллической решетке металлов и сплавов, благодаря его малому атомному диаметру и высокой диффузионной подвижности. Известный своим негативным влиянием на прочность сплавов, водород при определённых условиях может быть применен для улучшения структуры и свойств металлических сплавов («водородная обработка материалов», см. в [1,2]). В этом докладе рассмотрены примеры технологий, в которых с помощью водородного воздействия целенаправленно достигаются улучшения структуры и свойств металлов и сплавов.

1. *Термоводородная обработка титановых сплавов.*

Титан – это материал, с которого началось рассмотрение возможности применения водорода для позитивного воздействия. Вследствие того, что титан склонен к водородной хрупкости, нормы содержания водорода в титановых сплавах установлены на уровне меньше, чем (0,002–0,003) мас.%. Поэтому термоводородная обработка (ТВО) титана обязательно включает в качестве заключительного этапа вакуумный отжиг для удаления водорода из металла до безопасных концентраций. Условия наилучшего влияния водорода на титановые сплавы в течение десятилетий систематически изучались в работах ученых разных стран мира. Технологии термоводородной обработки (ТВО) титановых сплавов обобщены в [3].

Кратко, (ТВО) титана включает в себя водородное пластифицирование для повышения технологичности титановых сплавов и термоводородную обработку для формирования в полуфабрикатах и изделиях оптимального структурного состояния. Она состоит из трех стадий:

1. исходное наводораживание металла до заданных концентраций водорода;
2. технологическое воздействие на металл;
3. вакуумный отжиг для удаления водорода из металла до безопасных концентраций.

Результаты, которые дает ТВО титановых сплавов, обусловливают ее применение на практике. Так, в экономно легированных (α+β)-сплавах при обратимом легировании водородом имеет место образование структуры с размером зерен меньше одного микрона, что повышает их прочностные характеристики. Разработаны и используются:

- водородные технологии холодной листовой прокатки и холодной листовой формовки изделий из высокопрочных титановых сплавов;
- водородная технология тёплой листовой прокатки жаропрочных титановых сплавов;
- водородная технология горячей пакетной листовой прокатки фольги из жаропрочного интерметаллидного титанового сплава на основе α-фазы.

2. *Водород в литейном производстве алюминиевых сплавов*

Водородные технологии в литейном производстве учитывают особенности взаимодействия конкретного материала с водородом. В оптимальном количестве водород изменяет форму и характер распределения фаз Mg_3Al_2, $CuAl_2$, а также уменьшает величину α-зерен [4]. Нужная концентрация водорода в алюминиевых сплавах обеспечивается разными способами наводораживания шихты. Для сплавов Al–11%Mg и Al27-1 используется предварительное наводораживание магния, что обеспечивает повышение пластичности и прочности. Предварительное наводораживание путем обработки расплава паром длительностью от 5 до 25 минут приводит к увеличению предела прочности на 20–30%, а относительного удлинения – на 15–45% для сплавов Al–5%Cu, Al–7%Cu, Al–3%Fe, Al–2,4%Fe. Столь же сильное

изменение свойств достигается также и в сплавах Al–Ti, Al–Si, Al–Ni.

3. *Водородная обработка сварных соединений*

Для производства сварных соединений тех металлов и сплавов, чьи структура и свойства могут быть улучшены с помощью водородного воздействия, можно применить водородную обработку сварных швов. Так, например, обычная термическая обработка сварных швов титановых сплавов не может полностью ликвидировать неоднородность структуры и механических свойств; кроме того, комплекс механических свойств сварных швов титановых сплавов, как это часто и бывает в металлах со сварными соединениями, в целом понижен по сравнению с механическими свойствами основного металла. Наводораживающий отжиг и регламентированное по скорости охлаждение сварных швов титановых сплавов приводят к формированию во всех зонах мелкодисперсной структуры, а последующий вакуумный отжиг удаляет водород из сплава. Такая обработка применяется как для сплава ВТ20, так и для литейного титанового сплава ВТ6Л. Например, для сплава ВТ6Л прочность сварного соединения в результате ТВО возрастает на 20%, значения пластичности и ударной вязкости сохраняются на том же уровне, циклическая долговечность увеличивается в 2–2,5 раза [5].

4. *Сплавы для мембранной технологии*

Высокочистый водород необходим для производства полупроводников, применения в термоядерной энергетике, металлургической промышленности и некоторых других отраслях. И хотя к настоящему времени разработано немало способов производства водорода, что связано с развитием *водородной энергетики*, водород с чистотой 99,9999% может быть получен только с использованием металлических (палладиевых) мембран. Их работа основана на уникальном проникновении водорода в кристаллическую решетку палладия и высоком коэффициенте диффузии водорода.

Водород в палладии, от природы изоморфном металле, вызывает *искусственный полиморфизм*. Явление искусственного полиморфизма заключается в том, что при проникновении водорода в металл при определенных условиях происходит образование гидридов, и, соответственно, возникает способность металла претерпеть гидридное превращение и водородофазовый наклеп (ВФН). ВФН не только приводит к увеличению прочности и уменьшению пластичности неполиморфных металлов [6], изменяет тонкую структуру палладия, не влияя на зеренную [7], но и обуславливает замедление дегазации водорода из сплавов PdH_x, так, что при определенной степени ВФН дегазация полностью прекращается и гидрид палладия становится стабильным при выдержке на воздухе [8].

Явление ВФН открывает широкие возможности для воздействия и формирования свойств сплавов. При этом, систематическими исследованиями показано, что для гидридов системы Pd–H исключительно важным фактором является *путь их получения*. Если гидрид палладия получен с осуществлением гидридного превращения, то он оказывается высокопрочным и малопластичным материалом. Так, механические испытания образцов, претерпевших 100% фазового превращения, показали, что водородофазонаклепанный гидрид палладия имеет высокие прочностные свойства: $\sigma_в$ =243 Н/мм^2; $\sigma_{0,2}$ =178 Н/мм^2 и практически полную потерю пластичности – δ = 1,8% [9]. Однако гидрид палладия, полученный путем медленного насыщения палладия водородом «в обход» купола двухфазного состояния, то есть, без осуществления гидридного превращения, напротив, оказался малопрочным и высокопластичным материалом. Его механические свойства ($\sigma_в$ =200 Н/мм^2; $\sigma_{0,2}$ =31 Н/мм^2; δ =34%) в целом оказались близки к свойствам чистого отожженного палладия, а относительное удлинение практически соответствовало уровню

отожженного палладия. Этот экспериментально зарегистрированный результат является тем более удивительным и важным с точки зрения технологических свойств сплавов, поскольку обычно гидриды рассматривались как высокохрупкие материалы.

Таким образом, при многочисленном количестве научных работ, публикуемых в области взаимодействия водорода с металлами и сплавами, до сих пор существуют неизученные аспекты влияния водорода на металлические материалы, с помощью которых можно усовершенствовать уже существующие технологии или создать новые. Подробнее о теории и технологии водородной обработки материалов можно прочитать в [10,11].

Список использованных источников

1. Progress in Hydrogen Treatment of Materials. Donetsk–Coral Gables: Kassiopeya Ltd., 2001. – 543 p.
2. Альтернативная энергетика и экология. Международный научный журнал. Спецвыпуск, 2014. – 238 с.
3. Ильин А.А. Водородная технология титановых сплавов/ А.А. Ильин, Б.А. Колачев, В.К. Носов, А.М. Мамонов / Под общ. редакцией А.А Ильина. – М. : МИСиС, 2002. – 392 с.
4. Котлярский Ф.М. О двойственной роли водорода в процессах формирования отливок из алюминиевых сплавов / Ф.М. Котлярский., Г.П. Борисов // В кн.: «50 лет в Академии наук Украины: ИЛП, ИПЛ, ФТИМС». – Киев : Редакция журнала «Процессы литья», 2008. – 500 с.
5. Лясоцкая В.С. Термическая обработка сварных соединений титановых сплавов. – М. : Экомет, 2003. – 352 с., Глава 7. Термоводородная обработка сварных соединений титановых сплавов. – С. 322.
6. Гольцов В.А. Явления, обусловленные водородом и индуцированными им фазовыми превращениями // Взаимодействие водорода с металлами / Отв. ред. А.П. Захаров. – М. : Наука, 1987. – 295 с. – Гл.9. – С. 264–292.
7. Гольцова М.В. Изменение зеренной и тонкой структуры палладия в результате водородофазового наклепа / М.В. Гольцова, Г.И. Жиров // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2007. – №3 (621). – С. 49–54.
8. Гольцова М.В. Влияние степени водородофазового наклепа на кинетику дегазации водорода из гидрида палладия // Металлофизика и новейшие технологии. – 2017. – Т.39, №4. – С. 465–475.
9. Гольцова М.В. Модуль упругости и нанотвердость ненаклепанного гидрида палладия / М.В. Гольцова, Е.Н. Любименко, Г.Н. Толмачева, Г.И. Жиров // Металлофизика и новейшие технологии. – 2015. – Т.37, №8. – С. 1135–1146.
10. Гольцова М.В., Жиров Г.И. Основы водородной обработки материалов (обзор). / В кн.: «Актуальные проблемы прочности: монография». В 2-х т. Т.2. / Под ред. В.В. Рубаника. – Витебск: УО «ВГТУ», 2018. – 512 с. – Гл. 16. – С. 329–352.
11. Гольцова М.В. Водородные технологии в литье и металлургии: настоящее и будущее (обзор) // Литье и металлургия. – 2018. – №4. – С. 145–154. https://doi.org/ 10.21122/1683-6065-2018- 4-145-154.

МОДИФИКАЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ ВОЛОКОН ХИТОЗАНА ЭЛЕКТРОПРОВОДЯЩИМ ПОЛИПИРРОЛОМ

Дресвянина Е.Н.[1,2], Розова Е.Ю.[3], Иванькова Е.М.[1,3], Смирнова Н.В.[3], Москалюк О.А.[2], Юдин В.Е.[1,3], Алешин А.Н.[4]

[1] *Санкт-Петербургский государственный политехнический университет Петра Великого, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул. д. 29, 195251, Россия*

[2] *Санкт-Петербургский государственный университет промышленных технологий и дизайна, г. Санкт-Петербург, ул. Большая Морская, 18, 191186, Россия*

[3]*Институт высокомолекулярных соединений РАН, г. Санкт-Петербург, Большой пр. В. О., 31, 199004, Россия*

[4]*Физико-технический институт имени А.Ф.Иоффе, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул., 26, 194021, Россия*

elenadresvyanina@gmail.com

Создание материалов, способных заменить утраченный орган или его части является основной задачей тканевой инженерии. Такие материалы должны обладать биосовместимостью, отсутствием гено- и цитотоксичности как самих полимеров, так и продуктов их разложения. Они должны способствовать хорошей адгезии и пролиферации клеток и стимулировать регенерацию ткани. В то же время под действием активной биологической среды после имплантации в живой организм биоматериалы должны резорбировать [1]. Поскольку в таких биологических процессах как регенерация тканей, движение мышц, протекание клеточных процессов участвуют электрические сигналы, то подобные материалы должны обладать электрической проводимостью. [2]. Современные разработки в области материаловедения в данном направлении включают получение различных полимерных структур, в том числе одномерных матриц (волокон, нитей) для дальнейшего воссоздания нервной, мышечной ткани, сухожилий, связок.

В настоящее время для создания биоматериалов используют природные и синтетические полимеры. Одним из наиболее перспективных среди них является хитозан – полисахарид, получаемый из природного полимера хитина, обладающий необходимым комплексом биологических свойств. В качестве электропроводящих полимеров в биотехнологиях используют полипиррол, полианилин, политиофен [3].

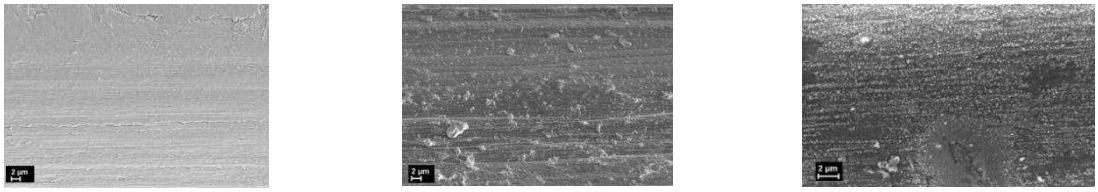
Целью данного исследования является разработка способа получения композиционных волокон на основе хитозана и полипиррола (ППир), обладающих электропроводящими свойствами.

Волокна формовали по коагуляционному методу [4-6] из 4-х% раствора хитозана (Biolog Heppe Gmbp, Германия, ММ $1.64\cdot10^5$-$2\cdot10^5$, СД 92,4%) в 2-м% растворе уксусной кислоты.

Слои полипиррола формировали на поверхности полученных волокон хитозана методом окислительной полимеризации [7]. В качестве окислителя использовали 1М раствор $FeCl_3 6H_2O$. Известно, что материалы из хитозана обладают высоким сорбционным свойствами и хорошо набухают в воде, в то же время практически не набухают в метаноле. В связи с этим, растворы окислителя готовили в воде и метаноле, предполагая, что выдерживание волокон в данных растворах может оказать существенное влияние как на количество сорбированного окислителя, так и на структуру слоя ППир, образующегося на поверхности волокна. Полимеризацию пиррола проводили в газовой фазе мономера. Выбранный метод позволяет исключить образование ППир в объеме полимеризационной среды и проводить реакцию непосредственно на поверхности волокон.

Проведенные электронно-микроскопические исследования показали, что в случае использования в качестве окислителя раствора $FeCl_3$ в воде, образование слоя ППир на поверхности волокон не является равномерным (рис.1 б), ППир не покрывает полностью поверхность волокон и, как видно на микрофотографиях, на композитах остаются участки, соответствующие исходному волокну. Увеличение времени полимеризации приводит к образованию дефектов в виде трещин и «наростов».

В случае использования в качестве окислителя раствор $FeCl_3$ в метаноле, поверхность волокон выглядит ровной и однородной уже при малых временах обработки окислителем и полимеризации (рис.1 в). Это связано с тем, что волокно хитозана не набухает в метаноле, что приводит к формированию более плотной и равномерной структуры поверхности волокна, на которой в процессе реакции полимеризации образуется равномерный и однородный слой ППир. Увеличение времени полимеризации, как и в первом случае, приводит к образованию дефектов.



а б в

Рисунок 1 – Микрофотографии поверхности хитозанового волокна (а) и волокон, выдержанных в растворах хлорида железа в воде в течение 24 ч (б) и метаноле (в) в течение 2 ч. Время полимеризации 24 ч

Равномерность и однородность слоя ППир на поверхности волокон хитозана являются определяющим фактором для электропроводности полученных композитов. Для определения значений удельного электрического сопротивления композиционных волокон были измерены вольт-амперные характеристики (ВАХ). Удельное объемное электрическое сопротивление образцов вычислялось по формуле:

$$\rho_V = \frac{U}{I} \cdot \frac{\pi \cdot D^2}{4L},$$

где U – напряжение, измеренное из прямолинейного участка ВАХ композитов, В; I – сила тока, измеренное из прямолинейного участка ВАХ композитов, А; D – диаметр образца, м; L – расстояние между электродами.

Полученные данные показали, что наибольшее значение электропроводности $3 \cdot 10^0$ См/см было получено для образца, обработанного раствором $FeCl_3$ в метаноле. Для всей серии образцов, независимо от типа окислителя, электропроводность увеличивается с увеличением времени полимеризации.

Для всех образцов были измерены механические характеристики: разрывная прочность (σ), удлинение при разрыве (ε) и модуль упругости (E).

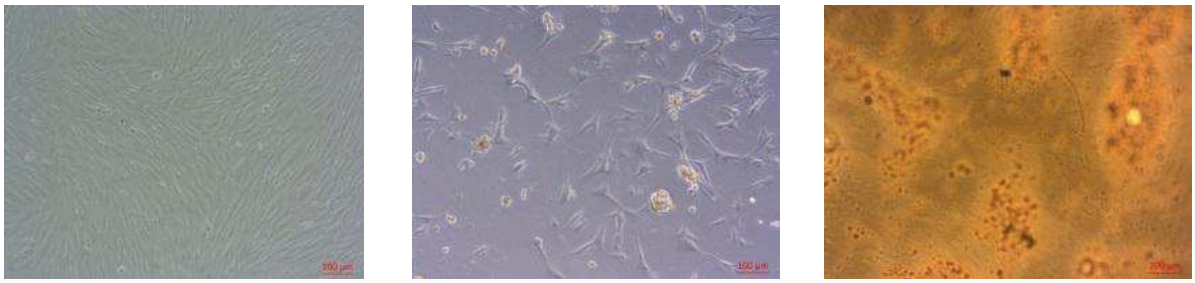
Полученные результаты подтверждают данные электронно-микроскопических исследований: при небольших временах обработки волокон раствором окислителя в воде и последующей полимеризацией пиррола не происходит изменение механических характеристик композита по сравнению с исходным волокном (σ=171 МПа, ε=6,7% и E=10ГПа). Увеличение продолжительности обработки раствором окислителя и времени полимеризации приводит к заметному падению, как разрывной прочности, так и удлинения с одновременным ростом модуля упругости (σ=115 МПа, ε=4% и E=13 ГПа при полимеризации 48 ч). Это связано с тем, что при обработке волокна водным раствором окислителя, оно сильно набухает и, в процессе полимеризации, формирование слоя жесткоцепного ППир происходит не только на поверхности волокон хитозана, но и в приповерхностном слое. Это, с одной стороны, делает волокно более жестким, о чем свидетельствует увеличение модуля упругости, с другой стороны, «охрупчивает» волокно, что приводит к падению разрывного напряжения и удлинения.

Для композиционных образцов, полученных обработкой исходного волокна раствором окислителя в метаноле, наблюдали увеличение σ и E до значений σ = 180 MPa и E=12GPa, соответственно, при падении ε до 4,8% . Более высокая прочность композиционного волокна по сравнению с исходным связана с образованием равномерного бездефектного слоя жесткоцепного ППир на поверхности и, как следствие, увеличение прочности и жесткости композита.

В работе была изучена адгезия, распластывание, а также последующая пролиферация и рост фибробластов. Биосовместимость и количество жизнеспособных клеток оценивалась методом МТТ. Все измерения проводили в трех повторах, и для

определения значительных различий ($p<0,05$) использовали t-тест между матрицами хитозан-ППир и хитозана. Для проведения исследования использовали человеческие дермальные фибробласты, полученные из свежей биопсии кожи (Институт Цитологии РАН) и находящиеся на 12 пассаже.

Было показано, что оптическая плотность растворов (рис. 2) с композитными пленками хитозан-ППир (0,145±0,013) выше, чем для растворов с пленками из чистого хитозана (0,095±0,008). Это свидетельствует о том, что композитные пленки хитозан-ППир содержат большее количество жизнеспособных клеток, и соответственно, обладают большей биосовместимостью.



Контроль Хитозан Хитозан-Ппир

Рисунок 2 – Морфология и пролиферационная активность фибробластов на поверхности исследуемых пленок

Работа выполнена при финансовой поддержке РНФ, грант № 19-73-30003

Список литературы:

1. И.П. Добровольская, В.Е. Юдин и др. Полимерные матрицы для тканевой инженерии. С-Пб.: Издательско-полиграфическая ассоциация университетов России. 2016. 224 с.

2. J. Yang, G. Choe et al. Polypyrrole-incorporated conductive hyaluronic acid hydrogels // Biomaterials Research. 2016. P.20-31.

3. M. Mozafari, M. Mehraien, et al. Nanocomposites. New Trends and Developments. September 27th 2012. Chapter 14. P369-392.

4. E. Dresvyanina, A. Yudenko et.al. The molecular mass effect on mechanical properties of chitosan // Vlakna a Textil. 2018. V.25 (2). PP. 27-31.

5. Е.Н.Дресвянина, И.П. Добровольская и др. Влияние условий формования на свойства хитозановых волокон // Химические волокна. 2012. №5. С. 20-23.

6. Е.Н. Маевская, Е.Н. Дресвянина и др. Механические свойства хитозановых нитей, полученных при различных условиях их формования по коагуляционному методу // Журнал технической физики. 2018. Т. 88, Вып. 9, С.1366-1370.

7. G.A. Tishchenko, M.Bleha et. al. Porosity and Diffusion Permeability of Polyethylene Membranes Modified with Polypyrrole // Polymer Science, Ser. A, Vol. 42, No. 2, 2000, pp. 230–235.

ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ БОЛЬШОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ В КАМЕРЕ БРИДЖМЕНА НА ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ТЕХНИЧЕСКИ ЧИСТОГО ТИТАНА

Шурыгина Н.А.[1], **Черетаева А.О.**[1], **Глезер А.М.**[2], **Дьяконов Д.Л.**[1], **Сундеев Р.В.**[3], **Медведева А.Д.**[3]

[1] *ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина», Москва, Россия, shnadya@yandex.ru*

[2] *ФГАОУ ВПО «НИТУ «МИСиС»», Москва, Россия*

[3] *ФГБОУ ВО «РТУ МИРЭА», Москва, Россия*

В различных областях техники и медицины использование чистого титана предпочтительнее из-за высокой его биосовместимости, коррозионной стойкости и отсутствия в нем токсичных элементов. Повышение прочности чистых металлов, в том числе титана, до уровня прочности сильно легированных сплавов возможно путем различных экстремальных воздействий на объемный материал. К таким воздействиям можно отнести большую пластическую деформацию и деформирование при низких (криогенных) температурах. Целью работы является анализ эволюции дефектной структуры поликристаллического титана в процессе кручения под высоким гидростатическим давлением (КВД) при различных (комнатных и криогенных) температурах деформации, а также влияние такой структуры на механические и электрохимические свойства.

В качестве материала для исследования был выбран технически чистый титан ВТ1-0, в котором на процессы структурообразования при пластической деформации в минимальной степени влияют атомы примесей или избыточные фазы. Образцы в виде пластин толщиной 50 мкм были подвергнуты КВД (6 ГПа) в камере Бриджмена при комнатной температуре (293 К) и при температуре кипения жидкого азота (77 К) со скоростью вращения подвижного бойка 1 об/мин и при числе полных оборотов подвижной наковальни N = 1/4; 1/2; 1; 2; 3 и 4.

Установлено протекание фазового превращения $\alpha \Rightarrow \omega$ мартенситного типа, которое реализуется при критическом значении деформации N_{cr} = ¼ при 293 К и N_{cr} = 1 при 77 К. Установлено, что параметры решетки кристаллов α фазы (a = 0.2954 ± 0,0006 нм, c= 0.4683 ± 0,0005 нм), и ω фазы (a = 0.4618 ± 0,0006 нм, c = 0.2,826 ± 0,0005 нм) практически не зависят как от температуры, так и от величины КВД.

Показана применимость к описанию дефектных структур, формирующихся в процессе КВД при комнатной и криогенной температурах модели «двухфазной смеси», состоящей из деформационных фрагментов и рекристаллизованных зерен. Протекание в процессе КВД при криогенных температурах процессов непрерывной динамической рекристаллизации объяснено с позиций заметного влияния тепловых диссипативных эффектов.

Оптимальной обработкой титанового сплава ВТ1-0 в камере Бриджмена при комнатной температуре с точки зрения коррозионных и механических свойств является деформация по режиму N = 2. Деформация при криогенной температуре увеличивает твердость и коррозионную стойкость материала: E_{cor} образцов после деформации при 77 К более электроположительны, чем после деформации при 293 К и исходном образце. Однако, при анодной поляризации данные образцы полностью не пассивируются после пика растворения, в отличие от образцов подвергнутых деформации при комнатной температуре.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (грант № 18-08-00640а).

НОВЫЕ АЛЮМИНИЕВЫЕ СПЛАВЫ ЭВТЕКТИЧЕСКОГО ТИПА С ПОВЫШЕННОЙ ПЛАСТИЧНОСТЬЮ

Наумова Е.А.
НИТУ «МИСиС»,
ФГБОУ ВО "МГТУ "СТАНКИН, г. Москва, Россия
jan73@mail.ru

Алюминиевые сплавы, сегодня используемые в промышленности, делятся на две большие группы: деформируемые и литейные [1]. Деформируемые сплавы в литом состоянии имеют структуру, состоящую из зерен алюминиевого твердого раствора и небольшого количества избыточных фаз по границам зерен. Литейные свойства таких сплавов невысоки из-за широкого интервала кристаллизации. Из литейных сплавов наиболее широко используются силумины, которые обладают невысокими характеристиками пластичности из-за содержащихся в их структуре хрупких кристаллов кремния [1].

В книге [2] собрана информация об исследованных нами системах (Al-Ni, Al-Ce, Al-Cu, Al-Ni-Ce, Al-Ni-Fe и др.), на основе которых можно создавать сплавы эвтектического типа, высокотехнолошичные не только при литье, но и при пластической деформации (горячей и холодной прокатке, штамповке, волочении и др.). Все эти системы эвтектические, а поэтому, имеются сплавы с минимальным интервалом кристаллизации (эвтектические), обладающие наилучшими литейными свойствами. Общим для сплавов всех этих систем является то, что их структура в литом состояние намного более тонкая, чем у силуминов поэтому, при выплавке, нет необходимости использовать компоненты-модификаторы структуры. Кроме того, объемная доля эвтектических интерметаллидов в эвтектических сплавах намного выше, чем кремния в силуминовой эвтектике. Чтобы эти интерметаллиды не снижали пластичность, сплавы подвергают специальному сфероидизирующему отжигу. После отжига структура сплава напоминает композит – округлые частицы интерметаллидных фаз сравнительно равномерно распределенные в пластичной алюминиевой матрице (алюминиевом твердом растворе (Al)) [2]. Отожженные таким образом слитки можно прокатывать вгорячую, а затем, после непродолжительного отжига, и вхолодную. Например, сплавы на основе алюминиево-никелевой эвтектики (никалины) можно деформировать с общими обжатиями более 90%. Поскольку никель является дорогостоящим компонентом, весьма актуальной задачей является поиск подобных, но более дешевых композиций.

За последние пять лет интерес исследователей сосредоточился на сплавах систем Al-Ca и Al-Ca-X (где X – это Fe, Si, Mg, Zn, Mn, Zr, Sc и др.).

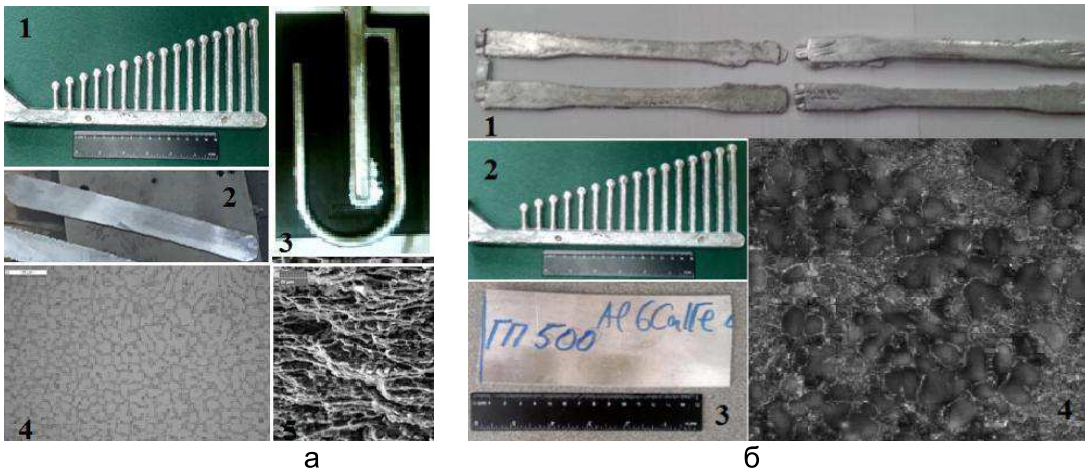
В системе **Al-Ca** эвтектическая точка соответствует 7,6%Ca при 617°C [2,3]. В доэвтектических сплавах структура состоит из первичных дендритов алюминиевого твердого раствора (Al) и эвтектики [(Al)+Al_4Ca]. Размер частиц фазы Al_4Ca в эвтектике в литом состоянии порядка 0,5-2,5 мкм, дендриты (Al) – порядка 0,5-1,5 мкм. В процессе нагрева от 450 до 600°C каркас из Al_4Ca дробится на округлые фрагменты, размер которых при температурах 550-600°C увеличивается примерно до 3-5 мкм. Такой нагрев (отжиг) необходим для повышения пластичности сплавов, поскольку в литом состоянии в эвтектическом сплаве содержится около 30 масс.% хрупкого соединения Al_4Ca. Технологические свойства доэвтектических и эвтектического сплавов при литье не уступают свойствам силуминов, а в отожженном состоянии эти сплавы также высокотехнологичны при горячей и холодной обработке давлением [4].

Прочностные свойства двойных алюминиево-кальциевых сплавов не высоки: предел прочности порядка 200-220 МПа, при относительном удлинении от 12 до 15%. Поэтому всегда стоит вопрос о том, чем легировать алюминиевый твердый раствор с целью увеличения прочности сплавов. Известно, что весьма эффективно упрочняют твердый раствор алюминия Zr и Sc, которые при дисперсионном твердении образуют наноразмерные частицы фазы типа $L1_2$(Al_3Zr, Al_3Sc, Al_3(Zr,Sc)). Также добавка марганца может вносить вклад в упрочнение при выделении частиц фазы Al_6Mn. И хотя марганец не столь эффективно упрочняет твердый раствор, как цирконий и

скандий, но применительно к сплавам системы Al-Ca нами был установлен факт, что он повышает дисперсность эвтектики. Цирконий и скандий входят в алюминиевый твердый раствор в процессе кристаллизации и не оказывают какого-либо влияния на вид литой структуры. При дальнейших технологических нагревах алюминиевый твердый раствор распадается с выделением наноразмерных соединений циркрния и скандия, что и приводит к упрочнению. При этом отсутствует необходимость проводить закалку, что сокращает технологический процесс [5]. Сплавы системы Al-Ca-Mn-Zr-Sc имеют литейные свойства (горячеломкость и жидкотекучесть) не хуже, чем двойные Al-Ca сплавы (Рис.1а). Кроме того, слитки возможно подвергать горячей пластической деформации без предварительного сфероидизирующего отжига из-за высокой дисперсности эвтектических кристаллов фазы Al_4Ca. Предел прочности образцов горячего листового проката сплава Al-3Ca-1Mn-Zr-0.3Sc 230-270 МПа, относительное удлинение 11-14%. Холодная пластическая деформация также возможна.

Известно, что железо в алюминиевых сплавах является вредной примесью из-за образования грубых иголок фазы Al_3Fe [1]. Однако, при исследовании сплавов системы Al-Ca-Fe, было выявлено тройное соединение $Al_{10}CaFe$. В структуре кальций-содержащих сплавов эта фаза входит в состав тройной эвтектики, имеет компактную форму и ее частицы после сфероидизирующего отжига не отличаются от частиц фазы Al_4Ca. Из сплава Al6Ca1Fe методом литья под давлением получены стандартные плоские разрывные образцы. Их механические свойства характеризуются высокой стабильностью, при этом временное сопротивление превышает 200 МПа. Сплав имеет высокие литейные свойства и его можно прокатывать при температуре 500°С (Рис.1б) [6].

Легирование алюминиево-кальциевых сплавов традиционными упрочнителями, цинком и магнием, позволяет получить в горячекатаных листах в состоянии Т6 (закалка и искусственное старение) механические свойства не хуже, чем у стандартных сплавов 7ххх серии (предел прочности 450-550МПа, относительное удлинение 1-3%. Но, в отличие от высокопрочных деформируемых сплавов, сплавы с кальцием настолько же технологичны при литье, как и широко применяемые силумины типа А356 (Рис.2) [7,8].



а б

Рисунок 1 - Литые и деформированные полуфабрикаты из алюминиево-кальциевых сплавов: а) сплав Al–4Ca–1Mn-0,3Sc: 1- проба на горячеломкость «арфа»; 2 - горячий прокат; 3 – U-образная проба на жидкотекучесть; 4- микроструктура сплава после литья и сфероидизирующего отжига; 5 - структура излома после горячей прокатки (Т=450ºС); б) сплав Al–6Ca-1Fe: 1- разрывные образцы, полученные литьем под давлением; 2- проба на горячеломкость «арфа»; 3 – горячий прокат; 4- микроструктура (литье под давлением)

В целом, основными преимуществами алюминиево-кальциевых сплавов являются низкая плотность, высокая коррозионная стойкость и высокая технологичность при литье и обработке давлением. Невысокая стоимость и возможность сократить технологический цикл за счет отсутствия операции закалки, привлекательны с экономической точки зрения. Поэтому на базе описанных выше

систем могут быть созданы как литейные, так и деформируемые сплавы. Для группы литейных сплавов потенциальный запас пластичности может обеспечить высокое сопротивление ударным нагрузкам. При конструировании эвтектических сплавов можно варьировать объемные содержания алюминиевого твердого раствора и эвтектических интерметаллидов, получая литейные или деформируемые композиции с заданным уровнем физико-механических свойств.

Структура сплава Литье+отжиг 500ºС,3часа	После прокатки		После закалки и иск. старения (Т6)	
	ов, МПа	δ,%	ов, МПа	δ,%
Долевое направлкенние	361	13,1	584	3,2
Поперечное направлкенние	353	9	465	1,85

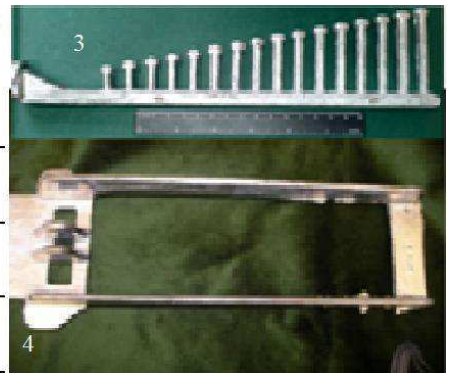


Рисунок 2 - Структура и свойства высокопрочного сплава Al-10%Zn-3%Mg-3,5%Ca: 1- микроструктура после литья и отжига при 500ºС в течение 3-х часов; 2- вид листового проката; 3- проба на горячеломкость «арфа»; 4 - отливка «педаль ножного насоса»

Список литературы

1. Золоторевский В.С., Белов Н.А. Металловедение литейных алюминиевых сплавов М.: МИСиС, 2005. — 376 с.

2. Белов Н.А., Наумова Е.А., Акопян Т.К. Эвтектические сплавы на основе алюминия: новые системы легирования, М.: Руда и металлы, 2016. — 256 с.

3. Mondolfo L.F. Aluminum alloys: structure and properties, London/Boston: Butterworths, 1976.

4. Наумова Е. А., Белов Н. А., Никитин Б. К., Громов А. В. Исследование технологических свойств литейных эвтектических сплавов на основе системы Al-Ca-Mn. Материаловедение, №6, 2017г., с.9-13.

5. N.A.Belov, E.A.Naumova, A.N.Alabin, I.A.Matveeva “Effect of Scandium on Structure and Hardening of Al–Ca Eutectic Alloys”, Journal of Alloys and Compaunds, 2015, vol.646, P.741-747.

6. Белов Н. А., Наумова Е. А., Илюхин В. Д., Дорошенко В. В. Структура и механические свойства отливок сплава Al – 6 % Ca – 1 % Fe, полученных литьем под давлением, «Цветные металлы». 2017. № 3, с. 69-76.

7. E. A. Naumova, N. A. Belov, T. A. Bazlova. “Effect of Heat Treatment on Structure and Strengthening of Cast Eutectic Aluminum Alloy Al9Zn4Ca3Mg” Metal Science and Heat Treatment”, 2015, Vol.57, pp 1-7.

8. N.A.Belov, E.A.Naumova, T.K.Akopyan “Effect of calcium on structure, phase composition and hardening of Al-Zn-Mg alloys containing up to 12 wt.%Zn” Materials research, 2015, vol.18 no.6, P.1384-1391.

УЛЬТРАЗВУКОВОЕ ИНИЦИИРОВАНИЕ МЕЖМАРТЕНСИТНЫХ ПЕРЕХОДОВ В НЕСТЕХИОМЕТРИЧЕСКИХ СПЛАВАХ ГЕЙСЛЕРА

Метлов Л.С.
ГУ "Донецкий физико-технический институт имени А.А. Галкина»,
Донецкий национальный университет
Донецк, Украина, lsmet@donfti.ru

Сплавы Гейслера относятся к соединениям кубической симметрии O_h, которым свойственны как структурные мартенситные переходы в низкосимметричную фазу D_{4h}, так и магнитные фазовые переходы.Такие соединения, как правило, обладают узким гистрезисом [1], и, как следствие невысоким потенциалным барьером, разделяющим аустенитное и мартенситные состояния. Благодаря этому, в таких системах в области лабильности структурного фазового перехода на интервале температур $T_M - T_A$ возможны спонтанные переходы между аустенитным и тремя мартенситными минимумами свободной энергии [2,3].

Структура интервала лабильности содержит ряд особых точек, в которых меняется характер фазового перехода (рис. 1). Это концы интервала лабильности T_M и T_A и температура T_{eq}, в которой глубины потенциальных ям свободной энергии для аустенитного и трех мартенситных минимумов равны между собой. Пронумеруем минимумы свободной энергии: 0 – аустенитный минимум (в центре плоскости структурных параметров порядка e_2 и e_3, см. [1-3]), 1 – левый мартенситный минимум, остальные два мартенситных минимума 2 и 3 по часовой стрелке [2, 3]. В нашем примере T_M = 150 K, T_A = 156 K, так что ширина интервала лабильности составляет 6 K, T_{eq} = 155 K. Параллельно для удобства здесь приведены более общепринятые обозначения характерных точек [4]. Температуры M_s и A_s являются точками старта мартенситного и обратного перехода, соответственно, в которых высоты потенциальных барьеров сопоставимы с уровнем тепловых флуктуаций.

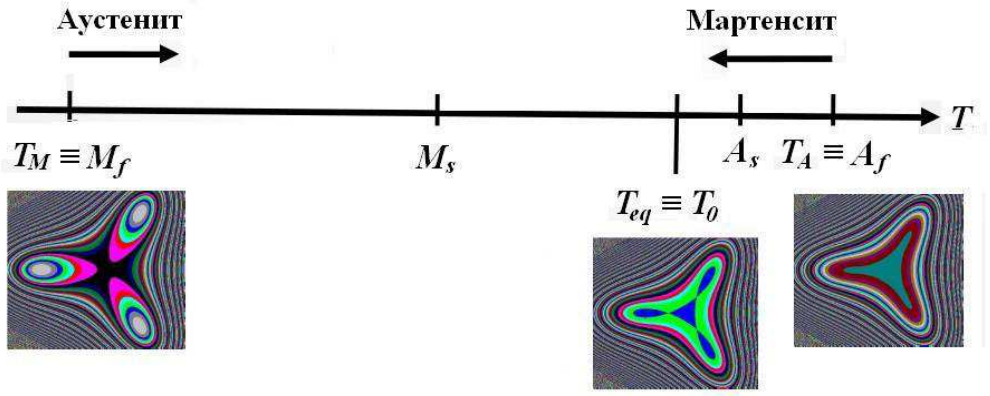
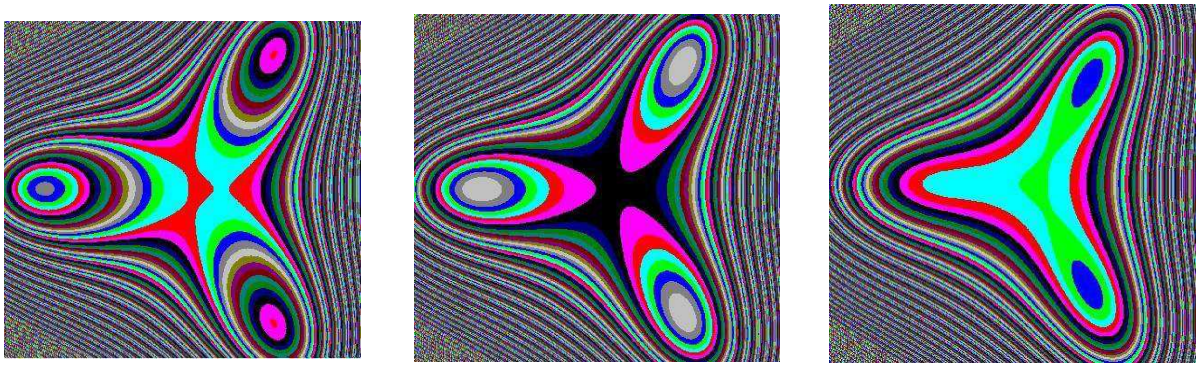


Рисунок 1 - Структура интервала лабильности для сплава типа Гейслера. Вставками показан потенциальный рельеф свободной энергии относительно главной диагонали куба при температурах T_M, T_{eq} и T_A.

Для идеального кристалла характерным является вырождение (одинаковая глубина) мартенситных минимумов. При наличии структурных дефектов, в том числе обусловленных нестехиометрией, за счет их дальнодействующих упругих полей, может происходить снятие вырождения [5]. Для моделирования одного из видов нестехиометрии добавим в общее выражение свободной энергии [1-3] дополнительный вклад вида $C_2 x e_2^2$ [5]. где x – степень нестехиометрии, e_2 – один из структурных параметров порядка. Положим, что коэффициент C_2 критическим образом зависит от температуры $C_2 = C_{2,0}$ (T – T_M), где $C_{2,0}$ – некоторая константа модели. В расчетах полагаем x = 0.05, $C_{2,0}$ = 3.5.

В результате при температуре выше и ниже T_M = 150 K имеет место частичное снятие энергетического вырождения, а именно, минимумы 2 и 3 (нумерация указана выше, см. также [2-4]) имеют одинаковую глубину, а минимум 1 при $T > T_M$ имеет

меньшую, а при T < T_M, соответственно, большую глубину (рис. 2,а,в). При температуре T_M вырождение не проявляется (рис. 2,б).



а б в

Рисунок 2 - Рельеф свободной энергии при температурах (а) 145 K, (б) 150 K, (в) 157 K

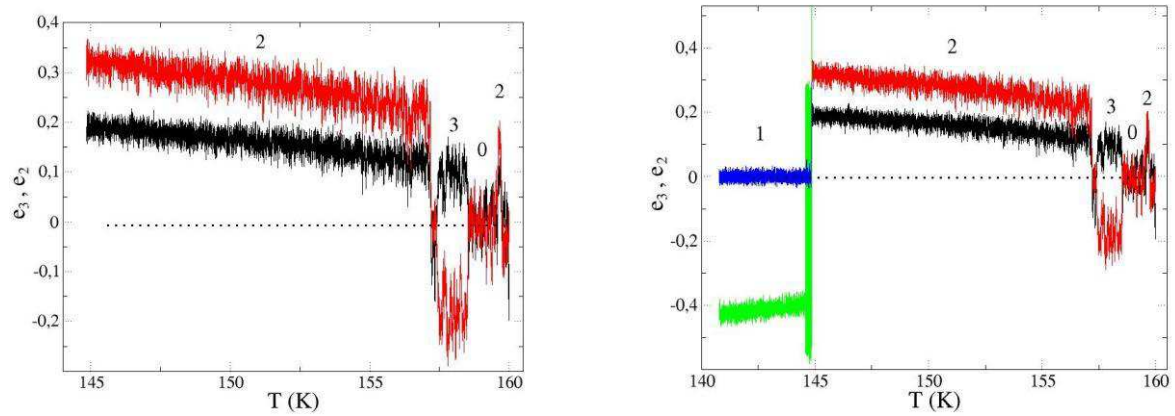
Согласно рис. 2 общий сценарий фазового перехода из высокосимметричной аустенитной фазы в низкосимметричную мартенситную фазу при охлаждении материала развивается таким образом, что ниже определенной температуры появляется два эквивалентных мартенситных минимума свободной энергии 2 и 3 (рис. 2,в), куда может перейти система. Поскольку минимумы эквивалентны, то во всем объеме будет сформирована доменная структура с приблизительно одинаковым содержанием фаз 2 и 3, которые будут разделены двойниковыми границами. Наличие двойниковых границ обеспечивает способность материала деформироваться «обратимо» при нагревании, что является необходимым для проявления эффекта памяти формы. Если на данном интервале температур материал деформировать, то движение двойниковых границ осуществит фиксацию этой деформации. При нагреве и переходе в аустенитную монофазу границы исчезают и исчезают также зафиксированные ими деформации, что приводит к восстановлению формы материала в целом..

При дальнейшем понижении температуры возникнет третий минимум свободной энергии (фаза 1), который вначале будет иметь более высокое значение энергии по сравнению с двумя предыдущими, и поэтому соответствующая ему фаза будет метастабильной. При температуре T_M все три минимума имеют одинаковую глубину и разделены между собой одинаковыми потенциальными барьерами. Если уровень флуктуаций не высок, то материал по прежнему будет состоять из смеси доменной типа 2 и 3, а уровень, соответствующий фазе 1 останется «незаполненным», хотя и является основным, и таким останется в метастабильном состоянии (скрытое состояние) и при дальнейшем понижении температуры (рис. 2,а).

В то же время, перейти в основное состояние можно в результате внешнего воздействия, например, в форме ультразвука (рис. 3,б). Воздействие ультразвука моделировалось добавлением в свободную энергию слагаемого вида $e_3 \cdot \sin(\omega t)$, которое задает определенную поляризацию колебания. В результате ультразвукового воздействия система переходит в однодоменное состояние (бездоменная структура) с фазой мартенсита 1 (рис. 3). Это приводит к реализации эффекта памяти формы, однако не путем перехода в аустенитную фазу, также по определению не имеющей доменной структуры, а вызывает этот эффект в области температур существования мартенситных фаз, отдавая предпочтение одной из них.

Согласно компьютерного моделирования в процессе охлаждения с постоянной скоростью в случае слабых флуктуаций система испытала флуктуационный переход из аустенитного состояния 0 в мартенситное состояние 3 при температуре 158.6 K, а при температуре 157.3 K спонтанно перешла в состояние 2 задолго до точки T_M = 150 K, и устойчиво остается в этом состоянии при дальнейшем понижении температуры (рис. 3,а). В силу эквивалентности минимумов 2 и 3 система на больших временах с таким же успехом могла остановиться в состоянии 3. В случае массивных образцов

будет сформирована двухдоменная структура с приблизительно одинаковым содержанием доменов в состоянии 2 и 3.



а *б*

Рисунок 3 - Спонтанная кинетика параметров порядка e_2 и e_3 при охлаждении в области интервала лабильности (а) без ультразвука (б) переход в основное состояние с включением ультразвука. Цифрами обозначены значения параметров порядка в области соответствующих минимумов свободной энергии

При включении ультразвука в момент времени, соответствующий температуре 145 K, система из состояния 2 переходит в основное состояние 1. Поскольку в это же состояние система перейдет и из мартенситного состояния 3, весь массивный образец перейдет в однодоменное состояние 1.

На основании этих же представлений можно объяснить также эффект, наблюдаемый С.П. Беляевым и др., когда за счет флуктуационных переходов в предмартенситной области при постоянной температуре с течением времени происходит завершение фазового перехода [6]. Это возможно, если при температуре, которая фиксируется в момент перехода (в области температур ближе к M_s, рис. 1), аустенитный минимум менее глубокий, так что потенциальный барьер разделяющий аустенитное состояние от мартенситного менее высокий, чем в противоположном направлении, и поэтому система спонтанно легко его преодолевает, и завершает фазовый переход.

Список литературы

[1] A.N. Vasil’ev, at al., Phys. Rev. B 59, 1113 (1999).

[2] Л.С. Метлов, В.В. Коледов , В.Г. Шавров, ФТВД 28, 1, 46 (2018).

[3] Л.С. Метлов, В.Д. Пойманов, ФТВД 28, 1, 62 (2018).

[4] E. Patoor, at al., Mechanics of Materials 38, 391 (2006).

[5] Л.С. Метлов, Вестник Луганского национального университета. № 5(11), 88 (2018).

[6] С.П. Беляев, и др. // Тезисы докладов X Международной конференции ФППК-2018, 29 октября-2 ноября 2018 г., Черноголовка, С. 34.

СУБСТРУКТУРНЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ И ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУР МЕГАПЛАСТИЧЕСКИХ ДЕФОРМАЦИЙ В ГЦК-МОНОКРИСТАЛЛАХ С РАЗНОЙ ПОДВИЖНОСТЬЮ ДИСЛОКАЦИЙ. ЭКСПЕРИМЕНТ И МАТЕМАТИЧЕСКОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ

Соловьева Ю.В.[1)], Старенченко В.А.[1)], Пилюгин В.П.[2)], Толмачев Т.П.[2)], Старенченко С.В.[1)], Анчаров А.И.[3)]

[1)]Томский государственный архитектурно-строительный университет, г. Томск,
[2)]Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения РАН, г. Екатеринбург,
[3)]Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН, г. Новосибирск, Россия,
j_sol@mail.ru

Работа посвящена решению фундаментальных вопросов физики деформационного субструктурного измельчения металлических материалов и получения наноструктурированного состояния. Несмотря на то, что достигнут значительный прогресс в методических и технологических вопросах формирования ультрамелкозернистых металлических материалов с различными практически значимыми свойствами, остается множество нерешенных проблем, касающихся выяснения природы микромеханизмов, определяющих структуру, механические свойства и пластическое поведение ультрамелкозернистых металлических материалов. Открытым остается вопрос о взаимосвязи субструктурной эволюции металлических материалов, происходящей на начальных и средних стадиях деформации со структурами мегапластической деформации, наблюдаемыми после обработки методами интенсивной пластической деформации. Зависит ли финальная структура при переходе к мегапластическим деформациям от предыстории субструктурных превращений, либо мелкокристаллическое и наноструктурное состояние является своеобразным аттрактором – состоянием к которому система приходит независимо от начальных условий? Не решен вопрос о влиянии подвижности и строения индивидуального носителя пластической деформации – дислокации на процессы субструктурного измельчения и получение конечного наноструктурного состояния.

Целью настоящего исследования является установление взаимосвязи между закономерностями формирования и эволюции субструктур деформации, формирующихся в ГЦК монокристаллах с различной подвижностью дислокаций на начальных и средних стадиях деформации, с процессами измельчения субструктуры монокристаллов при мегапластических деформациях. В качестве объектов исследования выбраны монокристаллы чистого металла Ni (никеля) (обладают высокой энергией дефекта упаковки, слабым расщеплением дислокации Шокли, высокой подвижностью дислокаций), монокристаллы интерметаллидов, упорядоченных по типу $L1_2$ (Ni_3Ge, Ni_3Al) и упорядоченный сплав этой же сверхструктуры Ni_3Fe. Дислокации (сверхдислокации) в этом случае двигаются группами, разделенными полосой антифазной границей. Подвижность сверхдислокации существенно снижена, по сравнению с дислокациями в чистых металлах и твердых растворах, вследствие механизмов самоблокировки.

В работе проведен комплекс исследований, включающий в себя как изучение эволюции субструктуры деформированных монокристаллов методами просвечивающей электронной микроскопии и рентгеновского синхротронного излучения на просвет, так и теоретический анализ субструктурной фрагментации методами математического моделирования в терминах дислокационной кинетики. Анализ эволюции субструктуры при средних степенях деформации при одноосном сжатии монокристаллов чистого Ni и монокристаллов Ni_3Ge, показал, что имеются существенные различия в особенностях развития субструктур. В результате деформации монокристаллов Ni наблюдается характерная для чистых металлов последовательность субструктурных превращений [1]. Субструктура на начальных стадиях деформации образована ячеистой дислокационной структурой, затем с

развитием деформации возникает микрополосовая субструктура и при деформациях близких к 0,8 единиц истинной деформации возникают фрагментированные зеренные субструктуры [2]. Иная картина эволюции дислокационной структуры в процессе деформации обнаруживается для монокристаллов интерметаллида Ni_3Ge, обладающего высокой энергией антифазной границы. В этом случае вообще не наблюдаются субструктурные превращения вплоть до степеней деформации, соответствующих разрушению. На протяжении всей деформации структура представляет собой сетчатую однородную дислокационную структуру, основным элементом которой являются длинные прямолинейные дислокации, вытянутые вдоль направлений типа <110> (барьеры Кира-Вильсдорфа) [3]. Дальнейшая деформация монокристаллов до значений мегапластических деформаций, проведенная методом кручения под давлением в наковальнях Бриджмена [4] показала, что получение поликристаллического состояния в процессе деформации из исходных монокристаллов упорядоченных сплавов с высокой энергией АФГ существенно затруднено по сравнению с монокристаллами чистых металлов и упорядоченных сплавов с низкой энергией АФГ.

Дополнительно проводились структурно-фазовые исследования с использованием синхротронного излучения из 4-го канала [5] накопителя ВЭПП-3 Сибирского центра синхротронного и терагерцового излучения (г. Новосибирск) на монокристаллах сплава Ni_3Al и Ni_3Fe после последовательной деформации на разные углы кручения в наковальнях Бриджмена. Проведен детальный сравнительный анализ полученных дифракционных картин (см. рис. 1) деформированных монокристаллов, обладающих высокой энергией АФГ (Ni_3Al (180-200 эрг/см^2)) и упорядоченных монокристаллов с низкой энергией АФГ (Ni_3Fe (50-70 эрг/см^2)).

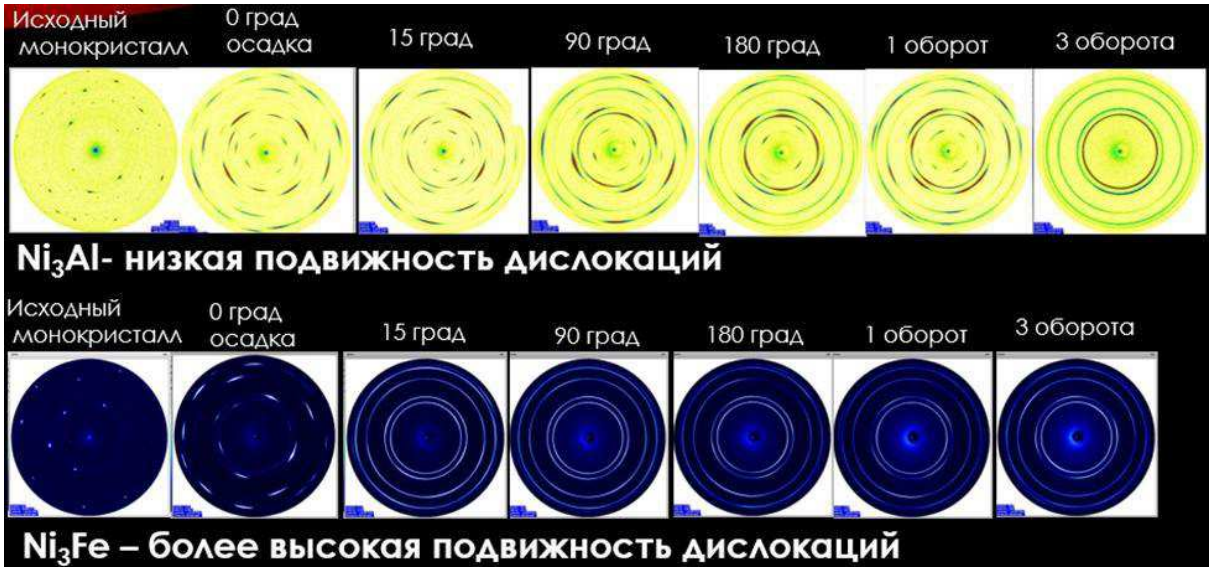


Рисунок 1 - Двумерные рентгенодифракционные картины от деформированных на разные степени деформации монокристаллов Ni_3Al и Ni_3Fe (метод съемки на просвет)

Установлено, что получение поликристаллического состояния в процессе деформации из исходных монокристаллов упорядоченных сплавов с высокой энергией АФГ существенно затруднено по сравнению с монокристаллами упорядоченных сплавов с низкой энергией АФГ. После сжатия между твёрдыми пуансонами монокристаллов Ni_3Al и по достижении среднего квазигидростатического давления 8,0 ГПа монокристаллический материал нарушает свою структуру, фрагментируется (рис. 1), и наряду с крупными кристаллическими фрагментами появляются субмикрокристаллические разориентированные области. Крупнокристаллическая составляющая в структуре материала сохраняется вплоть до 1 оборота вращения наковален, при этом наблюдается увеличение доли субмикрокристаллических хаотически разориентированных областей в образце. Получить полностью микрокристаллическое состояние в образце удается только после полного разрушения дальнего атомного порядка при 3-х оборотах наковален. На дифрактограмме, в этом

случае, сверхструктурные рефлексы, свидетельствующие об атомном упорядочении, исчезают. Дифракционные картины после 3-х и 5-ти оборотов наковален соответствуют поликристаллическому состоянию, для которого характерно равномерное распределение ориентации осей кристаллитов. По-другому происходит формирование поликристаллической структуры в процессе пластической деформации монокристаллов Ni_3Fe, энергия АФГ которых в три-четыре раза ниже энергии АФГ монокристаллов Ni_3Al. В этом случае крупнокристаллическая составляющая в структуре наблюдается только после деформации осадкой и достижении давления 8 ГПа. В этом случае на дифрактограмме еще присутствуют слабые сверхструктурные рефлексы. Кручение наковален на угол 15 град приводит к полному разрушению дальнего атомного порядка и формированию однородной микрокристаллической структуры во всем исследованном объеме образца.

Методами математического моделирования в терминах дислокационной кинетики исследованы процессы деформационного формирования фрагментированной субструктуры из исходного монокристалла сплава со сверхструктурой $L1_2$. В модели учтено, что в сплавах со сверхструктурой LI_2 движение дислокаций (сверхдислокаций) ограничено плоскостью скольжения в такой степени, что дрейф дислокаций из плоскости скольжения приводит к их самоблокировке. Перемещение дислокаций в третьем измерении превращается из механизма разупрочнения материала (механизма аннигиляции дислокаций) в механизм упрочнения.

Показано, что подвижность и строение дислокаций играет решающую роль в процессах субструктурного измельчения. При низкой подвижности дислокаций мегапластические деформации приводят к образованию трещин и разрушению. Для субструктурного измельчения, в этом случае, требуются реализация особых условий деформации, например, условия квазигидростатического сдвига. При высокой подвижности дислокаций фрагментированную структуру легко получить при обычном сжатии. В рамках проведенного математического моделирования показано, что количество дефектов, сгенерированных на стадиях пластической деформации, предваряющих мега-пластическую деформацию, оказывается достаточным для того, чтобы обеспечить деформационное дробление – фрагментацию субструктуры.

Работа выполнена в рамках государственного задания Минобрнауки России (тема «Давление», № АААА-А18-118020190104-3)

Рентгеновские синхротронные исследования выполнены с использованием оборудования ЦКП "СЦСТИ" на базе ВЭПП-3/ВЭПП-4М/НЛСЭ ИЯФ СО РАН, поддержанного Минобрнауки России (уникальный идентификатор проекта RFMEFI62117X0012)

Список литературы

1. Конева Н.А., Козлов Э.В. // Изв. Вузов. Физика. - 1990. - Т.33, № 2. - С. 89-106.
2. Соловьев А.Н., Старенченко С.В., Соловьева Ю.В. // Изв. Вузов. Физика. - 2017. -Т. 60, № 4. - С. 73-78.
3. Старенченко В.А., Соловьева Ю.В., Абзаев Ю.А., и др. // ФТТ. - 1998. - Т. 4,. № 4. -С. 672-680.
4. Соловьева Ю.В., Пилюгин В.П., Старенченко С.В. и др. // Изв. РАН. Серия физическая. - 2017. - Т. 81, № 3. - С. 340-343.
5. A.I. Ancharov, A.Yu. Manakov, N.A. Mezentsev et. al. // Nuclear instruments and methods in physics research. - 2001. - V. A 470. - P. 80-83.

ВЛИЯНИЕ УПРУГОЙ ДЕФОРМАЦИИ И СТРУКТУРНЫХ ДЕФЕКТОВ НА ДИСПЕРСИЮ ЭЛЕКТРОМАГНИТНЫХ ВОЗБУЖДЕНИЙ В УПОРЯДОЧЕННОМ МАССИВЕ МИКРОПОР

Румянцев В.В., Федоров С.А., Гуров Д.А., Рыбалка А.Е.
Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина, Донецк, Украина,
E-mail: 380957931135@yandex.ru

Введение. Создание и использование новых материалов в качестве источников когерентного излучения занимают сегодня огромную область экспериментальных и теоретических исследований на стыке различных научных направлений: лазерной физики, физики конденсированного состояния, химии, информационных наук, а также нанотехнологии. Актуальны при этом работы, связанные с модификацией их физических свойств в результате внешних воздействий (например, упругой деформации), с возможностью контролировать распространение электромагнитных возбуждений в полученных композитных структурах. В связи с созданием оптоэлектронных устройств возрос интерес к изучению оптических мод в системе микрорезонаторов [1,2]. При этом, оптоэлектронные устройства сегодня, как правило, существуют двух типов – одни функционируют на основе возмущений электронной подсистемы используемых материалов, а другие опираются на оптические характеристики соответствующих структур. Однако, в последнее время при создании вышеупомянутых устройств приходится решать ряд проблем, связанных с формированием поляритонных структур [3,4] - особого класса фотонных кристаллов, в которых реализуется сильная связь квантовых возмущений среды (экситонов) и электромагнитного поля. В связи с необходимостью изучения поляритонных структур рождается новая область науки - поляритоника, как самостоятельный раздел фотоники. Одним из объектов изучения поляритоники, в частности, может быть такая поляритонная структура, как пространственно периодическая атомарная система, образованная слабо взаимодействующими кластерами двухуровневых атомов (квантовыми точками) с оптическим полем в туннельно связанном массиве микропор-резонаторов [2].

В настоящее время интенсивно развивается поляритоника несовершенных структур [5]. Проведенные в рамках данной работы исследования показали, что в результате наличия в исследуемой 2D решетке микропор, содержащих квантовые точки, структурных дефектов и/или внешнего воздействия можно добиться необходимого изменения энергетического спектра элементарных электромагнитных возбуждений и оптических свойств материала, обусловленных перестройкой его структуры

Цель данной работы - исходя из представлений о поляритонных структурах [5], исследовать зависимость дисперсии электромагнитных возбуждений и величины запрещенной фотонной зоны неидеальной топологически упорядоченной системы пор - туннельно связанных микрорезонаторов от концентрации дефектов структуры исследуемого массива и упругой деформации.

Результат. В рамках приближения виртуального кристалла [6] выполнено численное моделирование спектра электромагнитных возбуждений в неидеальной 2D решетке связанных микропор, содержащих квантовые точки (атомарная подсистема). На рис.1 представлена схема неидеальной 2D одноподрешеточной системы микропор, содержащих квантовые точки, и закон дисперсии поляритонов $\Omega_{\pm}\left(\hat{\varepsilon},\mathbf{k}\right)$ в зависимости от величин деформации и значения параметра g, определяющего взаимодействие атомарной и фотонной подсистем (перекрытие оптических полей и взаимодействие квантовых точек в соседних микропорах). Закон дисперсии поляритонов $\Omega_{1,2,3,4}\left(k_x,k_y,C_1^V,C_2^V\right)$ в зависимости от концентрации C_1^V дефектов, как в атомарной

подсистеме решетки, так и в резонаторной C_2^V для двуподрешеточного 2D массива микропор приведен на рис. 2а, а концентрационная зависимость запрещенной фотонной зоны – на рис. 2б.

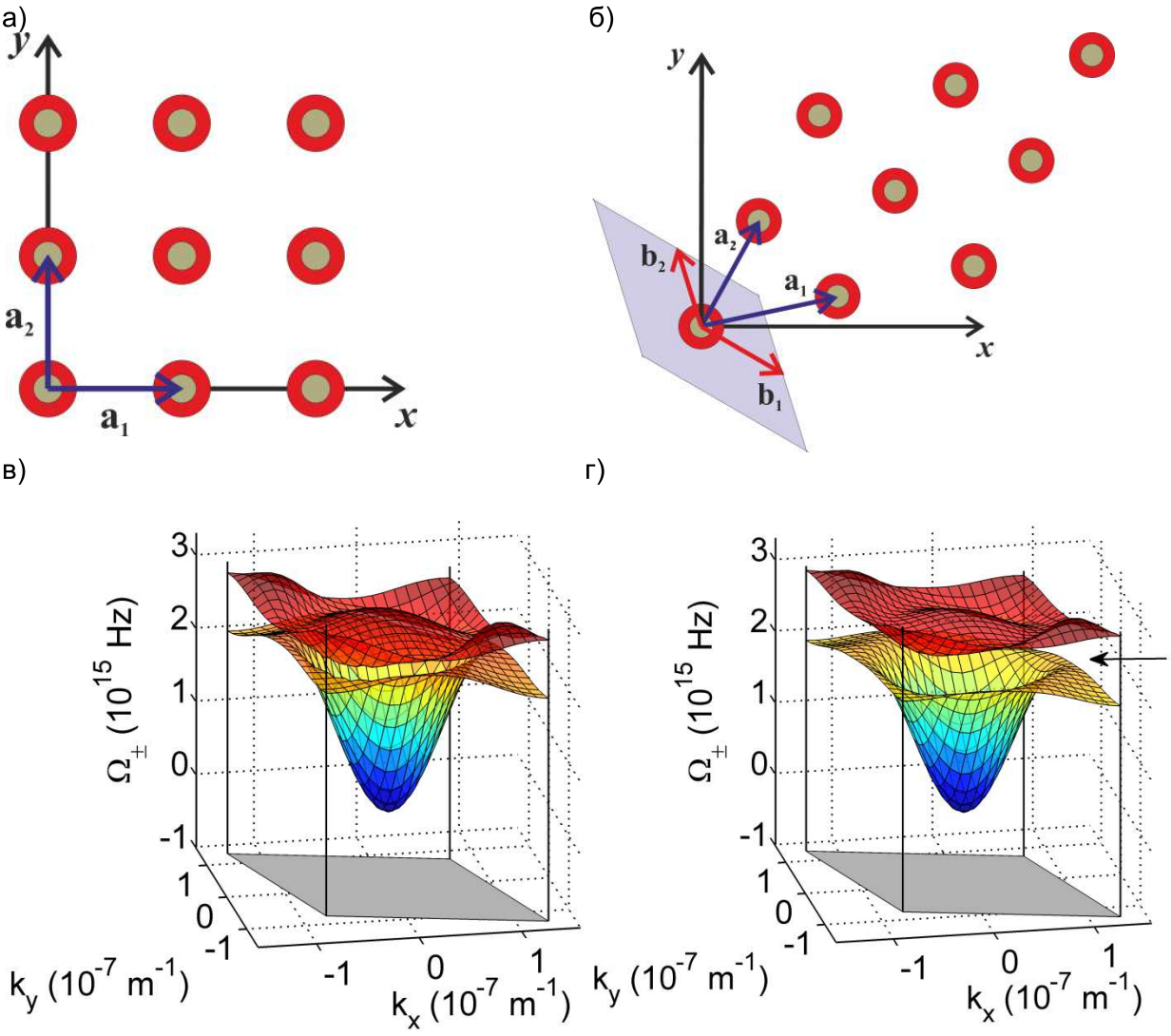


Рисунок 1 - Схема неидеальной 2D решетки микропор, содержащих квантовые точки: а) – идеальной ($a_1 = a_2 = a$ - постоянная решетки), б) – деформированной ($\mathbf{a}_1\left(\hat{\varepsilon}\right)$, $\mathbf{a}_2\left(\hat{\varepsilon}\right)$ - вектора деформированной решетки, $\hat{\varepsilon}$ - тензор деформации). Изменение дисперсионных поверхностей $\Omega_{\pm}\left(\hat{\varepsilon},\mathbf{k}\right)$ деформированной системы (для значений $\varepsilon_{xx} = 0.1; \varepsilon_{yy} = 0.1; \varepsilon_{xy} = 0.3$) при изменении параметра g , определяющего взаимодействие атомарной и фотонной подсистем: в) $g/\hbar = 9 \cdot 10^{13}\, Hz$, г) $g/\hbar = 3 \cdot 10^{14}\, Hz$

Использованы модельные значения величин из работ [5]. В качестве дефектов решетки микропор рассмотрены вакансии, их концентрация в первой и/или во второй подрешетках $C_{1(2)}^V$.

а) б)

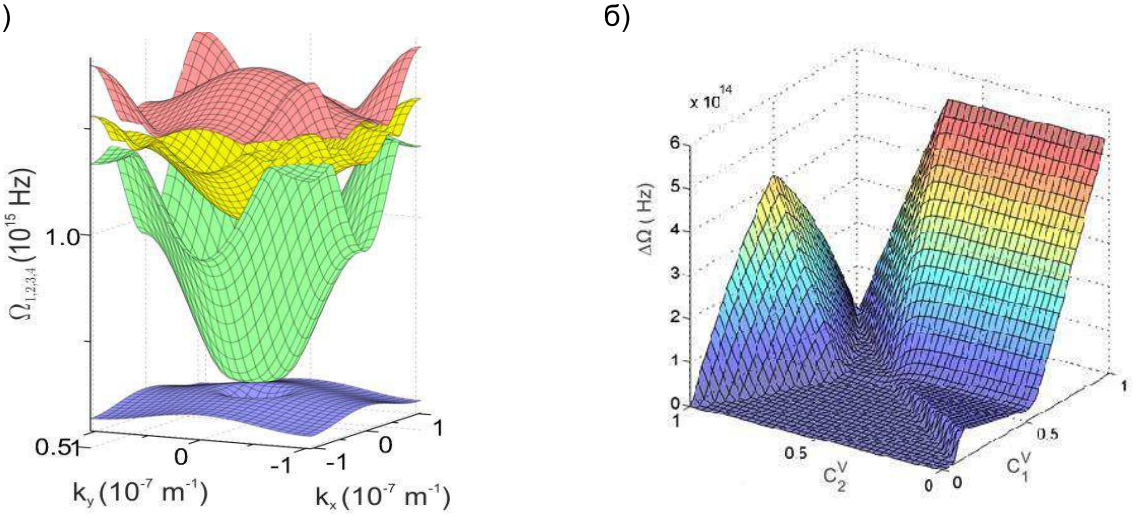


Рисунок 2 - Концентрационная зависимость а) - дисперсии поляритонов $\Omega_{1,2,3,4}\left(k_x, k_y, C_1^V, C_2^V\right)$ в неидеальной 2D решетке микропор для $C_1^V = 0.5$, $C_2^V = 0.25$, б) - $\Delta\Omega\left(C_1^V, C_2^V\right)$ запрещенной фотонной зоны неидеальной 2D решетки микропор

Заключение. В работе выполнено математическое моделирование зависимости дисперсионных характеристик неидеальной 2D решетки микропор от концентрации дефектов структуры и упругой деформации. Показано, что в результате наличия структурных дефектов в квазидвумерном массиве или упругих деформаций можно добиться необходимого изменения энергетической структуры электромагнитных возбуждений и, следовательно, оптических свойств исследуемой системы, обусловленных перестройкой электромагнитного спектра.

Список литературы

1. Kaliteevskii M. A.. Coupled vertical microcavities / M. A. Kaliteevskii // Tech. Phys. Lett. - 1997. – V. 23(2), P. 120-121.
2. Vahala K.J. Optical microcavities / K.J. Vahala // Nature. - 2003. - V. 424, - P. 839-846.
3. Alodjants A.P. Strongly localized polaritons in an array of trapped two-level atoms interacting with a light field / A.P. Alodjants, I. O. Barino., S. M. Arakelian // J. Phys. B: At. Mol. Opt. Phys. 2010. V.43. P. 095502.
4. Sedov E. S. Tunneling-assisted optical information storage with lattice polariton solitons in cavity-QED arrays / E. S. Sedov, A. P. Alodjants, S. M. Arakelian, Y.-L. Chuang, Y. Y. Lin, W.-X. Yang, R.-K. Lee // Phys. Rev. A. - 2014. – V. 89. – P. 033828.
5. Rumyantsev V.V., Fedorov S.A., Gumennyk K.V., Gurov D.A., Kavokin A.V. - Effects of elastic strain and structural defects on slow light modes in a one-dimensional array of microcavities // Superlattices and Microstructures. - 2018. - V. 120, - P. 642-649.
6. Займан Дж. Модели беспорядка. - М: Мир, 1982. - 592 с.

ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРНОГО ОТЖИГА НА ХАРАКТЕР ПРОВОДИМОСТИ УГЛЕРОДНЫХ ПЛЕНОК, ЛЕГИРОВАННЫХ НИКЕЛЕМ

Шалаев Р.В., Изотов А.И., Кильман Г.В., Сироткин В.В.
Государственное учреждение Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина, Донецк, Украина, sharos@donfti.ru

Введение в углеродные пленочные структуры различных примесей позволяет в широких пределах менять оптические и электрические свойства таких покрытий, что, учитывая довольно широкий спектр применения углеродных пленок [1,2], может быть весьма интересно во многих прикладных областях. Благодаря уникальности своих свойств, углеродные материалы давно рассматриваются как потенциальный заменитель кремния в микроэлектронике [3,4]. Примером потенциальной области применения таких структур являются полностью углеродные солнечные элементы, которые могут быть эффективными, недорогими, доступными для печати на легкоплавкие материалы, гибкими и, в то же время, достаточно жесткими, чтобы выдерживать экстремальные условия и погоду. Благодаря своей универсальности и вариативности свойств, углерод в той или иной форме может быть использован для каждого компонента солнечной батареи (p-n перехода, съемных контактов, защитного слоя). В связи с этим изучение структуры и свойств этих материалов (в частности, их оптических и электрических характеристик), а также их модификация представляют значительный практический интерес. В данной работе рассмотрены некоторые особенности углеродных пленок, легированных никелем, а также влияние отжига в атмосфере на их вольт-амперные характеристики (ВАХ).

Пленки для исследований выращивались методом магнетронного распыления комбинированной мишени в атмосфере аргона при температурах подложки 80…350^{0}C . Подложки из покровного стекла предварительно очищались в смеси растворителей. Плазма создавалась с помощью магнетрона планарной конструкции с плоским катодом и кольцевым анодом, мощностью не более 20 Вт. Никель вводился в структуру пленки в процессе её роста (использовалась комбинированная мишень “углерод-никель”). Полученные пленки последовательно отжигались на воздухе при температурах 200˚C, 300˚C, 400˚C, 500˚C и 600˚C (каждый раз в течение 20 минут). Изменения ВАХ пленок фиксировались после каждого отжига 4-х зондовым методом при различных температурах (от комнатной до 100˚C).

На рисунке 1 представлены ВАХ исходной пленки, не подвергнутой отжигу. Из рисунка видно, что для данного образца в целом наблюдается тенденция роста тока с повышением температуры, что, в общем, характерно для полупроводников, хотя в отдельности оба материала (никель и углерод) демонстрируют металлический тип проводимости.

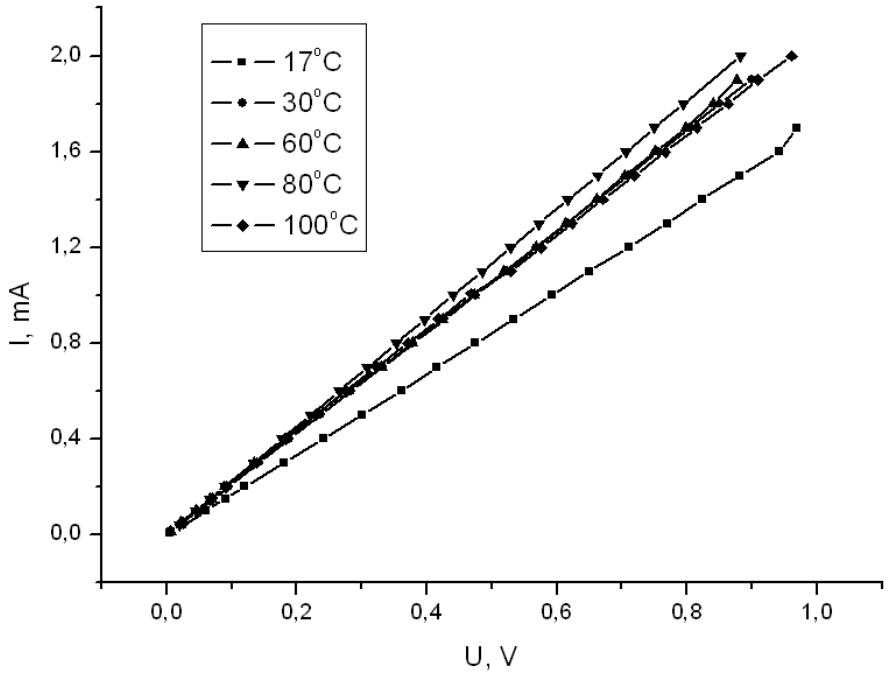


Рисунок 1 - ВАХ пленки углерода, легированной никелем, до отжига

После отжига образца при температуре 200ºС наблюдается некоторая термостабилизация ВАХ пленки (кривые фактически сливаются и не зависят от температуры, см. рис. 2), а переход в оксид никеля с характерным полупроводниковым типом проводимости и нелинейным поведением ВАХ наблюдается после 20-минутного отжига всего лишь при 300˚С (рис. 3), что существенно отличается от стандартной температуры перехода Ni → NiO, которая составляет ~550-600˚С для чистых никелевых образцов.

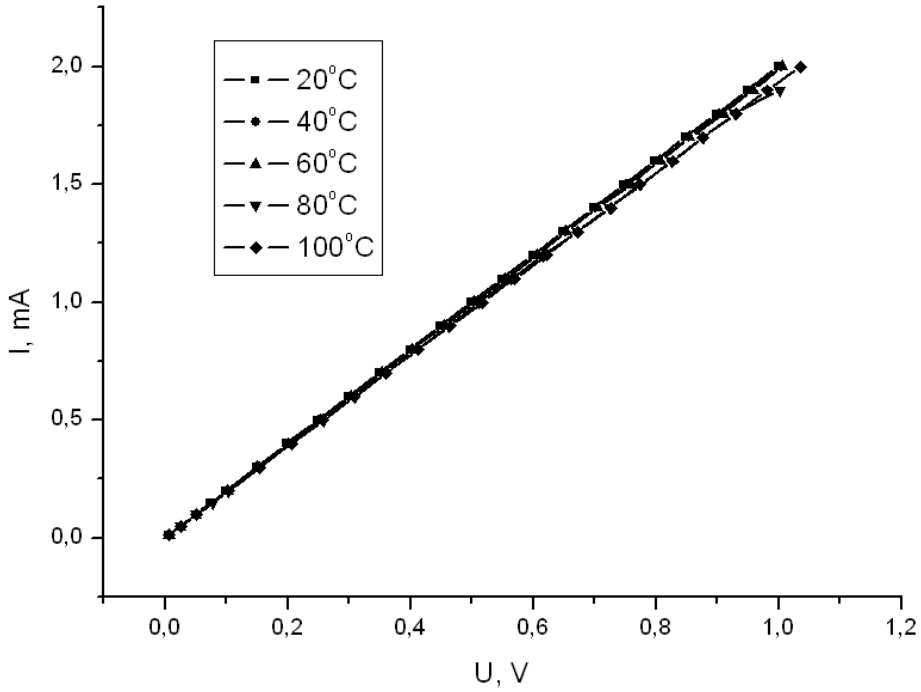


Рисунок 2 - ВАХ пленки углерода, легированной никелем, после отжига при 200ºС

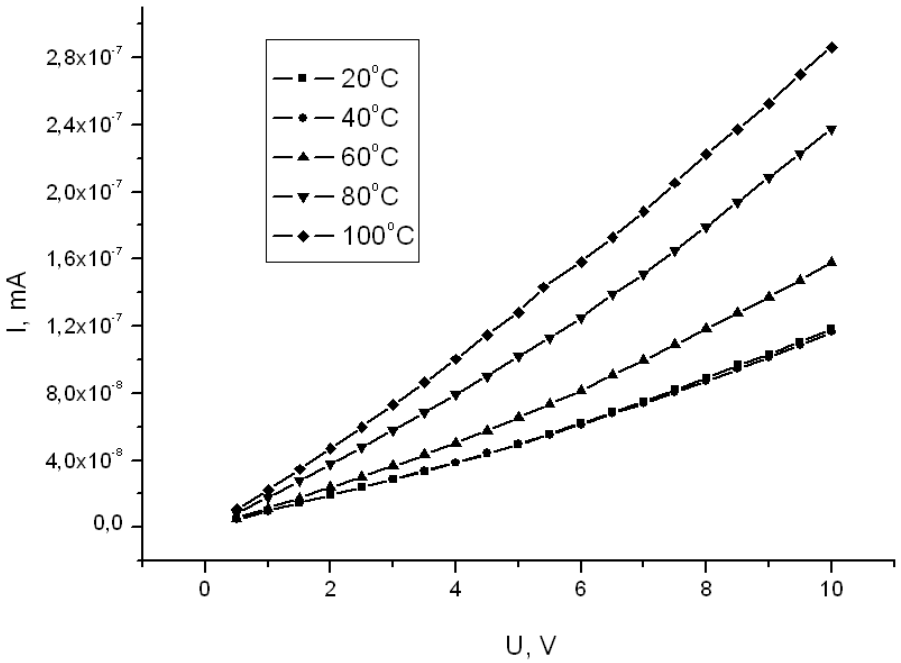


Рисунок 3 - ВАХ пленки углерода, легированной никелем, после отжига при 300ºС (переход Ni в NiO)

Такое поведение может объясняться взаимным влиянием углерода и никеля, а также формой их вхождения в структуру (предположительно образуется структура вида “ядро-оболочка”, где никель представлен в виде ядра, облаченного в углеродную оболочку). В целом, как видно, такой материал может кардинально менять свойства при внешнем воздействии - локальном нагреве/отжиге, например, лазерным лучом. В результате получается структура с управляемым типом проводимости, что может быть весьма интересно во многих прикладных областях.

Список литературы

1. M. Sibinsski, M. Jakubowska, K. Znajdek, M. Sloma, B. Guzowski. Optica Applicata. XLI, 375 (2011).
2. H. Zhu, J. Wei, K. Wang, D. Wu. Solar Energy Materials & Solar Cells. 93, 1461 (2009).
3. D.A. Gomez-Gualdron, J.M. Beetge, P.B. Balbuena. J. Phys. Chem. C117, 12061 (2013).
4. D. Cheng, W. Wang, S. Huang. J. Phys.: Condens. Matter. v.19, 356217 (2007).

АМОРФИЗАЦИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ ПРИ ОБРАБОТКЕ ВЫСОКОСКОРОСТНЫМИ ПОТОКАМИ ЧАСТИЦ

Овчинников В.И., Судник Л.В., Казаневская И.Н., Рудницкий К.Ф.
ОХП НИИ ИП с ОП ГНУ ИПМ г.Минск, Беларусь,
e-mail: OvchinnikovVI@yandex.ru

Рассмотрены современные представления о механизме аморфизации материалов, обработанных высокоскоростными потоками микрочастиц. Показано, что в области предельно высоких степеней пластической деформации и внедрения микрочастиц в материал происходит процесс аморфизации структуры, приводящий в конечном итоге к образованию аморфной фазы. Динамическое легирование металлов и сплавов микрочастицами способствует фазовому переходу кристаллического материала в аморфное состояние.

Введение

Когда изучается механизм образования аморфной структуры металлов и сплавов, обычно рассматриваются условия быстрой закалки из расплавленного состояния. Этот механизм сводится к процессу кристаллизации переохлажденной жидкости. В этом случае жидкое аморфное состояние переходит в твердое аморфное при исключении процесса образования кристалликов быстрым охлаждением жидкости.

Одним из эффективных способов воздействия на свойства кристаллического материала, как показывают многочисленные исследования, является диспергирование структуры, которого можно достичь при больших степенях деформации в результате взрывного динамического нагружения, в том числе в процессе легирования высокоскоростными потоками микрочастиц [1]. При взрывной динамической обработке металлов высокоскоростным потоком микрочастиц в области их проникания происходит переход из кристаллического состояния в аморфное.

Цель работы: исследование механизма аморфизации микроструктуры металлов и сплавов при динамической обработке высокоскоростными потоками частиц.

Материал и методика эксперимента

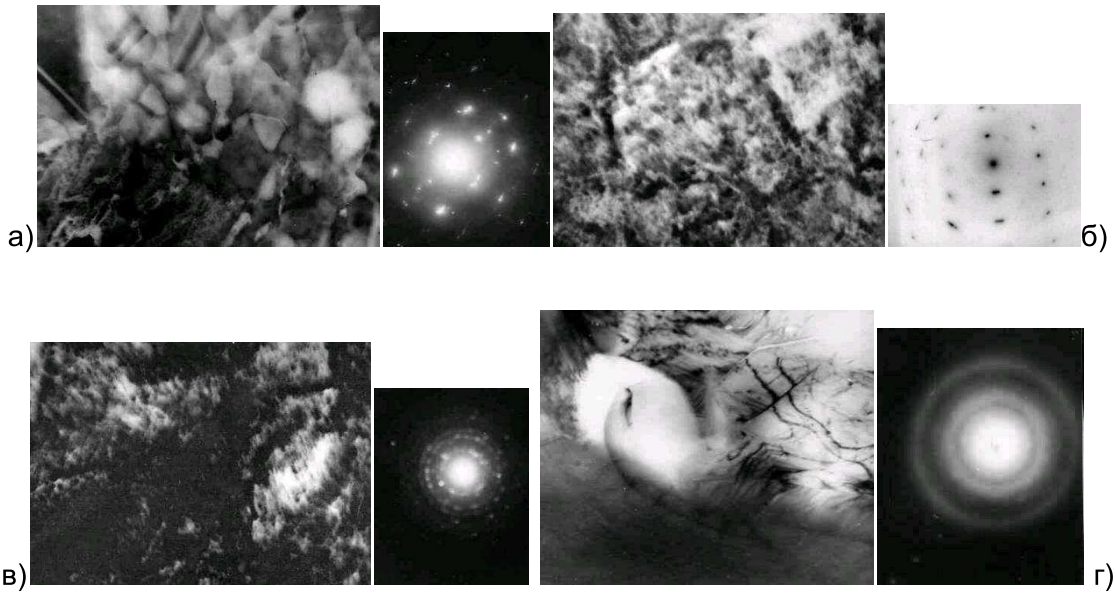
Для проведения исследований были подготовлены образцы из стали 40 и 45 в виде сплошных цилиндров диаметром 16 мм, высотой 60 мм. Образцы подвергали динамическому нагружению по схеме обеспечивающей реализацию эффекта проникания частиц. В качестве материала ударника использовали порошок SiC фракции 63-70 мкм. Фоновое давление составляло порядка 10 ГПА, время воздействия свыше 50-100 мкс. Для разгона частиц использовали кумулятивные ускорители.

Исследование микроструктуры обработанных и необработанных конструкционных материалов проводили методами трансмиссионной электронной микроскопии. Фазовый и структурный анализ проводили с помощью на рентгеновских установках "Дрон-3" .

Результаты исследований и их обсуждение

В области больших деформаций, в том числе при взрывном динамическом нагружении потоком высокоскоростных микрочастиц в условиях их проникания процесс формоизменения происходит следующим образом. Наблюдается интенсивное диспергирование структуры. Образующиеся фрагменты и блоки разориентированы на большие углы. Вследствие того, что в этих условиях деформирования большую роль играют процессы поворота элементов структуры друг относительно друга, течение материала приобретает турбулентный характер, который нельзя описать движением одиночных дислокации. Возникающие при пластической деформации в условиях проникания микрочастиц ансамбли дислокаций предполагают коллективную форму движения, что вносит большие искажения кристаллической решетки, значительно более высокие, чем дислокации, и они, по всей вероятности, определяют упрочнение материала в области больших пластических деформаций и изменение его физических свойств. Проведенные электронно-микроскопические исследования при высоких разрешениях конструкционных сталей 10, 45, на примере стали 40 (рисунок 1)., подвергнутых взрывному динамическому нагружению высокоскоростным потоком

микрочастиц (60-100 мкм) SiC, обнаружили и подтвердили в подавляющем большинстве случаев изменение микроструктуры в порядке описанном ниже



а) фрагмент микроструктуры в исходном состоянии,
б) фрагмент микроструктуры с разориентированными блоками,
в) блоки с высокой плотностью дислокаций 10^{10}-10^{11} см$^{-2}$,
г) фрагмент микроструктуры в области внедренной микрочастицы SiC,
а),б),в)-150000х, г)-100000х
Рисунок 1- Микроструктура стали 40

Наблюдаются определенные закономерности в изменении микроструктуры. Кристаллиты разбиваются на фрагменты и блоки размером до 10 нм и меньше, разориентированные друг относительно друга на углы порядка 30—35 град. На границах этих блоков возникают искажения решетки настолько большие, что состояние материала становится близким к аморфному. В результате этого области дальнего порядка по своим размерам становятся соизмеримы с областями ближнего порядка. Сами блочки упруго искажены и содержат внутри большое количество дефектов решетки. Плотность дислокации может достигать 10^{10}— 10^{12} см$^{-2}$. Объемные свойства блочков при этом существенно изменяются. При размерах блочков порядка 100 атомов дифракционная картина принимает такой вид, что по своим характеристикам соответствует более аморфному состоянию (рис.1,г), чем кристаллическому [2].

Методом рентгенофазового анализа установлено, что в рассматриваемых условиях обработки плотность дислокаций, генерируемых ударно–волновым нагружением имеет значение, в стали 40 $\rho = 2{,}1 \cdot 10^{11}$ см$^{-2}$, в стали 10 $\rho = 2{,}4 \cdot 10^{11}$ см$^{-2}$ (таблица 1).

Таблица 1- Результаты рентгеноструктурного анализа образцов из стали 10 и стали 40

Исследуемый материал	Параметр решетки, Å^{o}	Плотность дислокаций, $\times 10^{11}$ см$^{-2}$	Примечание
Сталь 40	2,867395	0,15	исходный образец
Сталь 40	2,866601	2,10	обработанный образец
Сталь 10	2,866111	0,30	исходный образец
Сталь10	2,865310	2,40	обработанный образец

Все изменения структуры приводят к увеличению свободной энергии кристалла. Когда величина свободной энергии поликристаллического материала $F_к$ будет равна свободной энергии аморфной структуры F_a

$$F_к = F_a \quad (1)$$

может произойти переход кристаллического состояния материала в аморфное. Таким образом, выражение (1) является термодинамическим условием перехода кристаллической структуры в аморфную и представляет собой величину свободной энергии, при которой происходит этот переход. Однако в общем случае, при известных способах динамического нагружения увеличение свободной энергии происходит не только за счет увеличения объемной, но также поверхностной энергий границ между разориентированными друг относительно друга элементами структуры и накопления дефектов в виде вакансий, атомов внедрения, дислокации и дисклинаций. Когда энергия системы достигнет величины свободной энергии аморфного состояния, то есть при выполнении условий (1), создается возможность фазового перехода кристалл—аморфная структура. В нашем случае критическая величина $F_к$ достигается в отдельных локальных участках материала, областях внедрения микрочастиц, где в данный момент достигнута необходимая для этого дисперсность структуры и плотность дефектов.

Изменение свободной энергии системы, рассчитанное по методике [3] в зависимости от числа дислокаций и скорости их перемещения, составляет: для образцов из стали 40 $E= 2{,}4\cdot10^5$ Дж/м^3, для образцов из стали 10 $E=2{,}8\cdot10^5$ Дж/м^3.

Исследование микроструктуры показывает, что при достигнутом значении плотности дислокаций теряется сдвиговая устойчивость в локальных зонах образца, в нашем случае в областях внедрения микрочастиц. На этом уровне при ударно-волновой деформации образцов сталей 10 и 40 зарегистрировано возникновение новых типов дефектов: микрополос и микродвойников. Можно предположить, что эти типы дефектов зарождаются на концентраторах напряжений мезоуровня и распространяются на большие расстояния через структурные элементы независимо от их кристаллографической ориентации. Это дает возможность перемещения в деформируемом твердом теле объемных элементов типа: субзерен, зерен, их конгломератов. Формирование такой дислокационной структуры обеспечивает переход на уровень макродеформации.

При движении частиц в металлической матрице каналы и близлежащие канальные зоны представляют наиболее деформированные области. В зонах матрицы, непосредственно прилегающих к каналу не содержатся дефекты деформации типа дислокаций, микродвойников, дефектов упаковки. Электронограммы свидетельствуют о нахождении локальных областей металла в зоне каналов в аморфном состоянии. Это объясняется оплавлением металла от тепла, выделяемого при трении от движения частицы резким его охлаждением и высокой степенью развития пластической деформации. Пластическая деформация вблизи частиц и траекторий их движения реализуется в виде волн релаксации, имеющих сдвиговую и ротационные компоненты и протекающие с высокой скоростью. Вокруг частиц возникают паукообразные экстинкционные контуры волнового типа. Вдали от канала образуется структура, которая характеризуется меньшей степенью деформации. Зафиксированы дислокации, расположенные хаотически. Но по направлению к каналам и частицам выявляется сильно фрагментированная ячеистая и дислокационная структура, прилегающая к аморфной зоне.

Заключение

В результате проведенных исследований установлено, что при импульсном динамическом нагружении и проникания микрочастиц, в области предельно высоких степеней деформации происходит процесс аморфизации структуры материала, приводящей в конечном итоге к образованию аморфной фазы. Аморфизация структуры связана с процессом интенсивного диспергирования и накопления дефектов решетки вследствие развития ротационных мод формоизменения. Приведенные экспериментальные данные относятся к частным случаям фазового перехода кристалл—аморфная структура как результат достижения критической величины свободной энергии вследствие либо увеличения параметра решетки до критических размеров, либо критической плотности дефектов Экспериментальные данные позволяют отнести его к классу фазовых переходов порядок — беспорядок, проходящего внезапно, без образования зародышей, аналогично плавлению. Кроме того, аморфизация микрообластей и легирование зон элементами проникающих частиц создают упрочняющее действие и способствуют получению конструкционных материалов с новым уровнем свойств.

Список использованных источников

1.Андилевко С.К., Роман О.В., Ушеренко С.М., Романов Г.С. Сверхглубокое проникание частиц порошка в металлическую преграду в условиях переменного по ее толщине поля давлений/ Порошковая металлургия// Мн.: Вышейшая школа-1987, Вып.11, с.6-11.

2. Высокие плотности энергии /Сб. научн. трудов. Под ред. В.Н. Мохова, Р.Ф.Трунина, В.М.Горбачева, Л.А. Илькаева.// Саров: РФЯЦ-ВНИИЭФ, 1997, с.572 (с.421-432).

3. Бокштейн Б.С., Копецкий Ч.В., Швиндлерман Л.С. Термодинамика и кинетика границ зерен в металлах. / М.: Металлургия, 1986. – 224с.

МОДЕЛЬ И МАТЕМАТИЧЕСКИЙ АППАРАТ ДЛЯ ОЦЕНКИ И СЛЕЖЕНИЯ ЗА РАЗВИТИЕМ ПРОЦЕССОВ ПРОЯВЛЕНИЯ ГОРНОГО ДАВЛЕНИЯ В ПОДЗЕМНЫХ СООРУЖЕНИЯХ

© Савельев В.Н., Махмудов Х. Ф
Физико-технический институт им. А.Ф.Иоффе РАН, Россия, Санкт- Петербург
E-mail: *h.machmoudov@mail.ioffe.ru*

Проведено измерение поля скоростей распространения упругих волн в массиве гетерогенных пород. Измерение скорости упругих волн в бетонном слое толщиной h = 1500 mm производились на базе 980 mm. Регистрация моментов времени прихода волны производилась по первому вступлению сигналов. Осуществлено измерение спектрального состава отклика массива гетерогенных пород и бетонной обделки подземных сооружений на возбуждение его ударом шара, спектр сигнала отклика концентрируется в диапазоне 0,7 - 3,2 kHz. Разработан съемный датчик акустического импульса в комплекте с предварительным усилителем с необходимой амплитудно-частотной характеристикой для установки в скважине диаметром 76 mm на закладной детали.

Введение

В процессе натурных экспериментов исследованы акустические свойства бетонной обделки и массива гетерогенных пород подземных сооружений ФГУП «ГХК» («Горно-Химический Комбинат» «Росатом» Россия, г. Железногорск, Красноярский край), в районе скважины № 5. Испытан разработанный нами датчик регистрации импульсов АЭ для установки в скважинах диаметром 76 mm. По результатам этих экспериментов от организации ФГУП «ГХК» «Росатом» получен акт (№ 212-25-60-01/2379 от 15.05.2018г.) о внедрении (использовании) результатов работы Х. Ф. Махмудова. Выявлены акустические характеристики горных выработок в наиболее типичных узлах , а также рассмотрена модель и математический аппарат для оценки и слежения за развитием процессов проявления горного давления в подземных сооружениях [1].Установлена возможность обнаружения момента начала формирования очага разрушения в подземных сооружениях [2].

Выбор частотного диапазона регистрации АЭ и прозвучивание гетерогенного породного массива объекта контроля

Проведено предварительное измерение поля скоростей распространения упругой волны в породе в районе установки датчика в выбранной скважине (Рис 1). Скорость распространения упругой волны составило величину 5318 m/s, что удовлетворительно согласуется с расчетной скоростью (5505 m/s).

Для измерения энергии источника акустического импульса (АИ) в абсолютной шкале единиц (J) по регистрируемым АИ в лабораторных условиях был проведен анализ энергетического баланса "источник АИ" - "передающая среда" - "приемник АИ" с применением аппарата спектрального анализа. В эксперименте измерялась доля механической энергии, затраченной на возбуждение упругой волны, и независимо измерялось напряжение в упругой волне, по которому рассчитывалась энергия волны. Источником излучения волны служило упругое соударение стального шара (источник АИ) с поверхностью стеклянного куба (передающая среда). Напряжения в упругой волне измерялись методом фотоупругости (приемник акустического импульса), работоспособность такого способа определения энергии источника упругих волн защищена патентом 5056107 РФ [3].

Сопоставление двух независимых методов [3] определения энергии упругого взаимодействия дало расхождение результатов менее чем на 20 %. То есть для модельного случая практически вся энергия упругого соударения перешла в энергию упругих колебаний куба, который, в свою очередь, обладает практически идеальной передаточной функцией. Был определен также спектральный состав энергии взаимодействия. Эти результаты позволяют определять как параметры источника сигнала, так и структуру передающей с трансформацией сигнала среду. Для адаптации этой методики на подземных сооружениях ФГУП «ГХК» был разработан, изготовлен и

калиброван для измерения напряжений упругой волны пьезопленочный приемник акустического импульса (ППАИ) с линейной амплитудно-частотной характеристикой в диапазоне до 20 kHz [19]. Также разработан и изготовлен съемный датчик акустической эмиссии в комплекте с предварительным усилителем для установки в скважине диаметром 76 mm на закладной детали [1]. (Рис 1., №1, Рис 5., №2). ППАИ был установлен в подземных сооружениях ФГУП "ГХК" в районе скважины №5 (Рис. 1 № 1).

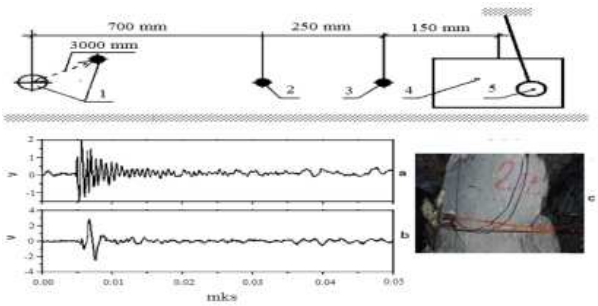


Рисунок 1 (a,b,c)

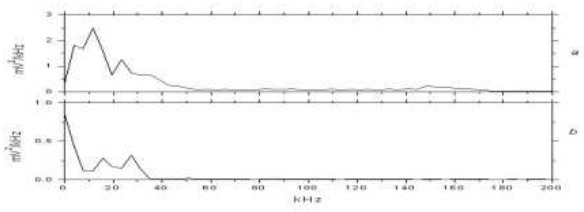


Рисунок 2 (a,b)

Рисунок 1 (a,b,c) - Измерение акустических свойств бетонной обделки и горного массива в районе скважины СГС-5. 1- скважина, в которой размещен шахтный датчик на глубине 3m , 2- пьезопленочный датчик, 3- запускающий датчик, 4- места удара (стальная пластина или закладная), 5- массивный стальной шар a- примеры сигналов, зарегистрированных пьезопленочным датчиком, b- шахтным датчиком, c- фото крепежа контрольного датчика.

Рисунок 2 (a,b) - Спектр сигнала, зарегистрированного в месте действия динамического излучателя с наименьшей энергией, (a); спектр сигнала, зарегистрированного в месте приема на расстоянии 870 mm (от места удара до шахтного датчика Рис 1. (1), (4)) от излучения (b)

Им было проведено измерение спектрального состава отклика массива горных пород на возбуждение его ударом шара массой M = 4,684 kg (Рис. 1 №5), а также проведена оценка энергии в упругой волне, формируемой от удара шаром. Сопоставление оценки величины упругой энергии (около 0,3 J) с потерей механической энергии при ударе шаром (около 6 J) носит, весьма приближенный характер**.** Это связано, во-первых, с тем, что при возбуждении упругой волны путем удара шаром по поверхности выработки соударение не чисто упругое (Рис. 2), которое сопровождается разрушением породы в месте контакта, на что и идет значительная доля потерянной при соударении механической энергии шара, во-вторых, с тем, что не известна передаточная функция среды, которая может быть определена после исключения первой причины расхождения результатов. Поэтому более корректная оценка энергии производилась путем возбуждения акустического импульса ударом шара, по закладной стальной детали (или стальной пластине) Рис 1, №4. Определенная таким способом спектральная плотность возбуждения массива горных пород от удара шаром концентрируется в диапазоне 0,7 - 3,2 kHz (Рис.2., a, b).

Акустические свойства бетонной обделки в подземных сооружениях.

Проанализирована возможность метода акустической эмиссии для регистрации трещинообразования и разрушения гетерогенных пород. Измерение скорости упругих волн в бетонном слое толщиной h = 1500 mm производились на базе 980 mm. Регистрация моментов времени прихода волны производилась по первому вступлению сигналов (Рис. 3., a., b).

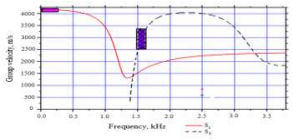


Рисунок 3(a,b)

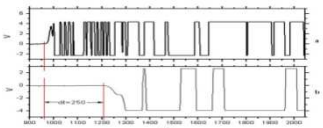


Рисунок 4 (a)

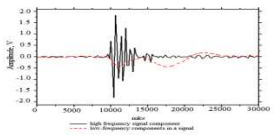


Рисунок 4 (b)

Рисунок 3 (a,b) - Измерение скоростей упругих волн в бетонном слое.
a- запускающий датчик, b- датчик на расстоянии 980 mm.
Рисунок 4 (a,b) - Дисперсионные кривые для симметричной Лэмбовской моды S_1 (прерывистая линия) и для симметричной нулевой моды S_0 (сплошная линия), рассчитанные для бетонной обделки толщиной 1500 mm (*а*), представление этих двух мод на амплитудно-временной плоскости (*б*)

Согласно данным измерениям скорость в слое бетона равна 3920 m/s. Была произведена также оценка скорости волн в бетоне с помощью расчета модуля упругости E_{eff} для плоской волны: где E – модуль Юнга (для бетона он равен 36.1 kPa), v – коэффициент Пуассона (0.22). В результате получили скорость плоской продольной C_L волны в виде:

$$c_L = \sqrt{E_{eff} / \rho} \tag{1}$$

где ρ – плотность бетона (2200 kg/m^3). Тогда получаем скорость плоской продольной волны в бетоне C_L = 4343 m/s. Скорость вдоль слоя оказывается меньше скорости плоских волн C_L. Для определения типа волны, скорость которой соответствует измеренной (3920 m/s), необходимо рассчитать дисперсионные кривые для бетонного слоя h = 1500 mm. Для этого необходимо дополнительно получить скорость сдвиговых волн для бетона. Модуль сдвига μ для бетона определялся через модуль Юнга E и коэффициент Пуассона v, как: E = 2μ(1+v) => μ = E / 2(1+v) = 14.8 kPa. Модуль упругости и коэффициент Пуассона брались из данных о физико-механических свойствах горных пород лаборатории физических проблем разработки пластовых месторождений Горного института им. Плеханова. Скорость сдвиговой C_T волны в бетоне получим по формуле:

$$c_T = \sqrt{\mu / \rho} \tag{2}$$

и в итоге C_T = 2594 m/s.

На рисунке 4а показаны дисперсионные кривые для симметричной Лэмбовской моды S_1 (прерывистая линия) [4,5], и для симметричной нулевой моды S_0 (сплошная линия). Видно, что зарегистрированная высокочастотная составляющая спектра сигнала (1.25 – 1.75 kHz), Физически эта волна представлена симметричными относительно средней линии бетонного слоя колебаниями сжатия-растяжения. Приближенно частота f_n этой волны связана с мощностью слоя по формуле стоячей волны:

$$f_n = \frac{2n-1}{2h} c_L \quad \text{, где } n = 1. \tag{3}$$

Подставляя значения C_L и h, получаем значение f_n, равное 1.45 kHz, что приближенно соответствует доминантной частоте высокочастотной составляющей сигнала (1.6 kHz) (Рис.4). Из рисунка 4 ***а*** видно, что скорости распространения такой волны лежат в области 3000 m/s (заштрихованный прямоугольник).

Зарегистрированная низкочастотная составляющая спектра сигнала (0 – 0.25 kHz) соответствует нулевой моде S_0, скорость распространения которой приближенно равна 4000 m/s (не заштрихованный прямоугольник). Отсюда можно заключить, что регистрируемое первое вступление при измерении скорости распространения сигнала вдоль слоя бетона соответствует моменту прихода нулевой моды S_0. На рисунке 4 *б* показана отфильтрованная высокочастотная составляющая (сплошная линия), и низкочастотная составляющая (прерывистая линя).

Таким образом, из рассмотренных случаев возбуждения можно заключить, что в случае действия источника упругих волн непосредственно в бетонной обделке горной выработки, энергия ударного воздействия на горный массив преобразуется в распространяющиеся нормальные волны S_0 и S_1, обусловленные упругими свойствами бетона и толщиной обделки. Регистрируемое первое вступление при измерении скорости распространения сигнала вдоль слоя бетона соответствует моменту прихода нулевой моды S_0, скорость в слое бетона, которой равна 3920 m/s.

Акустические свойства гетерогенного массива

Измерение скоростей упругих волн в массиве горных пород производились на базе 5121mm (Рис. 5 (a).

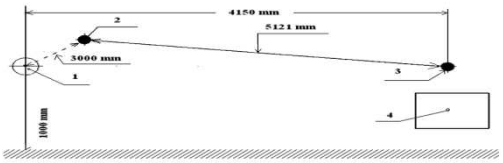


Рисунок 5 (a)

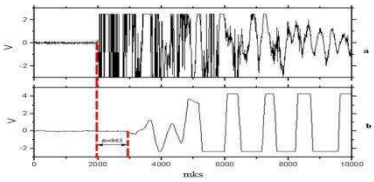


Рисунок 5 (b)

Регистрация моментов времени прихода волны производилась по первому вступлению сигналов. Результаты измерения скоростей упругих волн в массиве горных пород приведены на Рис 5 (b). Измеренная скорость упругих волн в массиве горных пород оказалась равной 5318 m/s. Для проверки соответствия данного значения скорости упругим константам гнейсов, слагающих массив горных пород, оценим скорость приближенно описанным выше способом по формуле (1), где ρ – плотность пород горного массива, равная 2700 kg/m^3, E – модуль Юнга (для гнейсов он равен 60 ÷ 80 kPa), v – коэффициент Пуассона (для гнейсов он равен 0.23 ÷ 0.24). Расчетное значение модуля упругости E_{eff} для гнейсов равно 82 ГПа. Оценочное значение скорости оказывается равным 5505 m/s, что соответствует приблизительно измеренной скорости.

Выводы:

Анализ частотного состава АЭ на различных стадиях трещинообразования важен для изучения физики явления потери прочности при разрушении;

- в неповрежденных гетерогенных породах на микроуровне акустические волны излучаются в процессе трещинообразования в зернах гетерогенных пород (0.5 – 2.00 MHz), когда преодолен локальный предел прочности материала.

- в гетерогенных породах с поверхностью ослабленного механического контакта, чем является, например, существующий разлом, акустические волны излучаются при сдвиге вдоль разлома (0.01 – 10 kHz), который начинает распространяться, как только преодолено трение на поверхности.

Список литературы

[1] Х.Ф. Махмудов, В. Н. Савельев, Д. В. Савельев, В. Н. Медведев, С. Ю. Круглов. В книге (сборнике): XXIII Петербургские чтения по проблемам прочности, посвященные 100-летию ФТИ им.А.Ф.Иоффе и 110-летию со дня рождения чл.-корр. АН СССР А.В. Степанова; Санкт-Петербург, С. 136-137 (2018).

[2] В.Н. Савельев, А.О. Розанов, Д.В. Савельев, В.Н. Медведев, С.Ю. Круглов, Х.Ф. Махмудов. В сборнике: VII Международная конференция "Деформация и разрушение материалов и наноматериалов" М. С. 672-673 (2017).

[3] В.А. Петров, В.А. Пикулин, А.О. Розанов, В.Н. Савельев, С.А. Станчиц. Способ определения энергии сигнала акустической эмиссии в твердом теле.-Патент Российской Федерации № 2037821, 1995.

[4] A.O. Rozanov , V.N. Savel'ev, S.A. Stanchits. Proceedings of the EAGE 57th Conference and Technical Exhibition, Glasgow, Scotland, B0004 (1995).

[5] А.О. Розанов В.С. Куксенко, В.Н. Савельев, С.А. Станчиц , В.А. Пикулин . Письма в ЖТФ, 19, в.4, С.28-32 (1993).

ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ ФЕРРОМАГНИТНЫХ АБРАЗИВНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ ПОРОШКОВ НА ОСНОВЕ КАРБИДОВ ТИТАНА И ВОЛЬФРАМА

Якубовская С.В., Корбит А.А., Ходан Е.П.
Белорусский национальный технический университет,
г. Минск, Республика Беларусь, E-mail: almain@mail.ru

Одним из методов финишной обработки сложно-профильных деталей, является метод магнитно-абразивной обработки (МАО). Обрабатывающими материалами в процессе магнитно-абразивной обработки, как правило, являются порошки, представляющие собой спеки на основе железа и абразивных материалов (карбиды бора, титана или вольфрама). Однако эти материалы не обеспечивают стабильных значений режущей способности в процессе магнитно-абразивной обработки.

Повышение эксплуатационных показателей процесса МАО возможно путем использования композиционных ферромагнитных порошков, получаемых при введении абразивных зерен в ферромагнитные матрицы, представляющие собой композиционные материалы на основе ферромагнитного материала и связующего (оксидного стекла). Процессы формирования структуры таких ферромагнитных абразивных композиционных порошков изучены недостаточно, хотя их свойства будут определяться, в том числе, и микроструктурой.

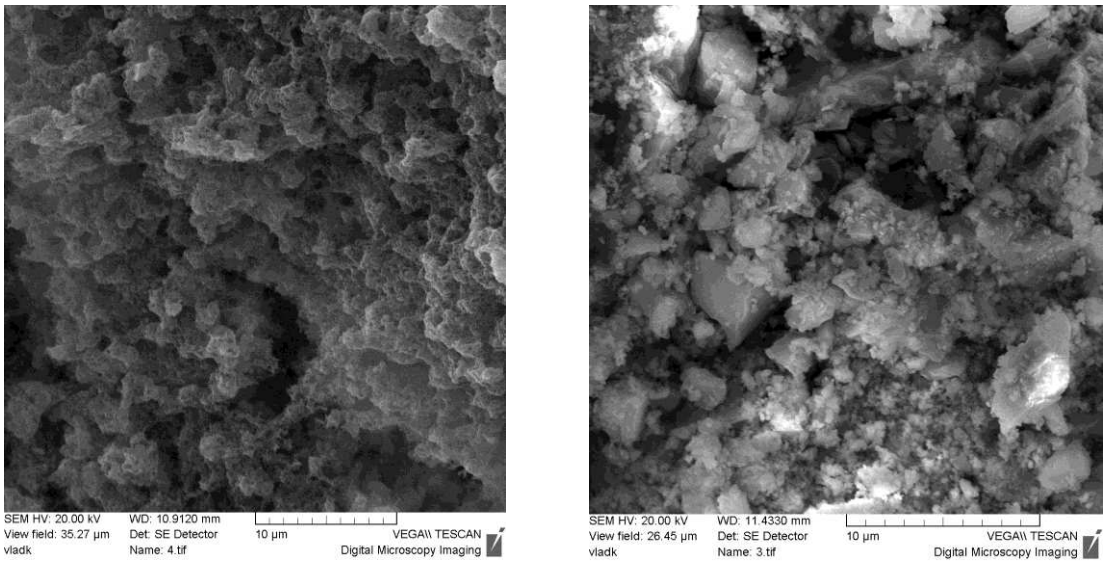
Целью настоящей работы являлось исследование микроструктуры и физико-механических характеристик (твердости) ферромагнитных абразивных композиционных порошков феррит меди-связующее-карбид титана (вольфрама) в зависимости от концентрации связующего, режимов спекания.

В качестве связующего при получении ферромагнитных материалов использовали легкоплавкие стекла на основе дигидрофосфатов натрия, калия, цинка. Связующее получали следующим образом: шихту дигидрофосфатов калия, натрия, цинка и фторида натрия (флюсующая добавка) нагревали при 500 К в течении 0,5 ч. Полученную фритту стекла дробили, мололи и отсеивали порошок фракции –50 мкм. Далее связующее смешивали с ферритом меди и затем вводили карбид титана или карбид вольфрама. Концентрация связующего в шихте составляла 20-40 об. %. Шихту помещали в пресс-форму и спекали при 775–975 К в течение-1 ч. Во второй серии экспериментов брикеты уплотняли при температуре спекания. Давление горячего прессования составляло 5-30 МПа.

Исследование морфологии и микроструктуры ферромагнитных абразивных композиционных порошков осуществляли на растровом электронном микроскопе VEGA/TESCAN (Япония).

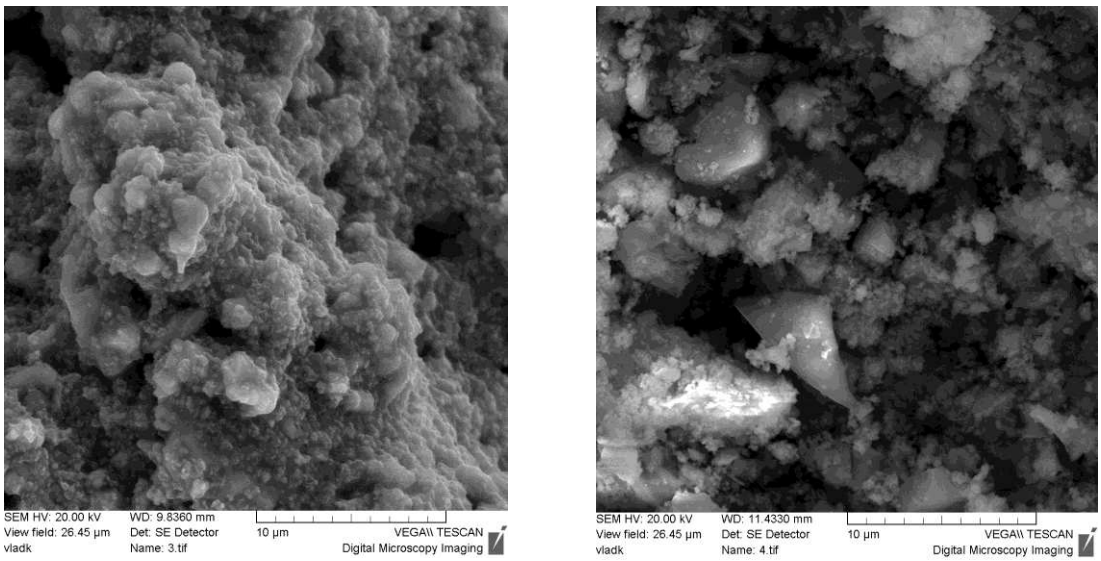
Согласно полученным экспериментальным данным (рисунок 1), при концентрации стекла в шихте 20-25 об. % в температурном интервале спекания 775–975 К микроструктура композиционных материалов феррит меди-стекло-карбид титана (карбид вольфрама) представляет собой совокупность абразивных частиц и частиц феррита меди, объединенных прослойками стекла в местах контактов; между агрегатами находятся поры. При таком содержании связующего при спекании не обеспечивается смачивание поверхности частиц расплавом стекла.

Увеличение содержания связующего в шихте до 30-40 об. % приводит к изменению микроструктуры ферромагнитных композиционных материалов. Микроструктура композиционных порошков феррит меди-стекло (30-40 об. %)-карбид титана (вольфрама), спеченных при 775-975 К представляет собой матрицу из частиц феррита меди и стекла, в которой расположены частицы карбида титана (вольфрама) (рисунок 2).



а б

Рисунок 1 – Микроструктура ферромагнитных композиционных порошков феррит меди (50 об. %)-стекло (20 об. %)-карбид титана (30 об. %) (а); феррит меди (40 об. %)-стекло (20 об. %)-карбид вольфрама (40 об. %) (б). Температура спекания 875 К

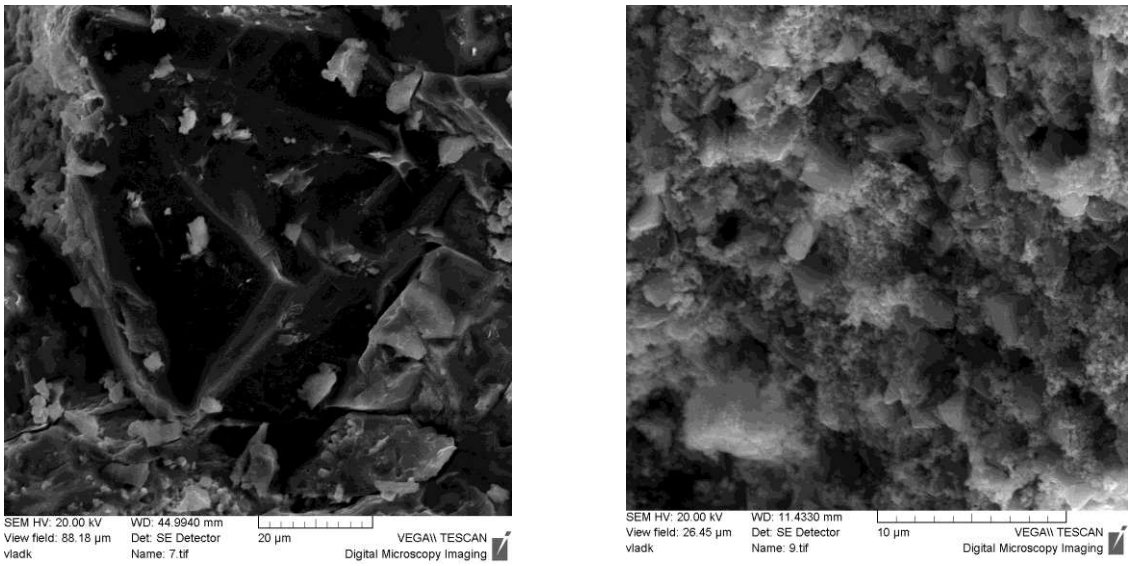


а б

Рисунок 2 – Микроструктура ферромагнитных композиционных порошков феррит меди (30 об. %)-стекло (40 об. %)-карбид титана (30 об. %) (а); феррит меди (30 об. %)-стекло (40 об. %)-карбид вольфрама (30 об. %) б). Температура спекания 875 К

Микроструктура недостаточно однородна: в прослойках стекла расположены глобулы из частиц абразива и феррита меди с меньшим содержанием фосфатного стекла (рисунок 2, б).

В области концентраций связующего (стекла) в шихте 30-40 об. % формирование гомогенных структур композиционных материалов обеспечивает дополнительная обработка брикетов давлением (горячее прессование), приводящее к деформации капель фосфатного стекла и проникновению расплава между частицами карбида титана (карбида вольфрама) и феррита меди. Микроструктура композиционных материалов феррит меди-стекло-карбид титана (вольфрама) представляет собой частицы карбида титана и феррита меди, объединенные прослойками стекла в форме пленок на их поверхности (рисунок 3).



а б

Рисунок 3 – Морфология поверхностей разрушения ферромагнитных композиционных материалов феррит меди (30 об. %)-стекло (40 об. %)-карбид титана (30 об. %) (а); феррит меди (30 об. %)-стекло (40 об. %)-карбид вольфрама (30 об. %) (б).
Давление горячего прессования 30 МПа

Микроструктура ферромагнитных композиционных порошков феррит меди-стекло-карбид титана (вольфрама), полученных горячим прессованием, в отличие от материалов, полученных спеканием более плотная, пористость значительно меньше.

Твердость ферромагнитных композиционных порошков, получаемых в исследуемом диапазоне температур отжига и давления горячего прессования (5-30 МПа) зависит от концентрации связующего в шихте. Увеличение концентрации связующего в шихте до 40 об. %. приводит к увеличению твердости ферромагнитных композиционных порошков. Твердость композиционных порошков также увеличивается с повышением давления горячего прессования, причем в большей степени при меньшей концентрации стекла. Твердость ферромагнитных композиционных порошков феррит меди (30 об. %)-стекло (40 об. %)-карбид титана (вольфрама) (30 об. %) при давлении 30 МПа составляет 70 HRB.

Твердость композиционных порошков феррит меди (50 об. %)-стекло (25 об. %)-карбид титана (вольфрама) (25 об. %), полученных при давлении горячего прессования 10 МПа составляет 45 HRB (35 HRB) и достаточно велика для композиционных материалов, содержащих 75 об. % дисперсных частиц наполнителей. Низкая концентрация связующего (стекла) (25 об. %) позволяет повысить концентрации ферромагнитного и абразивного компонентов в композиционных порошках феррит меди-стекло-карбид титана (карбид вольфрама) и, соответственно, эксплуатационные показатели процесса магнитно-абразивной обработки.

Таким образом, микроструктура ферромагнитных абразивных композиционных порошков феррит меди-стекло-карбид титана (вольфрама) в интервале температур 775-875 К определяется условиями растекания расплава стекла по поровым каналам каркаса из частиц ферромагнитного компонента и абразива, которые, в свою очередь, определяются концентрацией связующего и режимом получения (спекание, горячее прессование).

РАСЧЕТ ПОРИСТОСТИ И ПЛОТНОСТИ УГЛЕРОД-УГЛЕРОДНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ В ПРОЦЕССЕ ИЗОСТАТИЧЕСКОЙ ТЕХНОЛОГИИ ИХ ПРОИЗВОДСТВА

[1]Антанович А.А., [2]Колесников С.А.

[1]ФГБУН институт физики высоких давлений Российской Академии наук, Москва, г. Троицк, Россия, antanov@hppi.troitsk.ru

[2]АО «НИИ конструкционных материалов на основе графита», г. Москва, Россия, skolesnikov02@mail.ru

При изостатической технологии производства углерод-углеродных композиционных материалов (УУКМ) [1, 2] выполняются следующие три основные последовательные операции:

1. Пропитка объемно армированных каркасов, изготовленных на основе высокомодульных углеродных волокон, среднетемпературным каменноугольным пеком с последующей карбонизацией пека при атмосферном давлении (Операция ПК). Плотность исходного каркаса ~ 0,6 г/см^3. Этот процесс повторяется (обычно до трех раз) до достижения плотности заготовок ~ 1,0 г/см^3. При таком уровне плотности углерод-углеродный материал приобретает прочность при сжатии ~ 10 МПа, что позволяет без деформации и разрушения выдерживать последующие циклы пропитки высокотемпературным каменноугольным пеком и карбонизации при высоких давлениях.

2. Пропитка заготовок УУКМ высокотемпературным каменноугольным пеком с последующей карбонизацией пека при давлении до 100 МПа и температуре до 750°C в аппарате высокого давления и высокой температуры, в котором в качестве среды, передающей давление, используется сухой кварцевый песок (Операция ПКД). Указанная операция проводится многократно (обычно до пяти раз) до достижения заданной плотности материала. Плотность материала на этом этапе возрастает в процессе пропитки и карбонизации..

3. Высокотемпературная обработка (Операция ВТО) в вакууме при температуре до 2170℃ заготовок УУКМ после каждых ПКД. Плотность материала после проведения этой операции снижается в результате химических превращений.

Представляет определенный интерес провести расчетную оценку изменения пористости и плотности УУКМ в процессе выполнения указанных выше технологических операций. Для упрощения вычислений будем рассматривать изменения свойств материала в единице объема, например, в одном кубическом сантиметре.

1. Пористость материала. Введем следующие обозначения: P_0 – начальная пористость (пористость каркаса перед ПК или пористость заготовки после ПК перед первым процессом ПКД); $\rho_{пек}$ - плотность используемого пека (среднетемпературный, высокотемпературный); K - коксовое число пека или выход кокса (отношение массы твердого продукта после карбонизации пека к массе пека перед карбонизацией), α – доля массы кокса, оставшегося после ВТО (для первой технологической операции $\alpha = 1$), $\rho_{вто}$- плотность кокса после ВТО.

После первой пропитки масса материала возрастает на величину $P_0\ \rho_{пек}$, после последующей карбонизации прибавка массы уменьшается до $P_0\rho_{пек}K$, а после ВТО - до $P_0\rho_{пек}K\alpha$. Тогда объем сплошного кокса после ВТО составит $P_0\rho_{пек}K\alpha\ /\rho_{вто}$. На эту же величину уменьшится (расчеты ведутся, как указано выше, в объеме материала 1 см^3) пористость материала P_1, которая станет равной

$$P_1 = P_0 - P_0\rho_{пек}K\alpha\ /\rho_{вто} = P_0(1 - \rho_{пек}K\alpha\ /\rho_{вто})$$

Обозначив для упрощения величину $\rho_{пек}K\alpha\ /\rho_{вто} = A,$ получим

$$P_1 = P_0(1 - A) \qquad (1)$$

Повторяя описанный выше алгоритм легко показать, что пористость после второго цикла

$$P_2 = P_0(1 - \mathrm{A})^2 \text{ , а после } n \text{ циклов} \quad (2)$$

$$P_n = P_0(1 - \mathrm{A})^n \quad (3)$$

2. Плотность. Прибавка массы кокса в объеме 1 см^3 после первого цикла уплотнения, как указано выше, равна $P_0\rho_{пек}K\alpha$ *или* $\rho_{вто}AP_0$. В рассматриваемом объеме эта величина соответствует также прибавке плотности. Поэтому плотность материала ρ_1 после первого цикла будет равна

$\rho_1 = \rho_0 + \rho_{вто}AP_0$.

Обозначив величину $\rho_{вто}A = B$, *получим*

$$\rho_1 = \rho_0 + BP_0 \quad (4)$$

Аналогично $\rho_2 = \rho_1 + BP_1$.

Используя выражения (1) и (4) получим

$\rho_2 = \rho_0 + BP_0 + BP_0(1 - A) = \rho_0 + BP_0[1 + (1 - A)]$

И дальше по той же схеме

$\rho_3 = \rho_0 + BP_0[1 + (1 - A) + (1 - A)^2]$

$\rho_n = \rho_0 + BP_0[1 + (1 - A) + (1 - A)^2 + \cdots + (1 - A)^{n-1}]$ или

$$\rho_n = \rho_0 + BP_0\sum_1^n(1 - A)^{n-1} \quad (5)$$

Известно, что сумма первых *n*-членов ряда геометрической прогрессии $\sum_1^n(1 - \mathrm{A})^n$ равна

$1 - (1 - A)/[1 - (1 - A)] = [1 - (1 - A)]/A$ откуда

$$\rho_n = \rho_0 + \frac{B}{A}P_0[1 - (1 - \mathrm{A})^n] \quad (6)$$

Входящий в выражение (5) числовой ряд сходится при $n \to \infty$

$\sum_1^n(1 - \mathrm{A})^n \to \frac{1}{1-(1-\mathrm{A})} = \frac{1}{A}$

Тогда предельно возможная плотность УУКМ ($\rho_{макс}$) при выбранной технологии уплотнения материала и принятых допущениях

$$\rho_{макс} = \rho_0 + \frac{B}{A}P_0 = \rho_0 + \rho_{вто}P_0 . \quad (7)$$

Из выражения (7) следует, что при принятых начальных условиях мы не сможем получить материал с плотностью выше (1,05 + 2,03х0,476) = 2,016 г/см^3.

Если разрешить уравнение (6) относительно числа циклов ПКД-ВТО *n,* то можно получить уравнение для оценки количества таких циклов для достижения заданной плотности ρ, *не превышающей* $\rho_{макс}$

$$n = \ln(1 - (\rho - \rho_0)/\rho_{вто}P_0)/\ln(1 - \rho_{пек}K\alpha/\rho_{вто}) . \quad (8)$$

Приведенные выражения могут быть использованы для оценки пористости и плотности УУКМ на различных этапах его производства по изостатическим технология.

В качестве примера приведем данные расчета плотности УУКМ при следующих экспериментально определенных данных, полученных при производстве цилиндрических заготовок УУКМ с наружным диаметром 550 мм, внутренним диаметром 310 мм, высотой 350 мм:

Начальная пористость P_0 = 0,69 для каркаса и P_0 = 0,476 после предварительного уплотнения материала.

Начальная плотность каркаса $\rho_0 = 0{,}6$ г/см^3 и $\rho_0 = 1{,}05$ г/см^3 перед первым циклом ПКД-ВТО.

Коксовое число среднетемпературного пека K = 0,44, коксовое число высокотемпературного пека K = 0,63 при карбонизации при атмосферном давлении и K= 0,83 при изостатической карбонизации.

Плотность кокса после ВТО $\rho_{вто}$ = 2,03 г/см^3.

Потеря массы кокса после ВТО составляет 0,2 доли, то есть доля оставшейся массы кокса α = 1 – 0,2 = 0,8.

Результаты проведенных расчетов приведены на рисунке 1 в сравнении с экспериментальными данными.

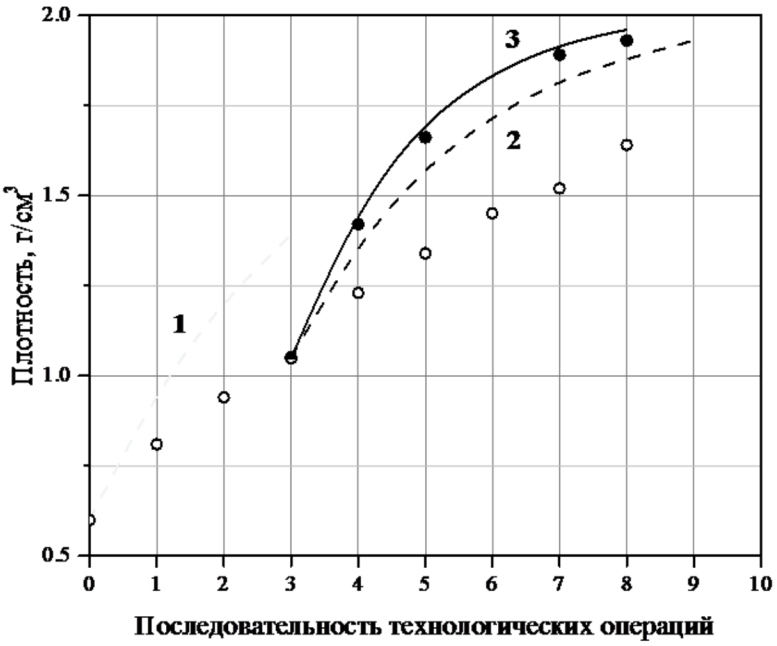


Рисунок 1 - Изменение плотности УУКМ в процессе их производства

Здесь операции 0-4 соответствуют предварительному уплотнению материала, а операции 4-8 дальнейшему уплотнению при атмосферном (ПК) или высоком давлении (ПКД) с включением ВТО после каждого шага уплотнения. Кривая 1 соответствует расчетным данным для предварительного уплотнения ПК, кривая 2 – расчет для циклов ПК-ВТО, кривая 3 – расчет для циклов ПКД-ВТО. Сплошными темными кружками обозначены экспериментальные данные для циклов ПКД-ВТО, светлыми кружками – экспериментальные данные для циклов ПК и ПК-ВТО.

Из приведенных данных можно сделать вывод, что приведенные в статье расчетные формулы не дают правильных результатов для среднетемпературного пека, как на этапе предварительного уплотнения (ПК), так и для высокотемпературного пека на этапах ПК-ВТО.

На этапе предварительного уплотнения это может быть связано как с неполной пропиткой каркаса пеком, так и с вытеканием расплава пека из пор каркаса на начальных этапах нагрева при карбонизации.

Неудовлетворительное соответствие расчетных и экспериментальных данных для высокотемпературного пека на этапах ПК-ВТО можно также объяснить неполной пропиткой заготовок УУКМ из-за того, что этот пек не смачивает углеродные поверхности, имеет достаточно высокие вязкость и поверхностное натяжение по сравнению со среднетемпературным пеком.

В тоже время хорошее согласие расчетных и экспериментальных данных на этапах ПКД-ВТО свидетельствуют о существенном влиянии высокого давления на процессы уплотнения материала как за счет улучшения условий пропитки, так и за счет увеличения коксового числа при карбонизации высокотемпературного пека под давлением.

В качестве примера использования полученных выше уравнений, приведем еще, например, оценку количества процессов ПКД-ВТО, необходимых для уплотнения УУКМ до заданной плотности. Если нужно получить конечную плотность материала 2,00 г/см^3 при принятых значениях других величин, то из уравнения (8) получим n = 7,2 и необходимо проводить 8 циклов ПКД-ВТО.

В заключение можно сказать, что приведенные в статье уравнения для определения динамики уплотнения УУКМ при изостатической технологии их производства могут служить удобным инструментов для анализа процессов уплотнения материала, а так же для поиска путей совершенствования используемой технологии.

Список литературы

1. А.А. Антанович, С.А. Колесников. Изостатические технологии при изготовлении углеродных конструкционных материалов. В сб. Перспективные материалы и технологии: монография. В 2-х т. Т.1/В.А.Андреев и др.; под ред. В.В.Клубовича. – Витебск: УО «ВГТУ», 2017. – 467 с.

2. А.А. Антанович, С.А. Колесников. Развитие структуры и формирование уровня свойств углерод-углеродных композиционных материалов при изостатической технологии получения углеродных матриц.// В сб. Актуальные проблемы прочности: монография. В 2-х т. Т.1/Алифанов А.В. и др.; под ред. В.В.Рубаника. – Витебск: УО «ВГТУ». 2018. – 409 с ил. с. 181 – 191.

УПРУГОСТЬ И МИКРОПЛАСТИЧНОСТЬ КВАЗИ-ОБЪЁМНЫХ КРИСТАЛЛОВ НИТРИДА ГАЛЛИЯ В ИНТЕРВАЛЕ ТЕМПЕРАТУР 300 – 700 К

Гузилова Л.И. *, Кардашев Б.К., Печников А.Е., Николаев В.И.
Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук, Санкт-Петербург, Россия
guzilova@mail.ioffe.ru

К настоящему моменту нитрид галлия (GaN), обеспечивший переход к светодиодному освещению, стал одним из наиболее значимых полупроводниковых материалов в оптоэлектронной технике. Нитрид галлия обладает высокой химической стабильностью в сочетании с отличными оптическими и электронными транспортными характеристиками [1]. Однако, кроме чисто полупроводниковых свойств интерес могут представлять и другие его свойства, в том числе и механические. Недавно было обнаружено, что он обладает весьма высокой стойкостью к износу, близкой по своему значению износостойкости алмаза [2].

Нитрид галлия синтезируется в основном либо в виде эпитаксиальных тонких слоев, либо в форме небольших объёмных кристаллов. В силу трудоемкости ростовых процессов, большие кристаллы крайне редкие и дорогие. По этой причине обычно для механических исследований выбирались не прямые методы измерений, а те, которые позволяют оценить параметры по небольшой области, например, методы рентгеновской дифракции, брюллюэновского рассеяния, микро- и нано-индентирования, а в ряде случаев измерения заменялись расчетами из первых принципов.

В настоящей работе исследовались упругие и микропластические свойства поликристаллических и монокристаллических объемных образцов, полученных в однотипных технологических условиях химического осаждения на керамическую подложку из пиролитического h-BN и базисноориентированную стандартную сапфировую подложку с последующим отделением толстых (2-3 мм) слоев от подложек [3-5]. Отделенные от подложки объекты принято называть квази-объемными кристаллами.

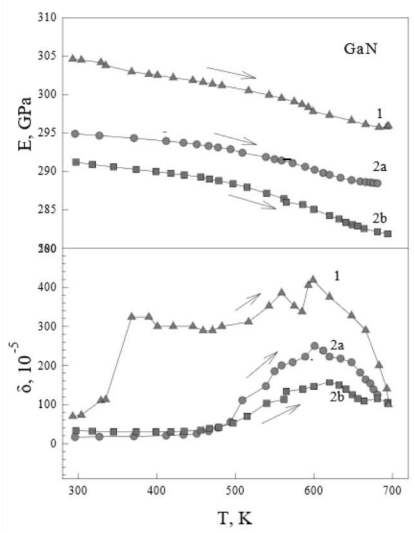
Данная работа посвящена исследованию упругости и микропластичности квази-объёмного нитрида галлия при температурах от комнатной и выше до 700 К, и является логическим продолжением начатых ранее акустических исследований [6]. Надо заметить, что исследований упругих и микропластических свойств объемных кристаллов, нами в литературе не было обнаружено, что обуславливает дополнительный интерес к данной проблеме.

Для данных исследований нами использована акустическая методика внутреннего трения, основанная на принципе составного пьезоэлектрического вибратора [7], заключающемся в возбуждении кварцем продольной стоячей ультразвуковой волны в приклеенном к его торцу образце. Размеры кварца и образца подобраны для обеспечения резонанса на частоте ~100 кГц. Стоит отметить, что в данной системе кварц выступает в роли как источника, так и приемника сигнала. Сложностью проведения акустических измерений на объёмных образцах GaN является необходимость того, чтобы образец обладал достаточным длинной (~3 см) для осуществления эксперимента при дефиците больших кристаллов.

Для проведения экспериментов по микропластическому деформированию поликристаллические образцы GaN вырезались в двух направлениях: вдоль и поперёк газового потока во время процесса роста поликристаллической пластины GaN. При осуществлении рентгенографического исследования поликристаллического образца было определено, что в преимущественной является ориентация $[10\bar{1}0]$, это, возможно, связано с быстрым ростом в этом направлении по сравнению с другими двумя технологическими направлениями (вдоль и поперёк газового потока). Какой-либо выделенной же ориентации в данных технологических направлениях не было обнаружено. Монокристаллический образец GaN для исследований был вырезан из пластины GaN в направлении $[10\bar{1}0]$. Монокристалл GaN содержал некоторое

количество крупных дефектов – пит, пронизывающих весь кристалл. Место для вырезки образца из кристалла, тщательно отбиралось с целью снизить количество данных включений в образце. Все образцы, вырезанные из монокристалла и поликристалла GaN имели форму прямоугольных брусков длиной 27 мм с квадратным поперечным сечением ~ (2.8×2.8) мм. Такая длина образца обеспечивает резонанс продольных колебаний на частоте около 100 кГц.

Основная проблема, возникающая при осуществлении температурных акустических экспериментов с составным вибратором, заключается в подборе высокотемпературного клея, т.е. вещества которое на протяжении всего процесса нагрева до 700 К прочно соединяло бы поперечные стороны концов пьезокварца и образца GaN, и, кроме того, не оказывало бы существенного влияния на результаты эксперимента. Для решения данной проблемы нами была использована смесь жидкого стекла и ультрадисперсного порошка Al_2O_3.



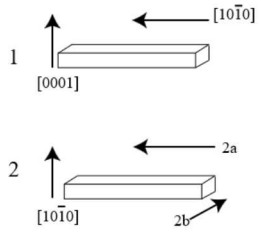


Рисунок 1 - Температурные зависимости модуля Юнга E и декремента δ для GaN (1 - монокристаллического, 2- поликристаллического); в случае поликристалла: 2a – в направлении газового потока, 2b –поперёк потока

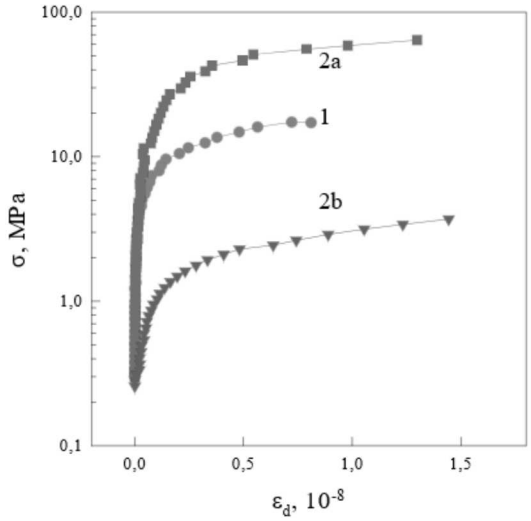


Рисунок 2 - Диаграммы σ-ε микропластического деформирования объемного GaN при комнатной температуре, построенные по данным акустического внутреннего трения; 1-монокристаллический образец, 2 – поликристаллический образец, в направлении потока (a), поперек потока (b)

На рис. 1 представлены температурные зависимости модуля упругости *E* и декремента *δ* для трех образцов GaN: монокристалл и поликристалл в двух направлениях (вдоль и поперек газового потока при процессе роста хлорид-гидридным осаждением). Демонстрируется значительное снижение модуля упругости *E* у всех трех образцов с повышением температуры от комнатной до 700 К, при этом

значительное уменьшение *E* начинается с 500 K. Также начиная с данной температуры в поликристаллическом образце (во обоих направлениях) наблюдается резкое повышение декремента затухания вплоть до 600 К и дальнейшее постепенное снижение до 700 К. Декремент затухания в монокристаллическом образце значительно повышается в диапазоне температур 350-400 K, в диапазоне 600-700 К, как и в поликристаллических образцах, наблюдается снижение. В настоящий момент уточняется, возможно, что некоторые эффекты в монокристаллическом образце в диапазоне температур 300 до 600 К могут быть связаны с влиянием склейки образца к пьезокварцу. На рис. 2 показаны диаграммы σ-ε микропластического деформирования поликристаллических и монокристаллического образцов GaN при комнатной температуре.

Видно, что в поликристаллическом образце наблюдается анизотропия свойств в различных направлениях. Предел упругости в нем в направлении, соответствующем росту в направлении газового потока, оказался даже выше чем у монокристаллического образца. Однако, последнее может быть связано с тем, что в монокристалле имеется несколько больших дефектов (пирамидальных пит), характерных для данной хлорид-гидридной технологии GaN.

В данной работе впервые проведены измерения акустического модуля упругости и декремента затухания ультразвука в больших объемных кристаллах GaN. Впервые получены температурные зависимости внутреннего трения в этих кристаллах. Собраны первичные сведения о неупругих свойствах, проявляющиеся в отклонении от линейной упругости при больших амплитудах возбуждения ультразвука, что мы связываем с явлением микропластичности. Установлены зависимости свойств как от кристаллографической ориентации, так и от технологических параметров, связанных с газовыми потоками.

Список литературы

[1] Ueda D. // Power GaN Devices: Materials, Application and Reliability / Eds M. Meneghini, G. Meneghesso, E. Zanoni. Switzerland: Springer Nature. 2017. P. 1-26.

[2] Zeng G., Tan C.-K., Tansu N., Krick B.A. / Appl. Phys. Lett. 2016. V. 109. Art. no. 051602.

[3] Мынбаева М.Г., Печников А.И., Ситникова А.А., Кириленко Д.А., Лаврентьев А.А., Иванова Е.В., Николаев В.И. // Письма ЖТФ. 2015. Т. 41. N. 84. С. 84-90.

[4] Voronenkov V., Tsyuk A., Gorbunov R., Lelikov Y., Rebane Y., Zubrilov A., Bochkareva N., Shreter Y., Latyshev P. // ECS Transactions. Montreal. 2011. V. 35. N. 6. P. 91-97.

[5] Nikolaev V.I., Golovatenko A., Mynbaeva M.G., Nikitina I.P., Seredova N.V., Pechnikov A., Bougrov V., Odnobludov M. // Phys. Status Solidi C. 2014. V. 11. N. 3-4. P. 502-504.

[6] Гузилова Л.И., Кардашев Б.К., Печников А.И., Крымов В.М., Николаев В.И. // Перспективные материалы и технологии: материалы международного симпозиума (22-26 мая 2017 года, Витебск, Беларусь). В 2-х ч. Ч. 2 / Под ред. В.В. Рубаника. Витебск: УО «ВГТУ». 2017. С. 105-107.

[7] Кардашев Б.К. // Кристаллография. 2009. Т. 54. N. 6. С. 1074-1086.

ЛЕНТОЧНОЕ ЛИТЬЕ – ПЕРСПЕКТИВНЫЙ МЕТОД ПОЛУЧЕНИЯ ТОНКОЛИСТОВЫХ ПОРОШКОВЫХ МАТЕРИАЛОВ

Ильющенко А.Ф., Марукович А.И., Прохоров О.А., Кривуленко Н.В.
Институт порошковой металлургии имени академика О.В. Романа, Минск, РБ, a_marukovich@mail.ru

Повышенный интерес к тонколистовым керамическим и металлическим материалам обусловлен их широким применением в различных областях техники. Например, в химической промышленности такие материалы используются в составе электролизеров водяного пара [1] и диоксида углерода в электро-каталитических реакторах различных типов [2], электрохимических датчиков кислорода в оксидных расплавах и газах [3 - 5]. В энергетической – в качестве твердых электролитов и несущих проницаемых подложек твердо-оксидных топливных элементов [6 - 8]. В радиоэлектронной – данные материалы используются для производства пьезоэлеметов, многослойных конденсаторов, монтажных подложек, интегральных микросхем или корпусов БИС [9 - 11]. Также тонколистовые материалы находят широкое применение в качестве различных фильтрующих элементов для агрессивных сред, используются в теплообменных устройствах в качестве элементов испарителей и сублиматов [12 - 14]. Эксплуатационные характеристики указанных выше изделий прямо зависят от толщины и однородности используемых тонколистовых материалов.

На практике для формования тонколистовых керамических и металлических материалов определенной толщины нашли применение следующие способы: метод ленточного литья с помощью ракельного ножа, экструдирование, прокатка (вальцевание) и прессование.

Широкое распространение для получения тонколистовых материалов получил метод ленточного литья с помощью ракельного ножа. Главным преимуществом данного метода является возможность получения крупногабаритных тонких плоских изделий с толщиной 0.05 - 2 мм, которые практически невозможно получить другими методами (такими как прессование, экструдирование, прокатка), а также высокая производительность. Из листовых заготовок, полученных данным методом, легко изготовить изделия требуемого размера и формы, в том числе осуществить их перфорацию.

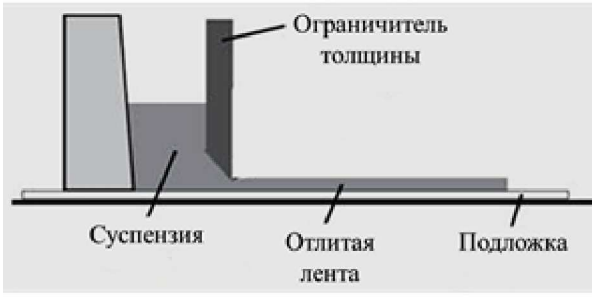


Рисунок – Схема получения тонколистовых порошковых изделий с использованием ракельного ножа

Процесс получения тонколистовых порошковых изделий методом ленточного литья включает следующие основные технологические операции: приготовление литейной суспензии, литье суспензии на технологическую подложку, сушку полученной заготовки, прокатку ее в волках при необходимости, вырубку заготовок требуемых геометрических размеров, термическое удаление органического связующего и спекание [15]. При этом толщину получаемого изделия регулируют ракельным ножом («doctor blade» процесс), схема процесса представлена на рисунке 1. В производстве тонколистовых изделий, получаемых методом ленточного литья, используются суспензии, состоящие из: металлического или керамического порошка – основного компонента, органического связующего, пластификатора, депрессанта и растворителя.

В настоящее время широкое распространение получили суспензии, основанные на органических растворителях таких как: этиловый и изобутиловый спирт, толуол, метилэтилкетон или их смеси [16 -19]. В качестве органической связки в таких суспензиях чаще всего используется поливинилбутираль и поливинилацетат, в качестве пластификатора – дибутилфталат и диоктилфталат, а в качестве дисперсанта – рыбий жир. Такие суспензии характеризуются высоким содержанием

твердой фазы и отличными технологическими свойствами, что позволяет получать на их основе высококачественные тонколистовые порошковые материалы.

Суспензии на основе органических растворителей отличаются высокой токсичностью, и поэтому в последнее время в мировой практике наблюдается тенденция к переходу к более безопасным суспензиям на водной основе, хотя они и характеризуются более худшими технологическими свойствами [20 - 22]. В качестве органической связки в таких суспензиях в основном используют поливиниловый спирт, пластификатором служит глицерин или полиэтиленгликоль, а в качестве депрессантов используют полиэлектролиты на основе солей акриловой кислоты.

Одним из основных параметров тонколистовых порошковых изделий получаемых методом ленточного литья является толщина формируемой заготовки.

Очевидно, что толщина получаемых тонколистовых изделий определяется не только зазором между технологической подложкой и ракельным ножом, но и реологическими свойствами используемой суспензии, скоростью движения ракельного ножа, формой и углом заточки лезвия ножа.

К настоящему времени в научно-технической литературе предложено большое количество аналитических моделей, основанных на теориях течения ньютоновских и неньютоновских жидкостей, связывающие параметры процесса ленточного литья и реологические свойства суспензии с толщиной формируемой заготовки [23 - 26]. Большинство исследователей для моделирования процесса ленточного литья используют степенной закон вязкости жидкостей или модель Би́нгама , как наиболее точно описывающие процессы, протекающие при литье вязких суспензий [27 - 30]. Однако, как и все аналитические решения, данные модели включают различные приближения и предположения, что делает необходимым в каждом конкретном случае введение в расчеты эмпирических коэффициентов. Таким образом, в настоящее время предложенные для описания процессов ленточного литья аналитические модели не являются универсальными, хотя и позволяют установить качественные зависимости между параметрами процесса ленточного, реологическими свойствами суспензии и толщиной формируемой заготовки.

В последнее время, по мере роста вычислительной мощности компьютеров, ряд исследователей [31 - 33] предпринимают попытки численного моделирования процессов ленточного литья, используя такие параметры как вязкость суспензии, скорость движения технологической подложки, величиной зазора между ракелем и технологической подложкой. Однако в данный момент все эти исследования носят предварительный характер и не применимы на практике.

Таким образом, экспериментальные исследования до сих пор играют определяющую роль при разработке технологии получения конкретного изделия методом ленточного литья, с требуемыми техническими характеристиками.

Заключение.

Рассмотрены области применения и методы изготовления тонколистовых порошковых материалов. Показано, что перспективным, а в некоторых случаях и единственным методом получения таких материалов является метод ленточного литья вязких суспензий на технологическую подложку. Рассмотрен процесс и технологические особенности ленточного литья порошковых тонколистовых материалов. Рассмотрены различные аналитические и численные модели описывающие процесс ленточного литья суспензий в зависимости от технологических параметров. Показано, что в настоящее время не существует не аналитической, не численной модели, полностью описывающей данный процесс.

Литература

1. Kim, Min-Young. Fabrication and Electrical Characteristics of Graphite/Carbon Nanotube/Polyvinyl Butyral Composite Film via Tape-Casting and Heat-Treatment [Текст]/ Min-Young Kim, Seung-Woo Choi, Seong Jae Boo, et al.// Journal of Nanoscience and Nanotechnology – 2015 - Vol. 15 – pp. 8055 – 8061.

2. Cong, P. Combinatorial discovery of oxidative dehydrogenation catalysts within the Mo-V-Nb-O system [Текст]/ P. Cong, A. Dehestani, R. Doolen, D. M. Giaquinta // Proc. Nat. Acad. Sci. U.S.A. – 1999 – 96 –pp. 11077 – 11080.

3. Ren, L. The improved photocatalytic properties of P-type NiO loaded porous TiO_2 sheets prepared via freeze tape-casting [Текст]/ L. Ren, Y.-P. Zeng, D. Jiang // Solid State Sci. – 2010 - 12 – pp. 138 – 143.

4. Sing, K.S.W. Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity [Текст]/ K.S.W. Sing, D.H. Everett, R.A.W. Haul, et al. // Pure Appl. Chem. - 1985 - 57 – pp. 603 – 619.

5. Zhuiykov, S. Electrochemistry of Zirconia Gas Sensors [Текст]/ S. Zhuiykov// Boca Raton: CRC Press – 2007 - 320 c.

6. Thorel, A. Tape Casting Ceramics for High Temperature Fuel Cell Applications [Текст]/ A. Thorel// In Ceramic Materials - Intech: Rijeka – Croatia – 2010 – pp. 49 − 67.

7. Menzler, N.H. Sequential Tape Casting of Anode-Supported Solid Oxide Fuel Cells [Текст]/ N. H. Menzler, J. Malzbender1, P. Schoderböck, R. Kauert, H. P. Buchkremer// FUEL CELLS – 2014 – 14 - №1 – pp. 96 – 106.

8. Moon, H. Development of IT-SOFC unit cells with anode-supported thin electrolytes via tape casting and co-firing [Текст]/ H. Moon, S.D. Kim, S.H. Hyun, H.S. Kim // Int. J. Hydrogen Energy – 2008 - 33 – pp. 1758 – 1768.

9. Gongora-Rubio, M.R. Overview of low temperature co-fired ceramics tape technology for meso-system technology (MsST) [Текст] / M.R. Gongora-Rubio, P. Espinoza-Vallejos, L. Sola-Laguna, J.J. Santiago-Avilés// Sen. Actuators – A - 2005 – 89 – pp. 222 – 241.

10. Liu, G. Microstructural and dielectric properties of $Ba_{0.6}Sr_{0.4}Ti_{1-x}ZrxO_3$ based combinatorial thin film capacitors library [Текст]/ G. Liu, J. Wolfman, C. Autret-Lambert, J.Sakai, S. Roger, M. Gervais, F. Gervais // J. Appl. Phys. – 2010 – 108 – 114108 – pp. 1 − 6.

11. Messing, G. Templated grain growth of textured piezoelectric ceramics [Текст]/ G. Messing, S. Trolier-McKinstry, E. Sabolsky, et al.// Crit. Rev. Solid State Mater. Sci. – 2004 - 29 – pp. 45 – 96.

12. Bryce, R.M. Freeman. Extensional instability in electro-osmotic microflows of polymer solutions [Текст]/ Bryce, R. M. and M. R.// Physical Review – E - 2010 – 81 –pp. 28 - 36.

13. Boaro, M. Synthesis of highly porous Yttria-stabilized Zirconia by tape-casting methods [Текст]/ M. Boaro, J.M. Vohs, R.J. Gorte// J. Am. Ceram. Soc. – 2003 - 86 – pp. 395 – 400.

14. Meulenberg, W.A. Graded porous TiO_2 membranes for microfiltration [Текст]/ W.A. Meulenberg, J. Mertens, M. Bram, H.-P. Buchkremer, D. Stöver// J. Eur. Ceram. Soc. - 26 - 2006 – pp. 449 – 454.

15. Twiname, E.R. Tape casting: theory and practice [Текст]/ E.R. Twiname, R.E. Mistler// The American Ceramic Society: Westerville - OH - 2000.

16. Liu, Zhifu. Combinatorial Study of Ceramic Tape-Casting Slurries [Текст]/ Zhifu Liu, Yiling Wang, Yongxiang Li// ACS Comb. Sci. – 2012 – 14 – pp. 205 − 210.

17. Тиунова, О.В. Керамические мембраны на основе скандий-стабилизированного ZrO_2, полученные методом пленочного литья [Текст]/ О.В. Тиунова, О.Ю. Задорожная, Ю.К. Непочатов, И.Н. Бурмистров.// Электрохимия – 2014 – 50 - № 8 - с. 801 – 807.

18. Gutierrez, C. Tape casting of non-aqueous silicon nitride slips [Текст]/ C. Gutierrez, R. Moreno.. J. Eur. Ceram Soc. – 2000 – 20 - (10) – pp. 1527 – 1537.

19. Li, J. Preparation of non-aqueous mg green tapes by tape casting [Текст]/ J. Li, G. Luo, Q. Shen, L. Zhang, H. Zhu, C. Deng // Synth. React. Inorg. Met. Org. Chem. – 2012 -42 – pp. 758 – 763.

20. Hotza, D. Review: aqueous tape casting of ceramic powders [Текст]/ D. Hotza, P. Greil // Mater. Sci. Eng. - A – 1995 - 202 – pp. 206 – 217.

21. Gutierrez, C.A. Influence of slip preparation and casting conditions on aqueous tape casting of Al_2O_3 [Текст]/ C.A. Gutierrez, R. Moreno// Mater. Res. Bull. - 2001 - 36 – pp. 2059 - 2072.

22. Pagnoux, C. Aqueous suspensions for tape-casting based on acrylic binders [Текст]/ C. Pagnoux, T. Chartier, M. Granja, F. Doreau, J. Ferreira, J. Baumard // J. Eur. Ceram. Soc. - 18 - 1998 – pp. 241 – 247.

23. Liu, S.L. Calculation of tape thickness for ceramic tape casting [Текст]/ S.L. Liu, Q. Shen, G.Q. Luo, M.J. Li, L.M. Zhang// Key Eng. Mater. - 2012 - 512-515 – pp. 328 – 333.

24. Chantaramee, N. Characterization of particles packing in alumina green tape [Текст]/ N. Chantaramee, S. Tanaka, Z. Kato, N. Uchida, K. Uematsu // J. Eur. Ceram. Soc. – 2009 - 29 – pp. 943 – 948.

25. Mukherjee, A. Correlation between slurry rheology, green density and sintered density of tape cast yttria stabilised zirconia [Текст]/ A. Mukherjee, B. Maiti, A.D. Sharma, R.N. Basu, H.S. Maiti// Ceram. Int. – 2001 - 27 – pp. 731 – 739.

26. Bulatova, R. Thickness control and interface quality as functions of slurry formulation and casting speed in side-by-side tape casting [Текст]/ R. Bulatova, M. Jabbari, A. Kaiser, M.D. Negra, K. Andersen, J. Gurauskis, C. Bahl// J. Eur. Ceram. Soc. – 2014 - 34 – pp. 4285 – 4295.

27. Snel, M.D. Influence of tape cast parameters on texture formation in alumina by templated grain growth [Текст]/ M.D. Snel, J. van Hoolst, A.-M. de Wilde, M. Mertens, F. Snijkers, J. Luyten// J. Eur. Ceram. Soc. – 2009 - 29 – pp. 2757 – 2763.

28. Pal, R. Rheology of suspensions of solid particles in power-law fluids [Текст]/ R. Pal// Can. J. Chem. Eng. – 2015 - 93 – pp. 166 – 173.

29. Jabbari, M. An evaluation of interface capturing methods in a VOF based model for multiphase flow of a non-Newtonian ceramic in tape casting [Текст]/ M. Jabbari, R. Bulatova, J.H. Hattel, C.R.H. Bahl// Appl. Math. Model. - 2014 - 38- pp. 3222 – 3232.

30. Jabbari, M. Quasi-steady state power law model for the flow of $La_{0.85}Sr_{0.15}MnO_3$ ceramic slurry in tape casting [Текст]/ M. Jabbari, R. Bulatova, J.H. Hattel, C.R.H. Bahl// Mater. Sci. Technol. - 29 - 2013 – pp. 1080 – 1087.

31. Loest, H. Numerical flow simulation of viscoplastic slurries and design criteria for a tape casting unit [Текст]/ H. Loest, R. Lipp, E. Mitsoulis // J. Am. Ceram. Soc. – 1994- 77 – pp. 254 – 262.

32. Jabbari, M. Numerical modeling of the side flow in tape casting of a non-newtonian fluid [Текст]/ M. Jabbari, J. Hattel// J. Am. Ceram. Soc. – 2013 - 96 – pp. 1414 – 1420.

33. Spangenberg, J. Flow induced particle migration in fresh concrete: theoretical frame, numerical simulations and experimental results on model fluids [Текст]/ J. Spangenberg, N. Roussel, J. Hattel, H. Stang, J. Skocek, M. Geiker// Cem. Concr. Res. – 2012 - 42 – pp. 633 - 641.

ПОЛУЧЕНИЕ И ИССЛЕДОВАНИЕ ОПТИЧЕСКИХ И ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ТОНКИХ ПЛЕНОК ZnO С ЛЕГИРУЮЩИМИ ДОБАВКАМИ Sc_2O_3

Босак[1] Н. А.,Чумаков[1] А. Н., Шевченок[2] А. А., Баран[3] Л. В., Кароза[1] А. Г., Малютина-Бронская[4]В. В., Райченок[1] Т.Ф., Сугак[1] М. Г.
[1]ИФ НАН Беларуси, Минск; [2]БГАТУ, Минск; [3]БГУ, Минск;
[4]ГНПО "Оптика, оптоэлектроника и лазерная техника", Минск

Введение

Задачи по созданию сенсоров стимулировали исследования тонких пленок оксида цинка. Применение пленок ZnO в качестве чувствительных слоев микро-наносенсоров обосновано результатами исследований их структурных, электрических, акустических и оптических свойств [1]. Управление физико-химическими свойствами тонких пленок оксида цинка может обеспечиваться путем введения в их состав различных легирующих добавок [1-3].

В настоящей работе исследованы свойства пленок оксида цинка с легирующей добавкой оксида скандия в количестве 0,9 % по массе. Выбор такой легирующей добавки обусловлен высокой чувствительностью соединений редкоземельных элементов (в том числе и $Sc_2O_{3)}$ к различным внешним воздействиям, а также предполагаемым улучшением пьезоэлектрических свойств тонких пленок оксида цинка [3]. Представлены результаты исследования микроструктуры распыляемых керамических мишеней стехиометрического состава, морфологии полученных тонких пленок ZnO+0,9% Sc_2O_3, их вольт-амперных характеристик, а также спектров пропускания, спектров люминесценции и комбинационного рассеяния света.

Методика получения и исследования тонких пленок

Пленки ZnO с легирующими добавками Sc_2O_3 осаждались методом многоимпульсного высокочастотного лазерного распыления керамических мишеней в вакууме. Экспериментальная лазерная установка с регулируемой частотой повторения лазерных импульсов от 5 до 50 кГц содержала: источник лазерного излучения, оптическую систему транспортировки лазерного излучения к распыляемой мишени, вакуумную камеру и измерительно-диагностический модуль. В качестве источника излучения в установке использован лазер на неодимовом стекле (λ = 1,06 мкм). Для получения многоимпульсного режима генерации лазера с высокой частотой повторения импульсов внутри резонатора вблизи глухого зеркала установлен пассивный оптический затвор из радиационно облученного кристаллического фторида лития LiF с F_2^--центрами окраски. Частота повторения лазерных импульсов изменялась за счет варьирования уровня накачки лазера и оптической плотности затвора; длительность лазерных импульсов на полувысоте составляла ~ 85 нс. Вакуумная система установки обеспечивала проведение экспериментов при пониженном давлении до 2,7 Па. При многоимпульсном высокочастотном лазерном воздействии на поверхность распыляемой мишени реализовывался режим эффективного эрозионного плазмообразования [4]. Осаждение макроскопически однородных тонких пленок достигалось при плотности мощности лазерного излучения q = 85 МВт/см^2 и частоте повторения импульсов f ~ 10–15 кГц.

Распыляемые керамические мишени получали методом статического формования на прессе ZD-40 при давлении 500 МПа; спекание выполняли в камерной лабораторной электропечи ВТП 12/15 в воздушной среде при температуре 1150^{o}C в течение 2 ч.

Структура тонких пленок легированного оксида цинка, полученных на стеклянной и кремниевой подложках КДБ-12 (100), изучалась методами атомно-силовой микроскопии (АСМ) с помощью сканирующего зондового микроскопа Solver P47 PRO. Использовались бесконтактные кремниевые кантилеверы с коэффициентом жесткости 2,5-10 Н/м, резонансной частотой 115-190 кГц и радиусом закругления

кончика иглы менее 10 нм. Исследование топографии поверхности проводилось методом постоянной силы.

Измерения вольт-амперных характеристик проводилось с использованием лабораторного стенда на основе измерителя иммитанса Е7-20 при комнатной температуре без освещения и с освещением (светодиод с длиной волны 625 нм). Указанные характеристики регистрировались при изменении напряжения прямого и обратного смещения в диапазоне от – 10 до + 10 В. Пропускание оптического излучения тонкими пленками в ближнем инфракрасном (ИК) диапазоне спектра измерялось на спектрофотометре Carry 500 Scan. Спектры пропускания в средней инфракрасной области регистрировались с помощью ИК-Фурье-спектрометра NEXUS (Thermo Nicolet) в диапазоне 400-4000 $см^{-1}$. Спектры комбинационного рассеяния света (КРС) регистрировались на спектрометре NanoFlex (входная щель монохроматора 100 мкм и объектив с увеличением 100х) в спектральном интервале 50-900 $см^{-1}$. Время накопления сигнала при записи 1 спектра составляло 60 секунд. В качестве источника возбуждения комбинационного рассеяния света использовался аргоновый лазер с длиной волны излучения 488 нм и мощностью на образце 2 мВт. Спектры фотолюминесценции (СФЛ) регистрировались на автоматизированном спектрофлуориметре СМ 2203 (фирма SOLAR).

Полученные результаты и их обсуждение

Структура тонких пленок оксида цинка, легированных оксидом скандия, полученных на кремниевых подложках КДБ-12 (100), представлена на рис. 1.1, 1.2. Методом атомно-силовой микроскопии установлено, что при осаждении пленок на кремниевую подложку формируется нанокристаллическая структура пленок. Средний латеральный размер частиц пленок составляет 25-30 нм, при этом на поверхности наблюдаются крупные конгломераты диаметром 150 - 300 нм, но их количество незначительно (рис. 1.1). Средняя высота рельефа поверхности пленок не превышает 25 нм, а средняя арифметическая шероховатость – 4 нм.

Пропускание лазерно-осажденной пленки ZnO с добавкой оксида скандия Sc_2O_3 в ближней ИК–области спектра от 1 до 2,6 мкм достигает значения ~ 3,5%

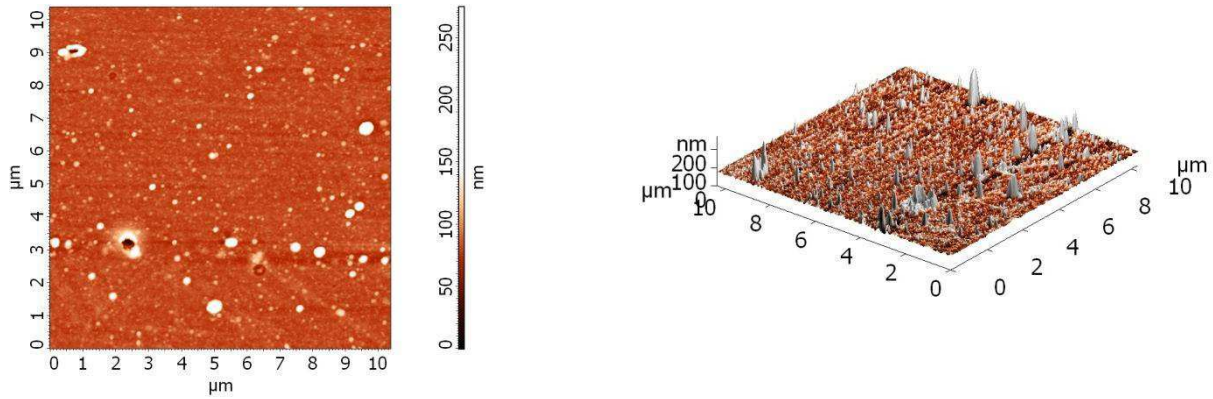


Рисунок 1.1 - Топография поверхности лазерно-осажденной тонкой пленки ZnO+0,9% Sc_2O_3 на кремниевой подложке.

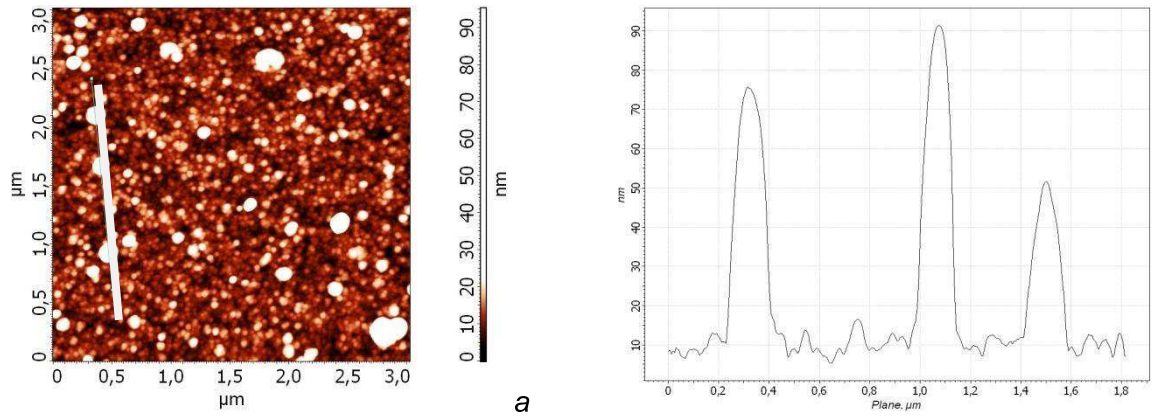


Рисунок 1.2 - Топография поверхности (а) и профиль сечения вдоль выделенной линии (б) лазерно-осажденной тонкой пленки ZnO+0,9% Sc_2O_3 на кремниевой подложке

(рис. 1.3), а в средней ИК–области спектра от 2,5 до 10 мкм составляет примерно ~ 6% (рис. 1.4). Спектр возбуждения люминесценции образца пленки ZnO+0,9%Sc_2O_3 на кремнии имеет две полосы с максимумами 260 нм и 360 нм. Как видно из рис. 1.5, спектры люминесценции, полученные при возбуждении разными длинами волн, соответствующими этим двум полосам возбуждения, практически не изменяются. Это доказывает тот факт, что за люминесцентные свойства пленки ZnO+0,9%Sc_2O_3 отвечает один центр испускания.

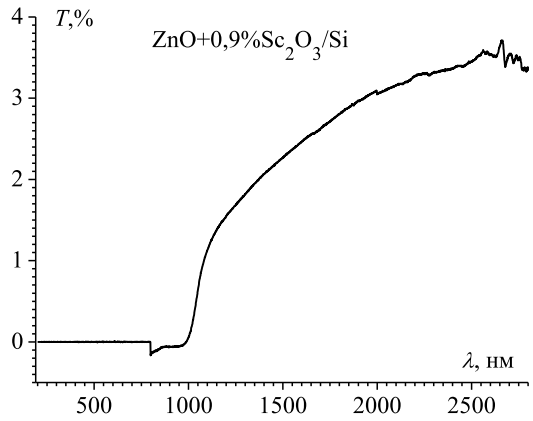


Рисунок 1.3 - Спектр пропускания лазерно-осажденной пленки ZnO+0,9% Sc_2O_3 на кремниевой подложке

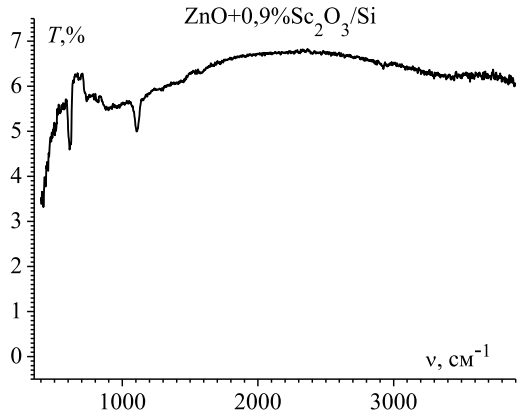


Рисунок 1.4 - Инфракрасный спектр пропускания лазерно-осажденной пленки ZnO+0,9% Sc_2O_3 на кремниевой подложке

Вольт-амперная характеристика структуры ZnO+0,9% Sc_2O_3 на кремниевой подложке представлена на рис.1.6. Темновая ВАХ имеет вид как и для p-n перехода. При освещении проводимость резко увеличивается. При напряжении +1,22 В наблюдается участок с отрицательной дифференциальной проводимостью, причем при повторных экспериментах данный эффект воспроизводился. На ВАХ измеренной при комнатной температуре, при положительном потенциале на электроде к пленке можно выделить три участка, каждый их которых описывается степенной зависимостью тока от напряжения: $I \sim U^m$. Первый омический участок наблюдается при напряжениях до 1,22 В. На втором участке с 1,22 В до 4 В m= 1,24 и при напряжении более 4 В m=1,26 (третий участок). На основе анализа ВАХ при положительных напряжениях можно предположить, что проводимость пленок на кремниевой подложке определяется током, ограниченным пространственным зарядом (ТОПЗ) в пленке окисла с глубокими ловушками.

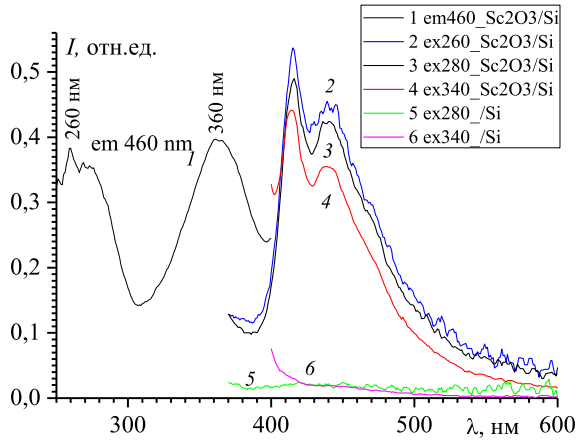


Рисунок 1.5 - Спектры люминесценции образцов пленки ZnO+0.9%Sc_2O_3 на кремнии (2-4) и подложек кремния (5,6) для разных длин волн возбуждения. 1 – спектр возбуждения люминесценции образца пленки ZnO+0,9%Sc_2O_3 на кремнии. Длина волны регистрации – 460 нм

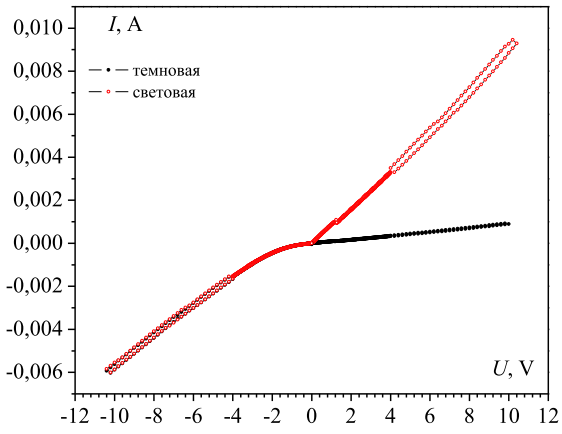


Рисунок 1.6 - Вольт-амперная характеристика структуры ZnO+0,9% Sc_2O_3 на кремниевой подложке

Резкое увеличение фотопроводимости может быть обусловлено этими глубокими состояниями, вызванными как собственными дефектами ZnO, так и строением пленки. При отрицательном напряжении ВАХ имеет экспоненциальную зависимость и фототок отсутствует.

Заключение

Методом импульсного высокочастотного лазерного осаждения из керамических мишеней в вакууме получены тонкие пленки ZnO с легирующими добавками Sc_2O_3 для сенсорных структур. Представлены результаты исследований микроструктуры распыляемых керамических мишеней стехиометрического состава, морфологии получаемых тонких пленок ZnO+0,9% Sc_2O_3, их вольт-амперных характеристик, а также спектров пропускания в видимой, ближней, средней ИК–областях и спектров люминесценции образцов пленки. На основании выполненных исследований дан анализ свойств полученных тонких пленок и механизмов транспорта носителей заряда.

ЛИТЕРАТУРА

1. Бугаева, М. Э. Газовые сенсоры на основе оксида цинка (Обзор) / М. Э. Бугаева, В. М. Коваль, В. И. Лазоренко, Г. В. Лашкарев, В. А. Карпина, В.Д.Храновский // Sensors Electronics and Microsystem Technologies. 3/2005. – p.34-42.

2. Колешко, В. М. Получение тонких пленок ZnO с микродобавками соедине-ний РЗЭ при распылении керамических мишеней / В. М. Колешко, А. В. Гулай, А. А. Шевченок, Т. А. Кузнецова, М. А. Андреев // Порошковая металлургия. Республиканский межведомственный сборник научных трудов. Вып. 34, 2011. – С. 106-111.

3. D.-S. Liu, C.-Y. Wu, C.-S. Sheu, F.-C. Txai, C.H. Li. Jpn. J. Appl. Phys., 45, 531(2006).

4. Минько, Л. Я. Об эффективном режиме эрозионного приповерхностного плазмообразования в воздухе при импульсно-периодическом лазерном воздействии / Л. Я. Минько, А. Н. Чумаков, Н. А. Босак // Квантовая электроника. – 1990. – Т. 17. – № 11. – С. 1480-1484.

ИЗМЕНЕНИЕ ЛОКАЛЬНОЙ АТОМНОЙ СТРУКТУРЫ АМОРФНЫХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ ЖЕЛЕЗА ПРИ БОЛЬШИХ ПЛАСТИЧЕСКИХ ДЕФОРМАЦИЯХ В КАМЕРЕ БРИДЖМЕНА

Сундеев Р.В.[1], Шалимова А.В.[2], Велигжанин А.А.[3], Глезер А.М.[2], Чернышева О.В.[4], Перов Н.С.[5], Алехина Ю.А.[5], Умнова Н.В.[6]

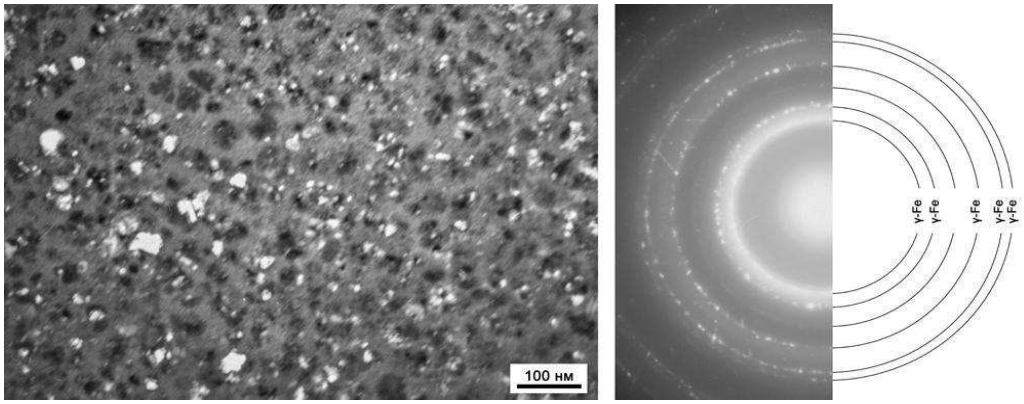
[1] РТУ МИРЭА, Москва, Россия
[2] ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П.Бардина», Москва, Россия
[3] НИЦ «Курчатовский институт», Москва, Россия
[4] НИЯУ МИФИ, Москва, Россия
[5] МГУ им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия
[6] ИМЕТ РАН им. А.А. Байкова, Москва, Россия
sundeev55@yandex.ru

Изучение магнитно-мягких аморфных сплавов на основе железа является одним из важных направлений в физике конденсированного состояния. Интерес к данным материалам вызван уникальным сочетанием их свойств, таких как: малые потери на перемагничивание, малая коэрцитивная сила, высокие значения намагниченности насыщения и магнитной проницаемости. Как правило, аморфные магнитно-мягкие сплавы (АММС) (на основе ферромагнитных компонентов) имеют лучшие магнитные характеристики, чем пермаллои и являются механически более прочными и стабильными при комнатных температурах. Ряд свойств АММС, например, малая магнитная анизотропия (на два порядка ниже таковой для кристаллических сплавов), высокое удельное электросопротивление, вследствие которого значительно снижаются потери на токи Фуко, высокая коррозионная стойкость напрямую связана с их неупорядоченным строением и не может быть достигнута в кристаллических сплавах. Однако, как и все аморфные сплавы, полученные закалкой из расплава (ЗР), АММС метастабильны, поэтому уникальные свойства этих материалов заметно изменяются при внешних воздействиях особенно резко в случае осуществлении структурно-фазовых превращения с переходом исходного материала в аморфно-кристаллическое состояние. С недавних пор внимание исследователей привлекает факт изменения магнитных свойств аморфных сплавов при внешних воздействиях, в результате, который структура сплавов, в основном, остается аморфной. Отмечается изменение магнитных параметров при нагреве, в области температур ниже температуры кристаллизации [1], при приложении давления [2] и в условиях термоциклировании 293-77К [3], хотя структура, зафиксированная с помощью рентгеновской дифракции и просвечивающей электронной микроскопии, остается аморфной во все перечисленных случаях.

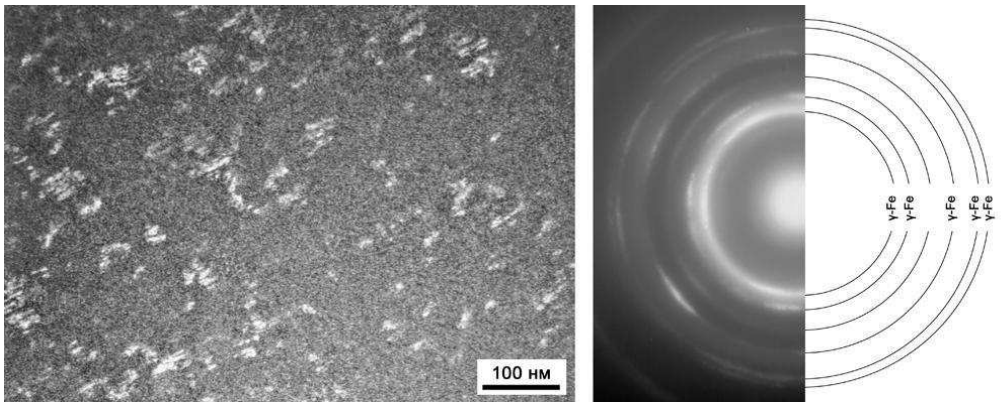
Для проверки имеющегося в литературе предположения о том, что причиной деформационной кристаллизации аморфных сплавов является локальный адиабатический разогрев в полосах сдвига был поставлен специальный эксперимент. Аморфные сплавы $Fe_{50}Ni_{33}B_{17}$, $Fe_{54}Ni_{29}B_{17}$, $Fe_{58}Ni_{25}B_{17}$, $Fe_{72}Cr_{10}B_{18}$, $Fe_{48}Co_{19}Cr_{15}B_{18}$, $Co_{68}Fe_5Cr_4Si_{11}B_{12}$, $Fe_{75}Si_8B_{17}$ и $Fe_{65}Cr_{15}Zr_2B_{16}C_2$ близкие по химической природе, но имеющие различные значения температуры кристаллизации ($T_{кр}$), деформировали методом кручения под высоким давлением (КВД) в одинаковых условиях (n = 1, P = 6ГПа, комнатная температура). Известно, что температура кристаллизации при нагреве аморфного состояния $T_{кр}$ является постоянной величиной, зависящей только от химического состава аморфного сплава и от скорости непрерывного нагрева. Предположим, что в процессе КВД при комнатной температуре, кристаллическая фаза в аморфной матрице возникает вследствие локального повышения температуры в полосе сдвига. Тогда чем выше значение $T_{кр}$ в конкретном аморфном сплаве, тем ниже

должно быть в нем значение объемной доли нанокристаллической фазы $V_{кр}$. Следовательно, если проанализировать аморфные сплавы, близкие по химической природе, но имеющие различные значения $T_{кр}$, после деформации в одинаковых условиях, то наличие или отсутствие четкой обратной корреляции между значениями $T_{кр}$ и $V_{кр}$ должно подтвердить или опровергнуть первую гипотезу, связанную с адиабатическим нагревом.

С помощью просвечивающей электронной микроскопии проводили сравнение структур на ранних стадиях кристаллизации аморфного сплава $Fe_{50}Ni_{33}B_{17}$ после отжига 400 ^{0}C – 30 мин. и после КВД при комнатной температуре. В первом случае наблюдается гомогенный характер выделения равноосных наночастиц γ-Fe (ГЦК) со средним размером 20 нм (рис. 1а). Во втором случае форма выделений существенно иная. Наблюдаются сильно вытянутые наночастицы в виде «строчек» длиной до 300-400 нм и толщиной около 20 нм (рис. 1б).



а)



б)

Рисунок 1 – Электронно-микроскопические изображения и соответствующие микроэлектронограммы структуры на ранних стадиях кристаллизации аморфного сплава $Fe_{50}Ni_{33}B_{17}$ после отжига 400 ^{0}C – 30 мин. (а) и после КВД (n = 1) при комнатной температуре (б)

Экспериментально обнаружено, что, чем ниже значение температуры кристаллизации аморфного сплава, тем большие значение объёмной доли ($\boldsymbol{V_{кр}}$) кристаллической фазы наблюдается после КВД при одинаковых условиях деформации (рис. 2).

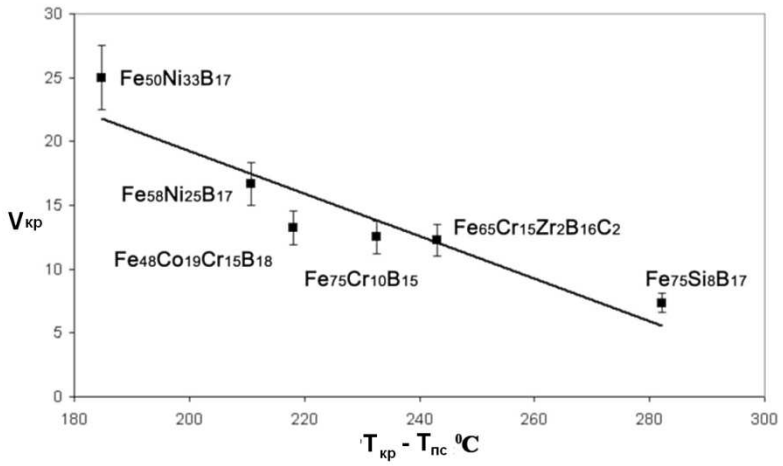


Рисунок 2 – Корреляция между значениями $V_{кр}$ и $T_{кр}$ для аморфных сплавов на основе железа с учетом различной диссипативной способности полос сдвига

В условиях КВД при криогенных температурах (77К) аморфных сплавов системы Fe-Ni-B и $Fe_{75}Si_8B_{17}$ при тех же самых величинах деформации заметного изменения структуры не выявлено ни рентгеновскими, ни электронно-микроскопическими методами исследования. Тем ни менее, фиксируется изменение величины теплового эффекта, возможно связанного с более тонкими структурными изменениями в сплавах, чем ранее наблюдаемые. В связи с этим проведено изучение атомной структуры сплавов методом EXAFS в синхротронном излучении. Анализ EXAFS-спектров показал, что в ходе КВД изменяется как химическое окружение выбранного атома Fe, так и среднее межатомное расстояние пар Fe-Fe, Fe-Si и Fe-Ni. В сплавах $Fe_{58}Ni_{25}B_{17}$ и $Fe_{75}Si_8B_{17}$ обнаружено изменение характера композиционного ближнего порядка для атомов Fe с одновременным уменьшением среднего межатомного расстояния для пар атомов Fe-Fe. В сплавах $Fe_{50}Ni_{33}B_{17}$ и $Fe_{54}Ni_{29}B_{17}$ изменения межатомных расстояний между различными парами атомов не зафиксировано. В этих сплавах обнаружено только изменение химического состава окружения атома Fe: часть атомов Fe замещается атомами Ni. Подобное изменение локальной атомной структуры и в том, и в другом случае приводит к уменьшению намагниченности насыщения в исследуемых аморфных сплавах на основе Fe после КВД при 77К. Резкое увеличение коэрцитивной силы после КВД при 77К объясняется отсутствием каналов релаксации упругих напряжений вследствие подавления термоактивационных процессов. Показано, что КВД при 77К, приводит к образованию более устойчивого к кристаллизации аморфного состояния, чем после ЗР.

Работа выполнена при финансовой поддержке РНФ (грант 18-72-00026).

Список литературы

1. C.C. Cao, Y.G. Wang, L. Zhu, Y. Meng, Y.D. Dai, J.K. Chen Evolution of structural and magnetic properties of the FeCuBP amorphous alloy during annealing // Journal of Alloys and Compounds. 2017. V. 722. P. 394-399.

2. X.X. Li, J. Wang, J.Y. Qin, B.S. Dong The relationship between atomic structure and magnetic property of amorphous $Fe_{78}Si_9B_{13}$ alloy at different pressures // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 2017. V. 443. P. 216-221.

3. Y. Meng, Y.G. Wang, L. Zhu, C.C. Cao, Y.D. Dai Effect of thermal cycling treatment on local structure, thermal stability and magnetic properties of $Fe_{80}Si_{8.75}B_{10}Cu_{1.25}$ metallic glass // Journal of Non-Crystalline Solids. 2017. V. 471. P. 406-409.

МЕГАПЛАСТИЧЕСКАЯ ДЕФОРМАЦИЯ МАССИВНЫХ АМОРФНЫХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ ЦИРКОНИЯ

Сундеев Р.В.[1,2], Шалимова А.В.[2], Хрипливец И.А.[3], Глезер А.М.[2], Усеинов С.С.[4]
[1] РТУ МИРЭА, Москва, Россия
[2] ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П.Бардина», Москва, Россия
[3] НИТУ «МИСиС», Москва, Россия
[4] ТИСНУМ, Троицк, Россия
sundeev55@yandex.ru

Известно, что мегапластическая деформация (МПД) приводит к кардинальному изменению структурно-фазового состояния материалов. В многокомпонентных аморфных сплавах, полученных закалкой из расплава, в результате таких деформаций наблюдали фазовые превращения образование пересыщенных твердых растворов из элементов, нерастворимых в обычных условиях, формирование метастабильных фаз. Однако закономерности структурных превращений в материалах под действием МПД пока полностью не выяснены. Например, неясно как связана эволюция аморфной структуры в ходе МПД с устойчивостью аморфной фазы относительно кристаллизации при закалке, то есть в зависимости от разности температур кристаллизации и стеклования аморфного сплава. Возникает вопрос, как будет вести себя в условиях МПД сплавы с высокой склонностью к аморфизации при закалке.

В работе изучалось деформационное поведение легко аморфизирующехся массивных аморфных сплавов на основе Zr. Аморфные сплавы $Zr_{50}Ni_{18}Ti_{17}Cu_{15}$ и $Zr_{60}Ti_2Nb_2Cu_{18,5}Ni_{7,5}Al_{10}$ получали закалкой из расплава в атмосфере аргона. Мегапластическую деформацию (МПД) проводили в камере Бриджмена при гидростатическом давлении 6 ГПа в условиях комнатной температуры по 3 образца на каждую точку. Полное число оборотов подвижной наковальни при деформации составляло n = ¼, ½, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9. В отдельных экспериментах гидростатическое сжатие проводили без кручения. Скорость вращения подвижной наковальни составила 1 оборот/мин. Исследование структурных и фазовых превращений проводили методами рентгеноструктурного анализа (РСА) и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). В работе использовался микроскоп JEM-200CX и FEI Tecnai G2 20F S TWIN при ускоряющим напряжении 160 кВ. Механические свойства сплава $Zr_{50}Ni_{18}Ti_{17}Cu_{15}$ фиксировали измерением микротвердости на автоматическом микротвердомере DM-8 при нагрузке 0,2 Н. Среднюю величину микротвердости вычисляли по результатам 20 измерений. Измерялась также нанотвердость на сканирующем нанотвердомере «НаноСкан-3D». Величину электросопротивления определяли 4-х зондовым методом, на стенде для измерения электрофизических свойств.

Электронно-микроскопические изображения исходного состояния и состояния после гидростатического сжатия показывают наличие характерного для аморфного состояния абсорбционного контраста типа «соль-перец». На соответствующих микродифракционных картинах наблюдается ряд диффузных колец с убывающей интенсивностью по мере роста вектора дифракции. После МПД сплава $Zr_{50}Ni_{18}Ti_{17}Cu_{15}$, соответствующей n=1/4, образец также находился в аморфном состоянии. Однако, после деформации n=1/2 на электронно-микроскопическом изображении наблюдается значительное количество хаотически расположенных нанокристаллов (рис. 1). Средний размер кристаллов колеблется около 17 нм. В этом случае, структурное состояние представляет собой смесь аморфной и нанокристаллической фаз, что особенно хорошо видно на снимке, полученном в режиме прямого разрешения атомной структуры (рис. 2). Соответствующая микродифракционная картина представляет собой диффузные кольца с наложенной четкой точечной дифракцией. Электронно-микроскопические картины всех остальных состояний (вплоть до n = 9) характеризуются наличием характерного для аморфного состояния абсорбционного контраста типа «соль-перец» и кольцевой дифракцией, присущей аморфному состоянию.

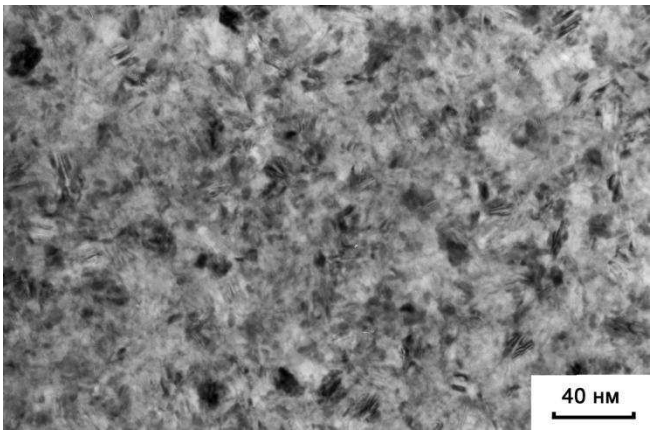


Рисунок 1 – Электронно-микроскопические изображение структуры сплава $Zr_{50}Ni_{18}Ti_{17}Cu_{15}$ (светлое поле) после МПД n=1/2

Зависимость величины микротвердости образцов сплава $Zr_{50}Ni_{18}Ti_{17}Cu_{15}$ от числа оборотов проявляет немонотонный характер (рис. 3). Кривые имеют максимум после n = 0.5. Кроме того, наблюдается значительный скачок микротвердости при приложении в камере Бриджмена только сжатия (без кручения). Значения микротвердости для остальных точек колеблются в пределах ошибки около значения 6300 МПа. Максимальные величины микротвердости согласуются с фактом заметной кристаллизации при деформации n = 1/2, наблюдаемой при электронно-микроскопическом исследовании. Удельное электросопротивление при этом резко падает относительно значений в исходном аморфном состоянии Точные значения нанотвердости не приводятся в связи с тем, что образцы имели очень сильную шероховатость поверхности. Однако, было установлена, что тенденция в изменении нанотвердости при МПД совпадает с характером изменения микротвердости.

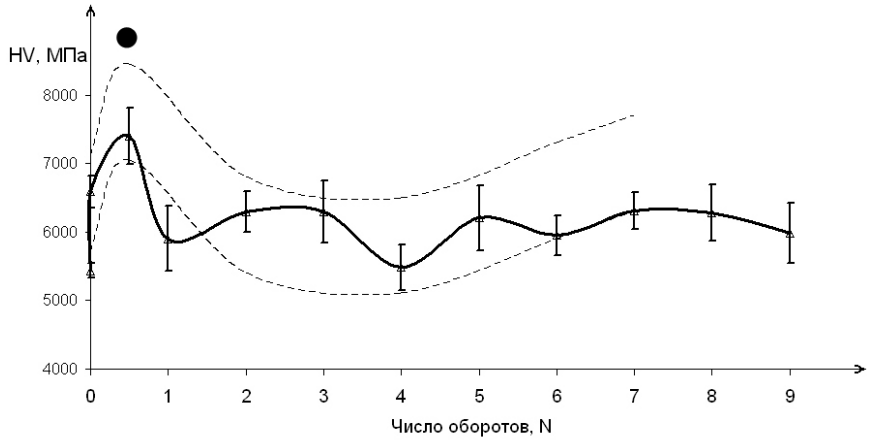


Рисунок 2 – Зависимость микротвердости сплава $Zr_{50}Ni_{18}Ti_{17}Cu_{15}$ от числа оборотов подвижной наковальни Бриджмена (● – при n=1/2 доля кристаллической фазы не превышает 10 об.%). Область, ограниченная двумя штриховыми линиями, показывает тенденцию изменения нанотвердости в зависимости от числа оборотов

Идентификациия фаз, выделяющихся в ходе МПД сплава $Zr_{50}Ni_{18}Ti_{17}Cu_{15}$ в камере Бриджмена, невозможна по рентгеновским данным в связи с отсутствием линий на дифрактограммах (объемная доля нанокристаллов не превышает, по-видимому, 0,1). Поэтому анализировали микродифракционную картину, соответствующую структурному состоянию после деформации n = 1/2 (рис. 3).

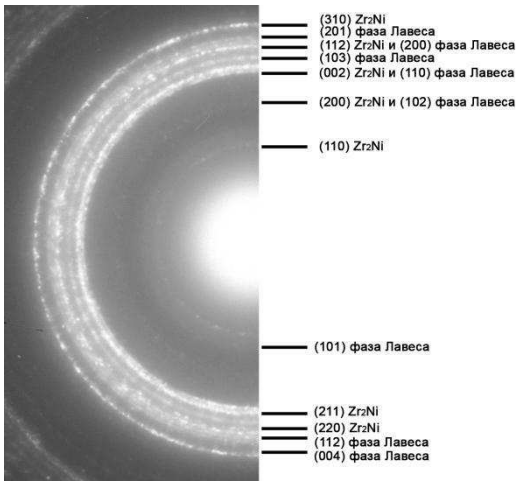


Рисунок 3 – Изображение микродифракции с расшифровкой дифракционных линий после МПД n=1/2

С помощью стандартных процедур индицирования, установлено, что экспериментальный набор линий соответствуют двум фазам, одна из которых, достаточно уверенно определяется как тетрагональная Zr_2Ni (структурный тип $CuAl_2$), а другая, может быть определена как гексагональная фаза Лавеса ZrTi(Ni,Cu) (структурный тип $MgZn_2$). Для фазы Zr_2Ni экспериментальные и эталонные значения межплоскостных расстояний практически идентичны. С помощью стандартных формул для этой фазы были рассчитаны значения *a*=0,6475 нм и *c*=0,5170 нм. Оценки средних величин *a* и *c* и степени тетрагональности для экспериментальных и эталонных значений (эталонные значения *a=0,*6483 нм и *c=0,*5267 нм) выявляет заметное уменьшение средней величины экспериментального параметра *c* и увеличение степени тетрагональности. Можно предполагать, что наблюдаемая фаза еще не является равновесной – параметр *c* искажен и, по-видимому, часть атомов циркония замещена меньшими по размеру атомами никеля.

Полученные результаты позволяют предположить, что уже при приложении квазигидростатического сжатия без сдвига в камере Бриджмена, в сплаве $Zr_{50}Ni_{18}Ti_{17}Cu_{15}$ возникают условия образования зародышей нанокристаллических фаз (нанокластеров). Как известно, деформация в камере Бриджмена структурно проявляется в виде формирования сильно локализованных полос сдвига, в которых отмечается высокий уровень напряжений, локальное повышение температуры, а также высокая концентрация свободного объема. По-видимому, нанокластеры, попавшие в зону действия полос сдвига, растут и превращаются в нанокристаллы как вследствие повышения в них температуры, так и вследствие увеличения свободного объема в областях деформации и увеличения динамической подвижности атомов.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта № К2А-2018-055 и № К2-2017-089. Программа повышения конкурентоспособности НИТУ «МИСиС» среди ведущих мировых научно-образовательных центров на 2013-2020 годы (4-й этап – 2018-2020 годы).

СВОЙСТВА СПЛАВА $Ti_{50}PD_{40}NI_{10}$, АТ.% С ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫМ ЭФФЕКТОМ ПАМЯТИ ФОРМЫ

Попов Н.Н., Пресняков Д.В., Ларькин В.Ф.
Федеральное государственное унитарное предприятие «Российский Федеральный Ядерный Центр – Всероссийский научно-исследовательский институт экспериментальной физики» (ФГУП «РФЯЦ-ВНИИЭФ»), г. Саров, Нижегородская обл., Россия, E-mail: NNPopov@vniief.ru

В настоящее время в Российской Федерации создаются новые реакторные установки на быстрых нейтронах. Учитывая сложность и опасность реакторных установок, последние должны оснащаться дополнительными устройствами безопасности, в том числе основанными на применении сплавов с высокотемпературным эффектом памяти формы (ЭПФ). Одно из таких устройств, предложенное нами, описано в [1]. Отработка конструкции устройства с применением сплава с памятью формы системы Ti-Ni-Nb-Zr при температурах до 100 °С показала его хорошую работоспособность. Для проверки срабатывания устройства при высоких температурах нами выбран высокотемпературный сплав с памятью формы (ВСПФ) $Ti_{50}Pd_{40}Ni_{10}$, ат.%.

На созданной во ФГУП «РФЯЦ-ВНИИЭФ» экспериментально-методической базе проведены комплексные исследования свойств сплава. Получены сведения об элементном и фазовом составах, о температурах фазовых превращений, механических и термомеханических характеристиках (ТМХ). Исследования проводили на образцах, изготовленных из полосы толщиной 2,04 мм и прутка диаметром 5,85 мм. Подробно методики исследований описаны в [2, 3].

Термическую обработку (ТО) образцов ВСПФ $Ti_{50}Pd_{40}Ni_{10}$, ат.% проводили по различным режимам (в течение 1 ч, охлаждение с печью):

– отжиг в вакууме при 450 ºС (ТО № 1) – полоса;
– отжиг в вакууме при 600 ºС (ТО № 2) – полоса, пруток;
– отжиг в вакууме при 850 ºС (ТО № 3) – полоса, пруток;
– отжиг при 400 ºС (ТО № 4) – пруток;
– отжиг при 600 ºС (550 ºС) (ТО № 5) – пруток;
– отжиг при 850 ºС (ТО № 6) – пруток.

Методом электронно-зондового микрорентгеноспектрального анализа установлено, что значения концентраций (масс.%) для всех элементов в образцах полосы и прутка сплава в исходном состоянии находятся в допустимых пределах заказанных концентраций элементов: 33,1Ti-58,8Pd-8,1Ni, масс. доля по шихте, % или $Ti_{50}Pd_{40}Ni_{10}$, ат.%. Для образцов прутка после ТО по сравнению с исходным состоянием средние значения концентраций Ti статистически значимо увеличились от 0,3 масс.% до 1 масс.%; средние значения концентраций Pd статистически значимо уменьшились от 0,3 масс.% до 1,1 масс.%; после ТО № 3, № 5 средние значения концентраций Ni статистически значимо уменьшились на 0,2 масс.% и 0,1 масс.%, соответственно. Дефекты в виде пор и трещин в микроструктуре сплава не обнаружены.

Рентгеноструктурным методом установлено, что при T = 20 ºС сплав полосы и прутка в исходном состоянии и после ТО состоит из твердого раствора легирующего элемента Ni в TiPd в состоянии B19 с орторомбической решеткой (основная фаза). Рассчитанные значения параметров a, b, c кристаллических решеток сплавов в различных состояниях отличаются от своих стандартных значений на величину более 0,01 Å, что вызвано образованием твердого раствора на основе TiPd, а также наличием искажений и дефектов упаковки кристаллической решетки. Исследования кинетики мартенситных превращений показали, что в сплаве в исходном состоянии и после ТО № 3 в процессе нагрева и последующего охлаждения фаза TiPd (B19) претерпевает полное превращение по одностадийной схеме B19↔B2.

Методом дифференциально-термического анализа (ДТА) для полосы и прутка сплава в исходном состоянии и после ТО определены температуры обратного (A_s, A_f) и прямого (M_s, M_f) мартенситного превращения (см. табл.), в исходном состоянии –

температуры плавления и рекристаллизации $T_{кр}$, которые необходимы для определения условий наведения деформации при определении ТМХ сплава. Выявлено в основном небольшое различие между собой соответствующих средних значений температур фазовых превращений, которые происходят в достаточно узких интервалах температур $|A_s\text{-}A_f|$, $|M_s\text{-}M_f|$ и с небольшим гистерезисом $(A_s\text{-}M_f)$. Температуры плавления полосы и прутка в исходном состоянии $T_{пл}$ = 1117,0 °С одинаковы и различаются только в пределах погрешности измерения; температуры рекристаллизации $T_{кр}$ отличаются на 60 °С и составляют 1366,0 °С и 1306,5 °С, соответственно.

Таблица - Результаты определения методом ДТА температур фазовых превращений в полосе и прутке сплава $Ti_{50}Pd_{40}Ni_{10}$, ат.% в исходном состоянии и после ТО

A_s, °С	A_f, °С	M_s, °С	M_f, °С	$\lvert A_s\text{-}A_f\rvert$, °С	$\lvert M_s\text{-}M_f\rvert$, °С	$(A_s\text{-}M_f)$, °С
Полоса						
408,5÷410,0	437,0÷444,0	382,5÷397,5	371,0÷376,5	28,0÷34,5	11,0÷21,0	32,5÷38,5
Пруток						
397,5÷409,5	428,0÷439,0	374,5÷395,0	360,0÷365,5	28,5÷36,0	14,5÷31,0	32,5÷45,5

По результатам металлографических исследований установлено, что микроструктура образцов полосы и прутка сплава в исходном состоянии и после ТО состоит из зерен фазы на основе TiPd, имеющих мартенситную структуру (во всех случаях), а также дисперсных включений (кроме полосы после ТО № 1 и № 3). Среднее значение среднего условного размера зерна составляет:

– в полосе сплава в исходном состоянии и после ТО № 2 33-36 мкм, разнозернистости практически не наблюдается;

– в прутке сплава в исходном состоянии по краю и в середине образца 29,9±3,0 мкм и 63,9±7,1 мкм ($K_{вар}$ = 21 % и 14 %), соответственно, и статистически значимо различаются в 2 раза; после ТО № 4, № 5 в середине образцов 49,7±2,2 мкм и 46,3±3,3 мкм, соответственно; после ТО № 3 в середине образца 54,1±4,2 мкм.

Средние значения микротвердости по Виккерсу составляют:

– для полосы сплава 243±6 кгс/мм^2 (исходное состояние), 243±5 кгс/мм^2 (ТО № 1), 232±4 кгс/мм^2 (ТО № 2), 225±3 кгс/мм^2 (ТО № 3);

– для прутка сплава 256±4 кгс/мм^2 (исходное состояние); 310±7 кгс/мм^2 (ТО № 4); 295±6 кгс/мм^2 (ТО № 5); 271±5 кгс/мм^2 (ТО № 2); 251±4 кгс/мм^2 (ТО № 3),

при этом разброс значений ($K_{вар}$ = (3-6) %) и ошибка среднего значения Δ небольшие.

По результатам механических испытаний на растяжение определены основные механические характеристики полосы и прутка исследуемого сплава в исходном состоянии и после термообработки: фазовый предел текучести $\sigma_ф$, предел текучести, обусловленный дислокационным пластическим течением $\sigma_т$, предел прочности $\sigma_в$, максимальная деформация образца ε_o^{max}, относительное удлинение δ.

При температурах испытания T = (380÷370) ºС и скорости $\dot{\varepsilon} \approx 3{,}1\cdot10^{-3}$ с$^{-1}$ для образцов М2×13 мм полосы после ТО № 1, № 2, № 3 в сравнении с исходным состоянием и между собой не выявлено статистически значимого различия для характеристик $\sigma_в$, ε_o^{max}, δ; средние значения (для объединенных выборок): $\sigma_в$ = 860 МПа, ε_o^{max} = 16,5 %, δ = 9 %.

При температуре испытания T = 23 °С и скорости $\dot{\varepsilon} \approx 1{,}2\cdot10^{-3}$ с$^{-1}$ для образцов М4×26 мм прутка максимальные значения $\sigma_в$ = 1010 МПа и δ = 5 % получены в исходном состоянии; ТО № 4 уменьшает $\sigma_в$ на 180 МПа и δ в 1,7 раза, ТО № 6 – $\sigma_в$ на 220 МПа и δ в 2,5 раза по сравнению с исходным состоянием. При температуре испытания T = (170÷175) °С максимальные значения $\sigma_в$ = 920 МПа и δ = 6 % получены в исходном состоянии; ТО № 4 уменьшает $\sigma_в$ на 90 МПа и δ в 1,5 раза, ТО № 6 – $\sigma_в$ на 210 МПа и δ в 1,2 раза по сравнению с исходным состоянием. При температуре испытания T = 325 °С при увеличении температуры отжига от 400 °С до 850 °С $\sigma_в$ уменьшается на 50 МПа, а δ увеличивается в 1,3 раза.

Определены термомеханические характеристики полосы и прутка исследуемого сплава в исходном состоянии и после термообработки при различных температурах при нагреве до различных температур (проявлении ЭПФ) после предварительно наведенной деформации растяжением при различных температурах $T_Д$ и общей наводимой деформации ε_o с различными скоростями наведения деформации $\dot{\varepsilon}$ (в зависимости от размера образца): характеристические температуры начала и окончания формовосстановления $A^н_{s\ ЭПФ}$, $A^к_{f\ ЭПФ}$, $A_{s\ ЭПФ}$, $A_{f\ ЭПФ}$; температурные интервалы
$|A^н_{s\ ЭПФ}-A^к_{f\ ЭПФ}|$, $|A_{s\ ЭПФ}-A_{f\ ЭПФ}|$; величина термически обратимой деформации $\varepsilon_{ЭПФ}$ и степень восстановления формы $\eta_{ЭПФ}$ при проявлении ЭПФ.

Для образцов М2×13 мм полосы сплава при $T_Д$ = (380÷370) ºС, ε_o = 11 % и $\dot{\varepsilon} \approx 3{,}1\cdot10^{-3}$ с$^{-1}$ наилучшие средние значения характеристик памяти формы $\varepsilon_{ЭПФ}$ = 4,3 % и $\eta_{ЭПФ}$ = 0,57 получены после ТО № 2; при этом средние значения температур $A_{s\ ЭПФ}$ = 418 ºС, $A_{f\ ЭПФ}$ = 435 ºС, основное превращение происходит в узком интервале температур $|A_{s\ ЭПФ}–A_{f\ ЭПФ}|$ = 18 ºС. Для образцов М4×26 мм прутка сплава при $T_Д$ = (170 ÷ 175) ºС, ε_o = 9 % и $\dot{\varepsilon} \approx 1{,}2\cdot10^{-3}$ с$^{-1}$ максимальные значения $\varepsilon_{ЭПФ}$ = 2,4 %, $\eta_{ЭПФ}$ = 0,43 получены после ТО № 6 (что почти в два раза превышает эти характеристики в исходном состоянии и после ТО № 4); при этом $A_{s\ ЭПФ}$ = 414 ºС, $A_{f\ ЭПФ}$ = 422 ºС, $|A_{s\ ЭПФ}-A_{f\ ЭПФ}|$ = 8 ºС.

Результаты проведенных исследований механических и термомеханических характеристик ВСПФ $Ti_{50}Pd_{40}Ni_{10}$, ат.% на образцах, вырезанных из прутка, показали, что в исходном состоянии и после различной термообработки они обладают недостаточными пластическими свойствами и характеристиками памяти формы для использования в качестве материала рабочего элемента устройства безопасности электрической системы, для которого желательны значения относительного удлинения δ не менее 10 % и значения термически восстановленной деформации $\varepsilon_{ЭПФ}$ не менее 3,0 %. Вместе с тем, результаты, полученные на образцах, изготовленных из полосы, имеют приемлемые значения и будут использованы нами для создания устройств безопасности применительно к объектам атомной энергетики.

Список литературы

1. Попов Н.Н., Ларькин В.Ф. Устройство пассивной защиты ядерного реактора на быстрых нейтронах. Патент РФ № 2541515 МПК G21C 9/00. Опубл. 20.02.2015, Бюлл. № 5.

2. Попов Н.Н., Ларькин, В.Ф. Пресняков Д.В., Гришин Е.Н., Сысоева Т.И., Морозова Т.А., Потемкин Г.А, Костылева А.А. Исследование свойств сплава 50Ti-40Pd-10Ni с высокотемпературным эффектом памяти формы // ФММ. 2018. Т. 119. № 3. С. 303-316.

3. Попов Н.Н, Пресняков Д.В., Морозова Т.А., Гришин Е.Н. Исследование структуры и свойств высокотемпературных сплавов с памятью формы систем Ti-Pd-Ni и Ni-Ti-Hf // Материаловедение. 2018. №11. С.10-21.

ПРОСТРАНСТВЕННАЯ ОРИЕНТАЦИЯ КРИСТАЛЛОВ В НАПЫЛЕННОМ СЛОЕ ТИТАНА

Хапов А.С., Поротников Л.К., Чеканов С.В., Военнов А.В.
Всероссийский – научно – исследовательский институт автоматики им. Н.Л. Духова, г.Москва, Россия, vniia4@vniia.ru

Аннотация

В работе проведена оценка влияния нанообьектового состояния поликристаллического агрегата титана на его сорбционные свойства. Проведен анализ использования новых сплавов в качестве материала сорбента водорода. Рассмотрена новая линейка перспективных многокомпонентных сплавов на базе титана. В качестве сорбента водородосодержащего материала использовали различные комбинации легирующих элементов Al, V, Nb, Zr с основой сплава – титаном.

1. Введение

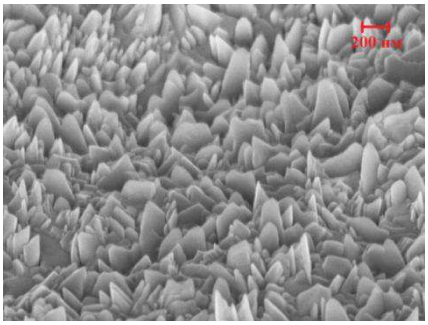
Архитектурный дизайн материалов представляет собой возможность формирования заданного структурного состояния материала [1]. В настоящее время к материалам выдвигаются все более серьезные требования по их свойствам и характеристикам.

Для получения гидридообразующих покрытий с заданными свойствами, в работе использованы методы напыления с различными физическими принципами, такие как метод электроннолучевого, магнетронного и ионного напыления. Изучены различные режимы и выбраны оптимальные варианты для поставленной цели.

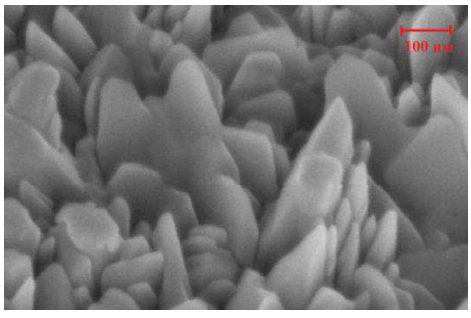
2. Эксперимент

На поверхность полированных и не полированных дисков из поли- и монокристаллического молибдена напыляли слой титана марки ВТ1–0. Одним из основных преимуществ данного метода является высокая чистота процесса напыления, без переноса примесей на наносимую пленку. В данном методе эффективно реализуется автотигельное испарение материала, поэтому он обеспечивает высокую чистоту и однородность осаждения [2].

Общий вид поверхности образца с увеличенной толщиной слоя сорбента. Граница переходной зоны имеет заметный рельеф, напоминающий ступеньку. Увеличение толщины напыленного слоя позволило более подробно изучить структуру Ti. Благодаря такой толщине, на образце замечено сильное развитие поверхности, выражающееся в образовании кристаллитов, изображенных на рисунке 1. Кристаллиты имеют "чешуйчатую" форму, то есть небольшую толщину с гораздо большими размерами в двух других измерениях.



а) x75000



б) x270000

Рисунок 1 - Топологические особенности поверхности образца с напыленным слоем при разных увеличениях

Путем операции ионного травления структура титана была исследована более подробно, чем это позволяют стандартные образцы с тонким слоем сорбента. На рисунке 2 наблюдаются строго упорядоченные кристаллы (субзерна) титана, растущие от подложки.

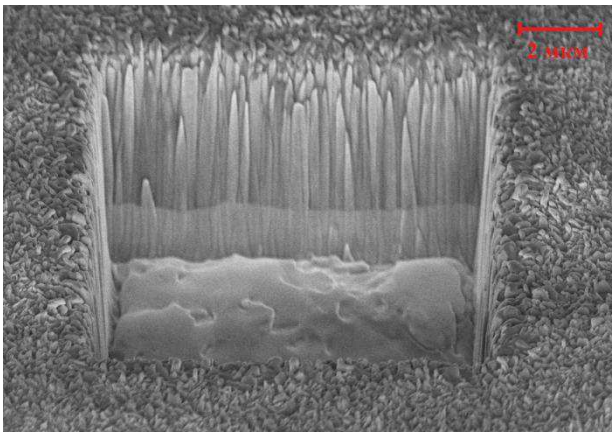
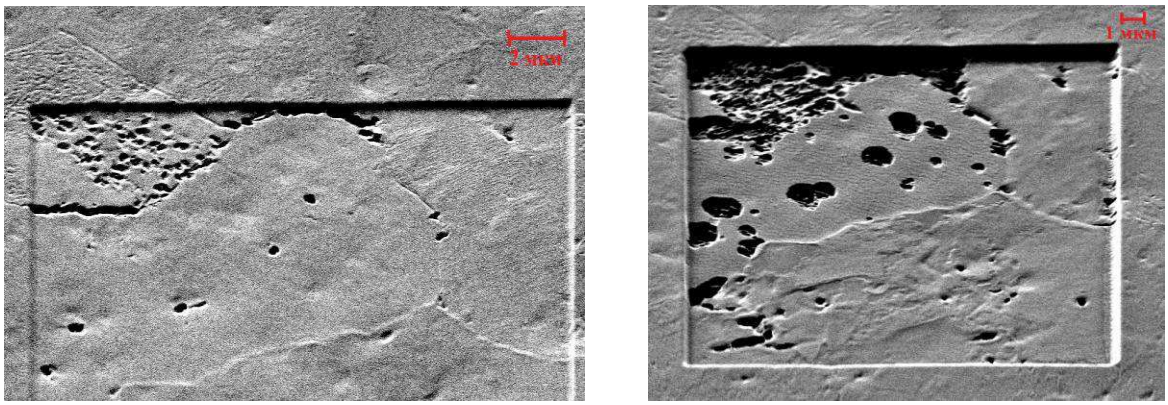


Рисунок 2 - Расположение кристаллов (субзерен) титана в пленке

Данный эксперимент позволил описать структуру напыленного слоя титана, а также варьируя режимы напыления и дальнейшей термической обработки установить связь с сорбционными характеристиками

С целью дополнительного подтверждения наследования структуры проведено локальное послойное стравливание участка покрытия. На рисунке 3 (а) продемонстрирована идентичность поверхностной и внутренней структуры покрытия.



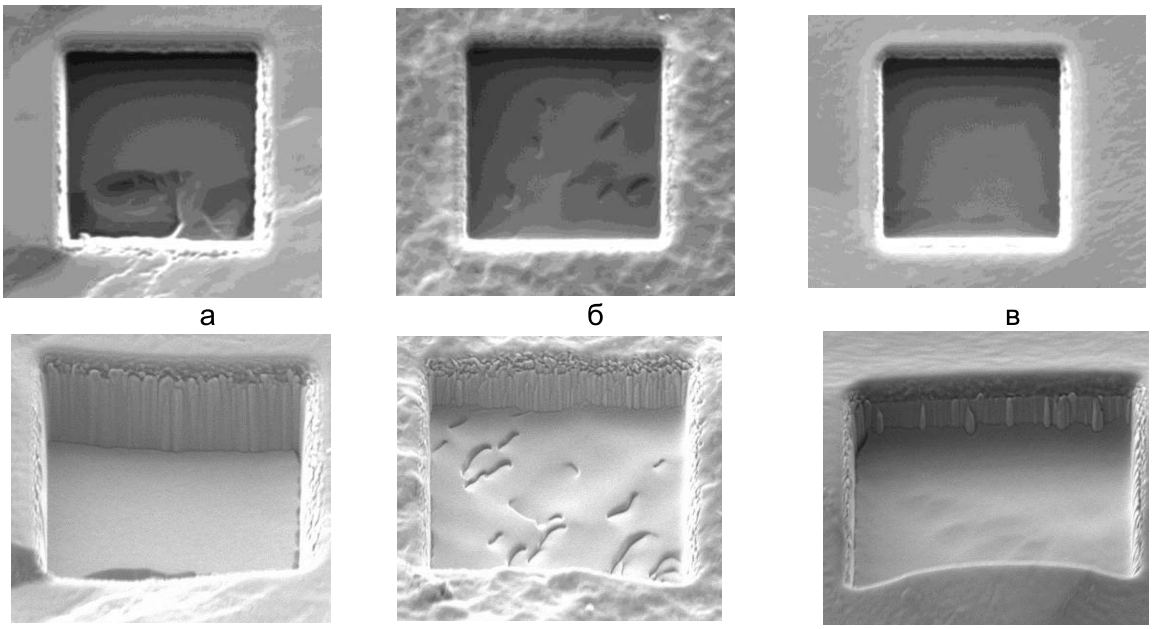
а б

а – поверхностная структура пленки; б – внутренняя структура покрытия

Рисунок 3 - Локальное ионное травление образца

Из изображения следует, что при одинаковых режимах ионного травления, кристаллиты (субзерна) материала травятся по-разному. Данный эффект может быть связан с отличающимися значениями коэффициентов распыления разноориентированных зерен. В некоторых участках процесс травления достиг подложки и зерен молибдена, а на каких-то участках еще присутствует напыленный слой титана. Дальнейшее травление позволяет визуализировать структуру подложки как показано на рисунке 3 (б), которая идентична структуре покрытия, демонстрируемой ранее.

В работе проведен качественный эксперимент по локальному распылению материала у вышеописанных образцов трёх ориентаций в фиксированных условиях травления и при одинаковых параметрах наблюдения в микроскопе с целью подтверждения гипотезы о разной скорости и величине распыления каждой из ориентаций. На рисунке 4 представлены результаты травления (глубина h полученной ямки) методом ионного облучения.



а б в

а – {110} h = 3,650 мкм; б – {100} h = 2,186 мкм; в – {111} h = 2,047 мкм

Рисунок 4 – Исследование эффекта распыления и способности выхода обратных электронов у поверхностей трёх выбранных ориентаций

На представленных данных видно, что у образца {110} наиболее темная область поверхности, что означает меньший выход вторичных электронов, также на рисунке 4 (а) и (б) можно наблюдать различные характерные рельефы травленных поверхностей. Причиной могут быть выходы дислокаций на поверхность, которые при травлении образуют своеобразные ямки. Причем как видно на рисунке, дислокаций больше всего в образце {100}, в то время как в {111} они почти не наблюдаются. Различие в общем виде ямок образцов {110} и {100} может быть связано с геометрическим расположением дислокаций (параллельно или перпендикулярно поверхности).

3. Выводы

В ходе выполнения работы установлено: кристаллографические плоскости имеют разные коэффициенты ионного распыления вследствие различной плотности их упаковки (~50%); плоскость {100} для данного технологического процесса является основной плоскостью выхода дислокаций; связь кристаллографической ориентации с интенсивностью выхода вторичных электронов. Установлено, что зернограничная диффузия контролирует кинетику многих микроструктурных изменений, фазовых превращений.

Литература

1. Физическое материаловедение: Учебник для вузов. В 7 т. / Под общей ред. Б.А. Калина / 2 –е изд. перераб.– М.: НИЯУ МИФИ, 2012. Том 5. Материалы с заданными свойствами. / М.И. Алымов, Г.Н. Елманов, Б.А. Калин, А.Н. Калашников, А.А. Полянский, А.В. Шульга. – М.: НИЯУ МИФИ, 2012. – 672 с.

2. Глезер А.М., Фирстов С.А., Шурыгина П. А., Столяров В.Л. Теоретическая прочность и зернограничный дизайн нанокристаллов / Доклад на 60 Международной научной конференции «Актуальные проблемы прочности», г. Витебск, 2018 г. – Витебск.: ВГТУ. – 596 с.

ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРНЫХ ПАРАМЕТРОВ ПОДЛОЖКИ НА СВОЙСТВА НАПЫЛЯЕМОЙ ПЛЕНКИ

Хапов А.С., Поротников Л.К., Чеканов С.В., Военнов А.В., Лосенко Д.С.
Всероссийский научно – исследовательский институт автоматики им. Н.Л. Духова, г.Москва, Россия, vniia4@vniia.ru

Аннотация

В настоящее время к материалам выдвигаются все более серьезные требования по их свойствам и характеристикам. Для осуществления на практике необходимых качеств материалов используются разнообразные методы получения и контролирования структуры материалов.

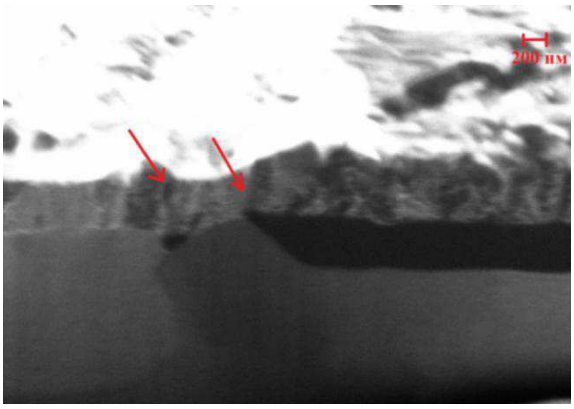
1. Введение

Для осуществления на практике необходимых качеств материалов используются разнообразные методы получения и контролирования структуры материалов [1]. Одним из способов получения заданной структуры покрытия материала является метод электронно–лучевого напыления. Метод заключается в следующем: при различных высоких температурах капля напыляемого металла под действием тепла электронного пучка испаряется и осаждается на материал – подложку, таким образом, реализуется механизм перевода кинетической энергии пучка в тепловую [2]. Перемещение нагретой зоны в результате отклонения потока электронов, возможность регулирования и контроля мощности нагрева, а также скорости осаждения создают предпосылки для автоматического управления процессом. Метод позволяет получить высокую чистоту, плотность покрытия и однородность осаждаемой пленки.

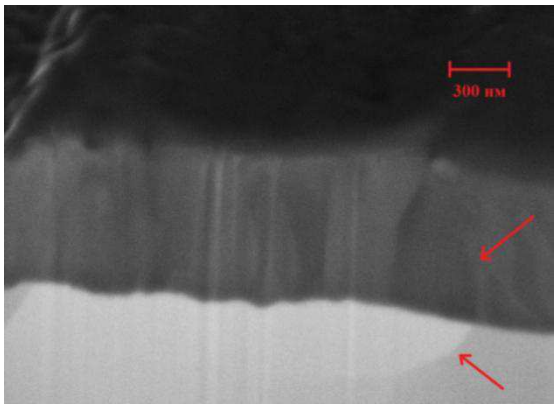
2. Эксперимент

Эксперимент проводили на поли– и монокристаллических подложках Mo (марок МЧ и МЧВП соответственно). Электронно–лучевым методом на поверхность дисков напылялся слой Ti марки ВТ1–0. Методами рентгеновского дифракционного анализа установили ориентационные соотношения между сопрягаемыми слоями подложки и слоя сорбента.

Для проведения анализа влияния выбора структуры подложки (поли- или монокристаллическая) на напыляемый слой титанового сорбента сначала была рассмотрен образец с поликристаллическим исполнением. Для достижения вышеописанных целей, проведено наблюдение образцов в двулучевой станции электронного микроскопа с ионной приставкой. Возможности установки позволяют вырезать в образцах клиновидные углубления, тем самым сильно упрощая изучение поверхностного слоя, так как при высоком вакууме микроскопа не происходит образования оксидной пленки титана. Как можно видеть из рисунка 1, вследствие отсутствия полировки шероховатость подложки передается в слой титана, образуя аналогичный рельеф и дробя кристаллиты титана в местах наиболее резкого его изменения. Используя большие увеличения, а также возможность получать изображение в отраженных ионах, можно добиться более наглядного примера явления наследования границ молибдена титаном, что также представлено на рисунке 1. Стрелками обозначены переходящие границы.



а) изображение в отраженных ионах



б) в отраженных электронах

Рисунок 1 – Явление наследования границ подложки сорбентом

На рисунке 1 величина кристаллитов молибдена в приповерхностном слое составляет в среднем ~ 5 мкм, что сильно меньше полученного значения при исследовании структуры самой подложки, где оно составляло 30-40 мкм и было обусловлено технологией получения материала. Измельчение зерна и появление субзерен с малой кристаллографической разориентировкой связано с возможностью протекания рекристаллизационных процессов при нагреве электронным лучом во время напыления. Дефекты, образованные во время полировки являются центрами начала рекристаллизации в приповерхностных слоях образца.

Проводилось изучение влияния выбора монокристаллической подложки на получаемый напыленный слой сорбента. Из монокристаллического слитка молибдена на электроэрозионном станке вырезались образцы трех основных кристаллографических ориентаций ({100}, {110} и {111}). Соответствие вырезанных из слитка образцов указанным на рисунке кристаллографическим граням проверялось при помощи рентгенографического текстурного анализа. Далее химическим и механическим способом проводилась отработка технологии обработки поверхности материала.

На рисунке 2 показан поперечный срез образца полированного монокристалла с напыленным слоем титана. Таким образом, приповерхностный слой подложки при выполнении указанных выше технологических операций теряет свойство монокристалличности. Новая партия образцов изготавливалась аналогично предыдущей, за исключением указанной выше механической обработки, то есть, после вырезания на электроэрозионном станке подложки подвергались химическому травлению и затем на них напылялся титан. На рисунке 3 показан поперечный срез образца, полученного без выполнения операций полировки.

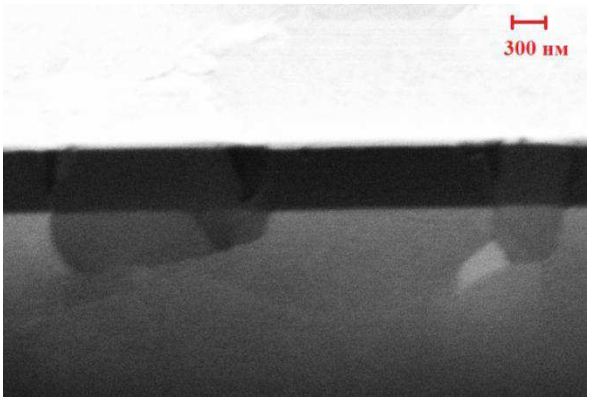


Рисунок 2 – Торцевой вид полированного образца монокристалла Mo с напыленным Ti

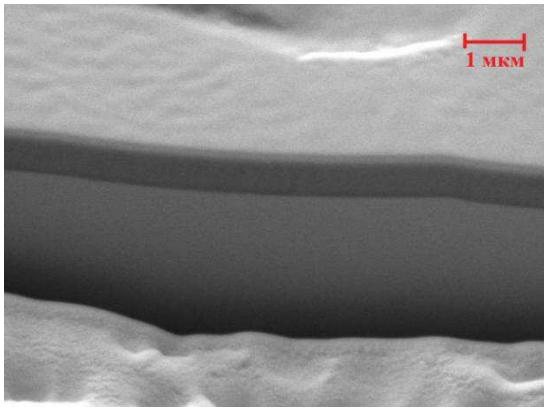


Рисунок 3 – Торцевой вид образца монокристалла Mo без полировки с напыленным Ti

Как видно из рисунка 3, на образце Mo без механической полировки отсутствуют заметные границы зерен подложки и, кроме того, напыленный слой титана выглядит более однородным, а также внутри этого слоя не наблюдаются границы. Отсутствие изменений в характере поверхности позволяет сделать вывод, что тонкий слой титана не оказывает влияния на структуру поверхностного слоя и последний полностью определяется молибденом.

3. Выводы

В ходе выполнения работы установлено: механическая полировка подложки перед технологическим процессом напыления приводит к рекристаллизации приповерхностного слоя; дефекты подложки, а именно границы зерен, полностью унаследуются напыленным слоем сорбента; кристаллографические ориентации при химическом травлении влияют на морфологию поверхности образца. Предложен метод получения подложек из монокристаллического молибдена с различными значениями шероховатостей и ориентациями {100}, {110}, {111}.

Литература

1. Физическое материаловедение: Учебник для вузов. В 7 т. / Под общей ред. Б.А. Калина / 2 –е изд. перераб.– М.: НИЯУ МИФИ, 2012. Том 5. Материалы с заданными свойствами. / М.И. Алымов, Г.Н. Елманов, Б.А. Калин, А.Н. Калашников, А.А. Полянский, А.В. Шульга. – М.: НИЯУ МИФИ, 2012. – 672 с.

2.Иванов. А., Смирнов. Б. Электронно – лучевое напыление: технология и оборудование // Наноиндустрия. – 2012. – №6. – С.28–34.

МНОГОУРОВНЕВАЯ МОДЕЛЬ ДЕФОРМАЦИИ СЛОИСТЫХ КОМПОЗИТОВ ТИПА МЕТАЛЛ-ИНТЕРМЕТАЛЛИД

Липатникова Я.Д.[1], Валуйская Л.А.[2], Зголич И.А.[1], Черепанов Д.Н.[1], Соловьева Ю.В.[1], Старенченко В.А.[1], Белов Н.Н.[1]

[1]Томский государственный архитектурно-строительный университет, Томск, Россия

[2]Сибирский государственный медицинский университет, Томск, Россия

yanna_lip@mail.ru

В данной работе теоретическими методами исследована деформация слоистых композиционных материалов на основе жаропрочной интерметаллидной матрицы с включением слоев чистого металла, подвергнутых одноосному сжатию, растяжению и канально-угловому прессованию. Слоистые композиты (ламинаты) металл-интерметаллидного типа являются перспективными конструкционными материалами, так как обладают высокой удельной прочностью, высокими антикоррозионными свойствами и значительной теплостойкостью. Рассматриваемые жаропрочные интерметаллиды со сверхструктурой $L1_2$, являющиеся основой композита, имеют превосходные механические характеристики (высокую твердость и предел текучести), особенно в высокотемпературной области, но также они являются очень хрупкими. Слои чистого металла в интерметаллидной матрице выполняют функцию пластификатора. Несомненно, большую роль при получении таких композиционных материалов играет численное моделирование, которое позволяет не только предсказать механические свойства материала, но и оценить вклад различных механизмов деформации и объяснить разрушение и развитие неустойчивость пластической деформации.

Моделирование проводилось в рамках подхода, объединяющего описание деформации посредством модели механики деформируемого твердого тела и кинетики накопления деформационных дефектов в жаропрочных сплавах, имеющих $L1_2$ сверхструктуру и чистых металлах с ГЦК структурой. Подробное описание моделей представлено в работе [1]. Данная синтетическая модель реализована в программном комплексе «РАНЕТ-3» [2], позволяющем проводить решение задач в полной трехмерной постановке методом конечных элементов.

Данные подход моделирования и программный комплекс позволили провести исследования хрупкого разрушения и формирования полос интенсивного сдвигообразования в ламинатах в зависимости от температурно-силового режима нагружения, соотношения объемной доли фаз, составляющих композит, и геометрических характеристик деформируемого образца.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда, проект № 17-72-10042.

Список литературы

1. Старенченко В.А., Валуйская Л.А., Фахрутдинова Я.Д., Соловьева Ю.В., Белов Н.Н. Исследование процессов локализации пластической деформации методом компьютерного моделирования // Известия вузов. Физика. – 2012. – Т. 55. № 2. – С. 76-87.

2. Югов Н.Т., Белов Н.Н., Югов А.А. Расчет адиабатических нестационарных течений в трехмерной постановке (РАНЕТ-3). Пакет программ для ЭВМ. Федеральная служба по интеллектуальной собственности, патентам и товарным знакам. Свидетельство о гос. Регистрации программы для ЭВМ №2010611042, 2010 г.

РАЗВИТИЕ ТЕХНОЛОГИИ ПРОИЗВОДСТВА СПЛАВОВ С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ НА РУБЕЖЕ 20-21 ВЕКА В РОССИИ

Андреев В.А. [1,2], **Юсупов В.С.**[1], **Перкас М.М.**[1], **Карелин Р.Д.** [1,3], **Лайшева Н.В.**[1], **Бондарева С.А.** [3]

[1]*Институт металлургии и материаловедения РАН, Москва, Россия*
[2]*ООО Промышленный центр «МАТЭК-СПФ», Москва, Россия*
[3]*Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия*
andreev.icmateks@gmail.com

Развитие технологий получения перспективных конструкционных и функциональных материалов с заданными физическими, механическими и служебными свойствами является приоритетным направлением для современной науки.

Сплавы с памятью формы на основе никелида титана обладают уникальными физико-механическими и функциональными свойствами и широко применяются в различных областях промышленности и медицины. Повышение эксплуатационных характеристик полуфабрикатов из данных сплавов в основном достигается с помощью разработки технологий получения мелкозернистой и ультрамелкозернистой структуры.

В данной работе рассматриваются комбинированные технологии производства прутков и проволоки диаметром 0,025–90 мм с использованием поперечно-винтовой прокатки (ПВП), равноканального углового прессования (РКУП), ковки на ротационно-ковочных машинах (РКМ) и волочения.

Одним из этапов получения полуфабрикатов и изделий из сплавов с памятью формы на основе никелида титана различных составов является поперечно-винтовая прокатка (ПВП). Исходной для такой прокатки является литая цилиндрическая заготовка 110 мм.

Перед прокаткой слиток подвергается ряду операций:

1. Обрезка литниковой части производится по месту слияния конусной части слитка (литника) и цилиндрической части слитка (рабочее тело слитка, рис.1).

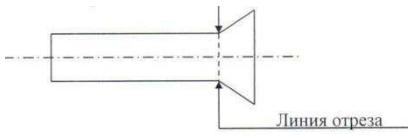


Рисунок 1 - Обрезка литниковой части

2. Обточка слитка производится до чистой поверхности. Допускается пологая зачистка поверхностных дефектов глубиной не более 8 мм, при этом отношение ширины к глубине должно быть не менее 10:1. Общее количество пологих зачисток не должно превышать 5 шт. на одном слитке.

Прокатка литых заготовок диаметром 90-100 мм (после обточки поверхности) производится на станах ПВП 50 – 120 (рис. 2) и ПВП 10 – 30 (рис. 3).



Рисунок 2 - Стан ПВП 50–120



Рисунок 3 - Стан ПВП 10–30

Прокатка заготовки ведётся с промежуточными подогревами при температуре 850-1000°С и деформациями за проход 5–20%.

Далее возможны различные варианты технологических маршрутов в зависимости от назначения изделия получаемого из полуфабриката. Может применяться традиционная «горячая» технология – прокатка до диаметра 10–20 мм, далее ротационная ковка до диаметров 2–16 мм на РКМ 2129 и РКМ 2123 (рис. 4 и 5) и



Рисунок 4 - РКМ 2129

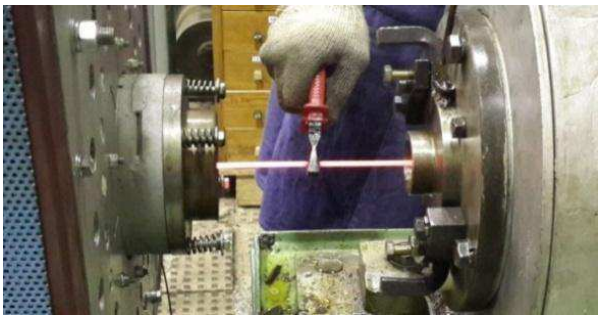


Рисунок 5 - РКМ 2123

волочение до диаметров 0,020–2,0 мм на волочильных станах 199СС (рис. 6) и 119СС (рис. 7).



Рисунок 6 - Волочильный стан 199СС



Рисунок 7 - Волочильный стан 119СС

С целью повышения функциональных и механических свойств полуфабрикатов различных размеров применяется интенсивная пластическая деформация при пониженных температурах в т.ч. РКУП (рис. 8) прутка диаметром 20 мм при температуре 350-450°С.



Рисунок 8 - Установка РКУП

Разработаны температурно-деформационные режимы «тёплой» ротационной ковки в диапазоне температур 350-500°С (в зависимости от химического состава сплава). «Тёплая» ротационная ковка используется на диаметрах 2-20 мм после ПВП или РКУП.

Разработаны и применяются температурно-деформационные режимы «тёплого» волочения.

Включение в технологию производства полуфабрикатов из сплавов с памятью формы на основе никелида титана методов «теплой» пластической деформации в различных сочетаниях обеспечивает повышенные физико-механические и функциональные свойства изделий.

На основе проведенных исследований были разработаны и выпущены технические условия. ТУоп 18.4270–04–16980791–2017. «Проволока и прутки из сплавов с памятью формы марки ТН-1 с повышенными функциональными свойствами».

Работа выполнена по государственному заданию №075-00746-19-00

Литература

1. Сплавы с памятью формы: свойства, получение и применение в технике и медицине// Муслов С.А., Шеляков А.В., Андреев В.А. // Москва, 2018, Мозартика. - 254 с.

2. Черняева Е.В., Андреев В.А., Вьюненко Ю.Н.// Радиальное распределение физических свойств в прутках из никелида титана после теплой ковки// Приложение к журналу. ISSN 1810-0198. Вестник Тамбовского университета. Серия Естественные и технические науки. – 2018. -Том 23, № 122. - С. 310-312.

3. Sergey Prokoshkin, Irina Khmelevskaya, Vladimir Andreev, Roman Karelin, Victor Komarov and Alibek Kazakbiev// Manufacturing of Long-Length Rods of Ultrafine-Grained Ti-Ni Shape Memory Alloys // Materials Science Forum// 1/ Vol. 918, pp 71-76/ © 2018 Trans Tech Publications, Switzerland/Online: 2018-03-20.

4. V. A. Andreev, V. S. Yusupov, M. M. Perkas, V. V. Prosvirnin, A. E. Shelest, S. D. Prokoshkin, I. Yu. Khmelevskaya, A. V. Korotitskii, S. A. Bondareva and R. D. Karelin// Mechanical and Functional Properties of Commercial Alloy TN-1 Semiproducts Fabricated by Warm Rotary Forging and ECAP//, Russian Metallurgy (Metally), Vol. 2017, No. 10, pp. 890–894.

СОСТОЯНИЕ ВОДОРОДА И ЕГО РОЛЬ В МЕХАНИЗМЕ КОРРОЗИОННОГО РАСТРЕСКИВАНИЯ ПОД НАПРЯЖЕНИЕМ МАГНИЕВЫХ СПЛАВОВ МА2-1 И МА14

Мягких П.Н.[1], Мерсон Е.Д.[1], Полуянов В.А.[1], Мерсон Д.Л.[1], Виноградов А.Ю.[2]
1 – НИИ прогрессивных технологий, ТГУ, Тольятти, Россия,
2 – Норвежский технологический университет, г. Тронхейм, Норвегия
feanorhao@gmail.com

1. Введение

Широкому промышленному внедрению магниевых сплавов препятствует несколько факторов, одним из которых является низкая устойчивость этих материалов к коррозионному растрескиванию под напряжением (КРН). Механизм КРН магниевых сплавов до сих пор остается предметом дискуссий. Существует устойчивое мнение о том, что КРН, фактически, является разновидностью водородной хрупкости (ВХ). Однако, немногочисленные экспериментальные данные о состоянии и распределении водорода в магниевых сплавах при КРН довольно противоречивы и не позволяют однозначно связать КРН с каким-либо известным механизмом ВХ. В связи с этим целью настоящего исследования было экспериментально определить состояние водорода в магниевых сплавах МА14 и МА2-1, подвергнутых КРН, и на основе полученных данных сделать выводы о механизме данного явления.

2. Материалы и методика исследования

В качестве материалов исследования были выбраны промышленные магниевые сплавы МА2-1 и МА14 , полученные в горячекатаном и экструдированном состояниях, соответственно (средний размер зерна и химический состав материалов приведен в таблице 1).

Таблица 1 – Химический состав и средний размер зерна сплавов МА2-1 и МА14

Мате-риал	**Mg**	**Al**	**Zn**	**Ca**	**Zr**	**Fe**	**Cu**	**Mn**	**Ce**	**Si**	Размер зерна
МА14	Осн.	0.002	5.417	0.0004	0.471	0.001	0.002	0.005	0.002	0.003	3 мкм
МА2-1		4.473	0.887	0.0015	-	0.002	0.003	0.312	0.017	0.008	10 мкм

Из указанных материалов были изготовлены цилиндрические резьбовые образцы длиной 120 мм и размером рабочей части 30×6 мм. Механические испытания образцов проводили при помощи разрывной машины по схеме одноосного растяжения при низкой скорости деформации ($5 \cdot 10^{-6}$ $с^{-1}$) на воздухе и в коррозионной среде – водном растворе 5 г/л NaCl + 5 г/л $K_2Cr_2O_7$. Часть образцов перед испытаниями в коррозионной среде подвергали предварительной пластической деформации на воздухе до 4% для сплава МА14 и 11% для сплава МА2-1.

Сразу после испытаний рабочую часть образца отрезали и делили на две половины, одну из которых помещали в жидкий азот во избежание возможных потерь диффузионно-подвижного водорода. Вторую половину подвергали газовому анализу методом экстракционного нагрева в потоке газа-носителя (азота) при помощи газоанализатора Galileo G8 (Bruker). Анализ проводили по следующему режиму: 1) нагрев до 450 °С со скоростью 38 °/мин, 2) выдержка при данной температуре в течение 10 минут, 3) свободное охлаждение в потоке газа-носителя в течение 10 минут. После окончания первого анализа, из жидкого азота извлекали вторую половину образца и удаляли с нее продукты коррозии согласно ГОСТ Р 9.907-2007 с применением реактива С.5.4 (200 г CrO_3, 10 г $AgNO_3$, 1000 мл H_2O). После чего ее подвергали газовому анализу по тому же режиму, что и первую половину.

3. Результаты и обсуждение

Механические испытания показали, что в коррозионной среде механические свойства всех исследованных материалов ожидаемо значительно ниже, чем на воздухе (таблица 2). Образцы, подвергнутые предварительной пластической деформации демонстрируют немного более высокие значения предела прочности и

деформации при разрушении в коррозионной среде. Тем не менее, разрушение всех образцов происходит при напряжении ниже предела текучести.

Таблица 2 – Предел прочности $\sigma_в$ и деформация при разрушении δ_f магниевых сплавов, а также концентрация в них водорода до $C^1_н$ и после $C^2_н$ удаления продуктов коррозии после испытаний на коррозионное растрескивание под напряжением

Сплав	Условия испытания	$\sigma_в$, МПа	δ_f, %	$C^1_н$, ppm	$C^2_н$, ppm
МА14	На воздухе	296±1	28.3±2.1	-	-
	В коррозионной среде	157±20	2.2±0.3	15.9	3.6
	В коррозионной среде, после предварительной деформации 4%	224±16	2.9±0.2	12.1	2.8
МА2-1	На воздухе	272±2	25.1±1.2	-	-
	В коррозионной среде	129±11	2.6±0.1	10.5	5.2
	В коррозионной среде, после предварительной деформации 11%	145±6	2.7±0.1	12.7	6.5

Согласно, полученным с помощью газового анализа, экстракционным кривым выделение водорода из образцов после испытаний на КРН, с которых продукты коррозии не удалялись, происходит во всем интервале температур от 25 до 450 °С (рис. 1). Установлено, что выделение водорода при температурах <300 °С обусловлено термическим разложением продуктов коррозии в процессе газового анализа. Об этом свидетельствует то, что при анализе образцов с предварительно удаленными продуктами коррозии заметная экстракция водорода происходит только при температурах выше 300 °С. Известно, что, например, для сталей наибольшую опасность с точки зрения развития ВХ представляет т.н. диффузионно-подвижный водород, который выделяется из металла при температурах ниже 300 °С [1]. Следовательно, можно заключить, что концентрация диффузионно-подвижного водорода в исследуемых сплавах незначительна. На это также указывает, тот факт, что предварительная пластическая деформация образцов не оказывает заметного влияния на низкотемпературную часть экстракционных кривых (рис. 1). Пластическая деформация всегда сопровождается увеличением плотности дислокаций, которые являются обратимыми ловушками водорода. Поэтому образцы, подвергнутые пластической деформации, должны были бы поглощать большее количество водорода, как это обычно происходит в сталях. Поскольку этого не наблюдается, можно заключить, что проникновение диффузионно-подвижного водорода в исследуемые магниевые сплавы из коррозионной среды ограничено. Вероятно, абсорбции водорода препятствует гидридная и/или гидроксидная пленка на поверхности образцов, которая образуется в результате контакта металла с коррозионной средой. Предположительно, термическое разложение данных химических соединений, которое согласно литературным данным должно происходить в интервале температур 280-450 °С [2], приводит к появлению высокотемпературных пиков на экстракционных кривых. Это предположение согласуется с тем, что данные пики наблюдаются при приблизительно одинаковой температуре около 450 °С для обоих сплавов независимо от наличия предварительной деформации. При этом высота этих пиков существенно снижается после удаления продуктов коррозии. Предположительно, образование хрупкого гидридного поверхностного слоя, также может быть и причиной охрупчивания исследованных сплавов.

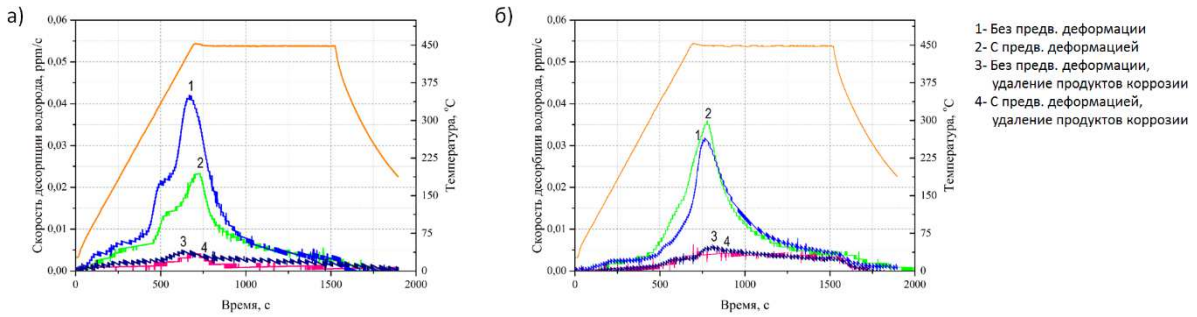


Рисунок 1 – Экстракционные кривые для сплавов МА14 - а), и МА2-1 - б)

4. Выводы

1. Концентрация диффузионно-подвижного водорода в образцах магниевых сплавов МА2-1 и МА14, разрушенных в результате КРН, несущественна. Следовательно, механизм КРН не может быть связан с эффектами вызванными диффузионно-подвижным водородом, в отличие от механизма ВХ сталей, в котором он играет ключевую роль. Предположительно, механизм КРН магниевых сплавов связан с растрескиванием хрупкого гидридного поверхностного слоя.

2. Экстракция водорода в интервале температур 25 - 450 °С из образцов сплавов МА2-1 и МА14, подвергнутых испытаниям на КРН, главным образом обусловлена термическим разложением химических соединений в составе продуктов коррозии на поверхности металла.

Работа выполнена при финансовой поддержке РНФ (проект 18-19-00592)

Использованные источники

1. A. Laureys, T. Depover, R. Petrov, K. Verbeken, Influence of sample geometry and microstructure on the hydrogen induced cracking characteristics under uniaxial load, Mater. Sci. Eng. A. 690 (2017) 88–95. doi:10.1016/j.msea.2017.02.094.

2. Клямкин, С.Н. Металлогидридные композиции на основе магния как материалы для аккумулирования водорода / С.Н. Клямкин // Российский химический журнал общества имени Д.И. Менделеева. 2006. Т. L. №6.

ВЛИЯНИЕ ПРИМЕСИ SiO_2 НА КОМПЛЕКС МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ КОМПОЗИЦИОННОЙ КЕРАМИКИ $CaO\text{-}ZrO_2\text{+}Al_2O_3$

Дмитриевский А.А., Жигачева Д.Г., Тюрин А.И., Ефремова Н.Ю., Григорьев Г.В., Васюков В.М.

Тамбовский государственный университет имени Г.Р. Державина, Тамбов, Россия, E-mail: aadmitr@yandex.ru

Уникальный комплекс механических свойств композиционной керамики $ZrO_2\text{+}Al_2O_3$ в сочетании с ее биоинертностью, а также термической, химической и радиационной стойкостью обуславливает широчайший спектр ее практических приложений от машиностроения до медицины. При разработке композитов большое внимание уделяют повышению соотношения прочность/пластичность (твердость/трещиностойкость). Улучшению этих характеристик может способствовать введение дополнительных примесей. В связи с этим, работа посвящена исследованию влияния диоксида кремния на комплекс механических характеристик (микротвердость *H*, вязкость разрушения *Kc*, предел прочности на сжатие σ_S) наноструктурированной композиционной керамики $CaO\text{-}ZrO_2\text{+}Al_2O_3$.

При изготовлении образцов компоненты смешивали в определенных пропорциях. Молярную концентрацию стабилизатора (CaO) по отношению к ZrO_2 сохраняли неизменной (C_{CaO} = 6.5 mol. %). К полученной смеси добавляли 5 wt.% Al_2O_3. Согласно [1], такое соотношение концентраций основных компонент обеспечивает одновременно высокие значения *H* и *Kc* композита. Молярную концентрацию SiO_2 по отношению к смеси основных компонент варьировали в диапазоне от 0 до 10 mol.%. Полученные смеси порошков диспергировали в дистиллированной воде и гомогенизировали при помощи ультразвука. Затем осуществляли помол в планетарной мельнице, после которого смесь высушивали в печи при температуре T_0 = 80 ^{0}C. Образцы формовали одноосным сухим прессованием при нагрузке 500 MPa. Спекание производили в два этапа. Сначала образцы нагревали до температуры T_1 = 1300 ^{0}C и выдерживали в течение 5 min. Затем, охлаждали до температуры T_2 = 1200 ^{0}C и выдерживали в течение 4 h. Согласно [2] такие условия синтеза образцов композиционной керамики $CaO\text{-}ZrO_2$ + Al_2O_3 (с содержанием корунда 5 wt.%) являются оптимальными с точки зрения механических свойств. Для исследования σ_S из цилиндрических образцов вырезали параллелепипеды с сечением 2×2 mm.

Твердость тестировали с использованием автоматизированного микротвердомера Duramin – A300 и наноидентометра NanoIndenter G200. Длины радиальных трещин измеряли металлографическим инвертированным микроскопом Axio Observer A1m. Величину вязкости разрушения K_C определяли из выражения:

$$K_C = k\left(\frac{E}{H}\right)^{\frac{1}{2}}\frac{P}{l^{\frac{3}{2}}},$$

где *P* – максимальная нагрузка на индентор (50 N), *l* - длина радиальных трещин около отпечатка, *k* − эмпирический калибровочный коэффициент (*k* = 0.016±0.004). Прочность на сжатие определяли с использованием напольной двухколонной сервогидравлической испытательной машины MTS 870 Landmark. Информацию о фазовом составе получали с использованием рентгеновского дифрактометра D2 Phaser. Визуализацию структуры керамики и элементное картирование проводили на сканирующем электронном микроскопе высокого разрешения Merlin.

Установлено, что зависимости $H(C_{SiO2})$ и $Kc(C_{SiO2})$ композиционной керамики имеют немонотонный характер (Рис. 1, *a*). Оптимальное соотношение значений микротвердости и вязкости разрушения (*H* = 10,9 GPa, K_C = 12,43 MPa $m^{1/2}$) композиционной керамики $CaO\text{-}ZrO_2\text{+}Al_2O_3\text{+}SiO_2$ достигается при концентрации диоксида кремния C_{SiO2} = 5 mol.%. Показано, что зависимости моноклинной *m*-ZrO_2 и тетрагональной *t*-ZrO_2 фаз диоксида циркония от концентрации SiO_2 в композите также немонотонны (Рис. 1, *b*). Концентрации этих фаз по мере увеличения содержания диоксида кремния в композите изменяются в противофазе, при этом относительная

доля кубической фазы $C_{c\text{-}ZrO2}$ остается неизменной в пределах погрешности. Важно отметить, что зависимости $H(C_{SiO2})$ и $C_{t\text{-}ZrO2}(C_{SiO2})$ имеют синфазный характер. Это свидетельствует о том, что наблюдаемые изменения H связаны с влиянием диоксида кремния на трансформационный механизм упрочнения, присущий циркониевым керамикам.

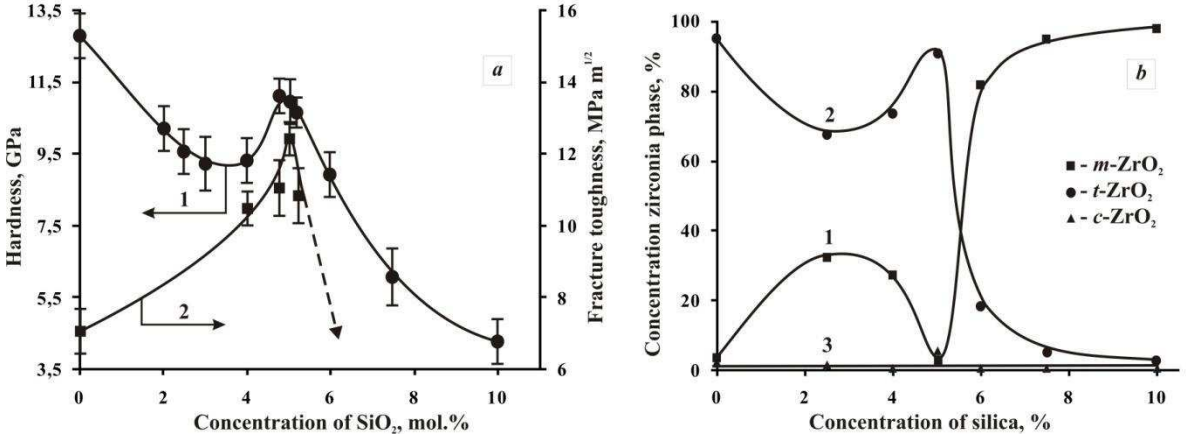


Рисунок 1 - Зависимости микротвердости H (кривая 1) и вязкости разрушения K_C (кривая 2) (*a*), а также относительных долей моноклинной $C_{m\text{-}ZrO2}$ (кривая 1), тетрагональной $C_{t\text{-}ZrO2}$ (кривая 2) и кубической $C_{c\text{-}ZrO2}$ (кривая 3) фаз диоксида циркония (*b*) от концентрации диоксида кремния C_{SiO2} в композиционной керамике $CaO\text{-}ZrO_2+Al_2O_3+SiO_2$

Увеличение вязкости разрушения K_C на 43% при введении в композит диоксида кремния в концентрации C_{SiO2} = 5 mol.%, с учетом снижения доли тетрагональной фазы $t\text{-}ZrO_2$ на 4 %, свидетельствует о снижении энергетического порога для $t \rightarrow m$ фазовых превращений диоксида циркония под индентором (в условиях сосредоточенной нагрузки). Это подтверждается обнаруженным (методом многоциклового наноиндентирования) уменьшением средних контактных напряжений под индентором на ~ 16 %, вызванным введением в композит диоксида кремния (C_{SiO2} = 5 mol.%).

Показано, что введение диоксида кремния в синтезируемую композиционную керамику, вызывает дисбаланс между соотношением концентраций ZrO_2 и стабилизатора CaO, что в свою очередь, приводит к соответствующему снижению стабильности тетрагональной фазы $t\text{-}ZrO_2$. Результатом взаимодействия диоксида кремния и оксида кальция является образование аморфного силиката кальция. Анализ данных элементного картирования поверхности сколов позволяет заключить, что силикат кальция распределен тонким слоем по границам зерен ZrO_2 и Al_2O_3. К подобному заключению приходили авторы [3], исследуя влияние концентрации SiO_2 на фазовый состав и механические свойства керамик $CaO\text{-}ZrO_2$. Образование ультратонкого слоя аморфного SiO_2 и $CaSiO_3$ на границах зерен ZrO_2 и Al_2O_3 приводит к снижению механических напряжений на их стыках. Это благоприятно отражается на таких характеристиках как вязкость разрушения и прочность на сжатие.

Действительно, установлено, что при добавлении диоксида кремния (C_{SiO2} = 5 mol.%) в композиционную керамику наблюдается улучшение ее макромеханических характеристик (Рис. 2). Образцы композиционной керамики с добавлением SiO_2 не только более пластичны (относительная деформация достигает значений ε = 7,3 %), но и, что более важно для инженерных керамик, имеют более высокий предел прочности на сжатие (σ_S = 2,73 GPa).

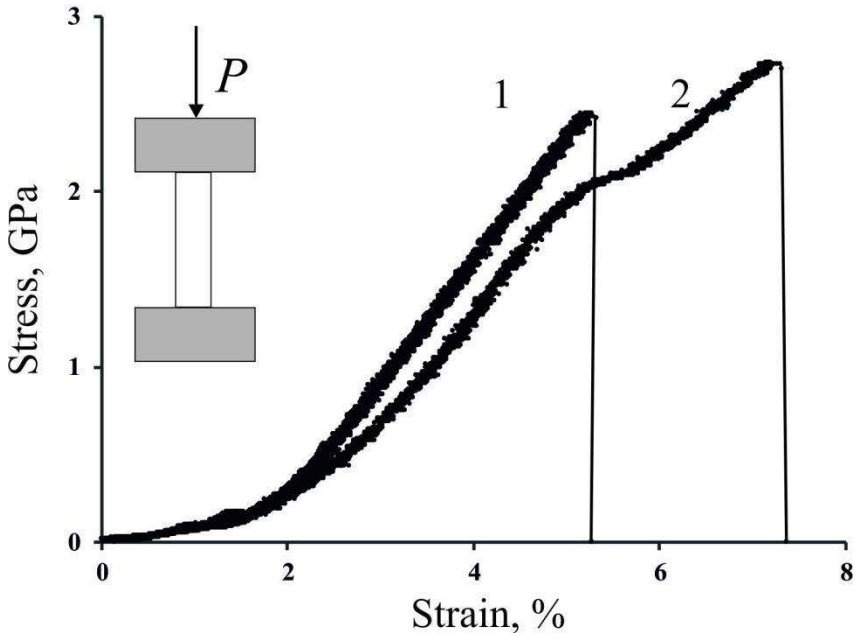


Рисунок 2 - Зависимости напряжений σ от относительной деформации ε образцов композиционной керамики $CaO\text{-}ZrO_2+Al_2O_3$ (C_{SiO2} = 0 mol.%) – кривая 1 и $CaO\text{-}ZrO_2+Al_2O_3+SiO_2$ (C_{SiO2} = 5 mol.%) кривая 2. На врезке представлена схема проведения испытаний на сжатие

Таким образом, показано, что улучшение механических характеристик исследуемых композиционных керамик вызвано: во-первых, формированием ультратонких пленок аморфного SiO_2 и/или $CaSiO_3$ на границах зерен ZrO_2 и Al_2O_3, снижающих механические напряжения на их стыках, во-вторых, снижением энергетического барьера для фазовых превращений *t*-ZrO_2 → *m*-ZrO_2, обеспечивающим более интенсивный *t*-*m*-переход в вершине развивающейся трещины. Достигнутые показатели представляют интерес для практических приложений инженерной керамики, в том числе биомедицинского назначения.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 16-19-10405). Результаты были получены на оборудовании Центра коллективного пользования научным оборудованием ТГУ имени Г.Р. Державина. Авторы благодарят Александра Жигачева за помощь в получении СЭМ-изображений.

Цитируемая литература

1. Дмитриевский А.А., Жигачев А.О., Жигачева Д.Г., Тюрин А.И., Структура и механические свойства композиционной керамики CaO−ZrO2−Al2O3 при малых концентрациях корунда // Журнал технической физики. - 2019. - Т. 89, № 1. - С. 107-111.

2. Дмитриевский А.А., Тюрин А.И., Жигачев А.О., Гусева Д.Г., Овчинников П.Н., Влияние содержания корунда и температуры спекания на механические свойства керамических композитов CaO−ZrO2−Al2O3 // ПЖТФ. - 2018. - Т. 44, № 4. - С. 25-33.

3. Zhigachev A.O., Rodaev V.V., Umrikhin A.V., Golovin Yu.I., The effect of silica content on microstructure and mechanical properties of calcia-stabilized tetragonal zirconia polycrystalline ceramic // Ceramics International. - 2019. - V. 45. - P. 627–633.

СТРУКТУРА И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КОМПОЗИЦИОННОЙ КЕРАМИКИ CaO-ZrO_2+Al_2O_3 В УСЛОВИЯХ ЦИКЛИЧЕСКИХ ТЕРМИЧЕСКИХ И МЕХАНИЧЕСКИХ НАГРУЗОК

Дмитриевский А.А., Тюрин А.И., Жигачев А.О., Жигачева Д.Г., Васюков В.В., Овчинников П.Н., Топчий А.А.

Тамбовский государственный университет имени Г.Р. Державина, Тамбов, Россия, E-mail: aadmitr@yandex.ru

Одним из наиболее действенных и широко применяемых способов упрочнения циркониевой керамики является создание на ее основе композита с корундом, обладающим высокими значениями твердости, модуля Юнга и прочности на сжатие. На фоне трансформационного механизма упрочнения, присущего циркониевой керамике, введение в ее матрицу мелкодисперстных частиц корунда обеспечивает проявление дополнительного дисперсионного механизма упрочнения. Композиты ZrO_2+Al_2O_3, сочетающие лучшие качества своих компонентов, характеризуются высоким соотношением твердость/вязкость разрушения. В [1] были подобраны оптимальные, с точки зрения механических свойств, соотношения концентраций диоксида циркония (стабилизированного оксидом кальция) и корунда для «низкотемпературного» синтеза композитов CaO-ZrO_2+Al_2O_3.

Уникальные механические свойства в сочетании с биоинертностью, химической и радиационной стойкостью обуславливает широчайший спектр практических приложений композиционной керамики ZrO_2+Al_2O_3. В реальных условиях эксплуатации изделия из композитов ZrO_2+Al_2O_3 могут быть подвержены многократным (циклическим) тепловым и механическим воздействиям. В связи с этим, работа была направлена на исследование влияния циклических термических и механических нагрузок на структуру, фазовый состав и механические свойства композиционной керамики CaO-ZrO_2+Al_2O_3.

Образцы изготавливали по методике, детально описанной в [1]. При этом молярная концентрация стабилизатора (CaO) по отношению к химически преципитированному ZrO_2 имела значение C_{CaO} = 6.5 мол.%. Доля корунда относительно CaO-ZrO_2 имела значение 5 вес.%. Смеси порошков диспергировали в дистиллированной воде и гомогенизировали при помощи ультразвука. Затем осуществляли помол в планетарной мельнице, после которого смесь высушивали в печи при температуре T_0 = 80 ^{0}C. Образцы формовали одноосным сухим прессованием при нагрузке 500 МПа. Спекание производили в два этапа. Сначала образцы нагревали до температуры T_1 = 1300 ^{0}C и выдерживали в течение 5 мин. Затем, охлаждали до температуры T_2 = 1200 ^{0}C и выдерживали в течение 4 ч. Согласно [2] такие условия синтеза образцов композиционной керамики CaO-ZrO_2 + Al_2O_3 (с содержанием корунда 5 вест.%) являются оптимальными с точки зрения механических свойств. Для проведения исследований на малоцикловую усталость (методом трехточнчного изгиба) из цилиндрических образцов вырезали параллелепипеды с сечением 2×2 мм.

Термическое циклирование проводили в несколько этапов с последовательным повышением температуры (T_1 = 150 ^{0}C, T_2 = 300 ^{0}C, T_3 = 500 ^{0}C и T_4 = 800 ^{0}C). Каждый этап (пакет) состоял из 5 циклов нагрева (до температуры, соответствующей данному циклу T_1 – T_4), выдержки при данной температуре в течение t = 1 ч и охлаждения (до комнатной температуры). Скорость нагрева/охлаждения не превышала 5^{0}C/мин. Фазовый состав (для анализа использовали рентгеновский дифрактометр D2 Phaser), микротвердость (для диагностики использовали автоматизированный микротвердомер Duramin – A300) и вязкость разрушения (длины радиальных трещин измеряли с использованием металлографического инвертированного микроскопа Axio Observer A1m с анализатором изображения Структура 5.0) определяли после каждого цикла термических воздействий. Кроме того, на разных этапах термообработки получали (с использованием сканирующего электронного микроскопа высокого разрешения Merlin) СЭМ-изображения поверхности образцов.

Испытания на малоцикловую усталость проводили методом трехточечного изгиба в режиме мягкой машины (использовали сервогидравлическую установку MTS 870)

Коэффициент асимметрии цикла $k_a=(\sigma_{min}/\sigma_{max})$ принимал значения k_{a1} = 0,7 и k_{a2} = 0,1. Количество циклов при каждом значении σ_{max} – не менее 5 × 10^5, частота следования циклов 20 Гц. Испытания проводили при комнатной температуре.

Установлено, что для разработанной композиционной керамики характерно отсутствие влияния пакетов тепловых воздействий на ее микротвердость, вязкость разрушения и фазовый состав ZrO_2. Данные о значениях микротвердости *H*, вязкости разрушения K_C, а также относительных долей моноклинной $C_{m\text{-}ZrO2}$, тетрагональной $C_{t\text{-}ZrO2}$ и кубической $C_{c\text{-}ZrO2}$ фаз диоксида циркония представлены в Таблице 1.

Таблица 1 - Механические характеристики и относительные доли моноклинной, тетрагональной и кубической фаз диоксида циркония при разных термических обработках композиционной керамики $CaO\text{-}ZrO_2+Al_2O_3$

T ^{0}C	*H*, ГПа	K_C, МПа м$^{1/2}$	$C_{m\text{-}ZrO2}$ %	$C_{t\text{-}ZrO2}$ %	$C_{c\text{-}ZrO2}$ %
0	12,6	5,6	10	87	3
150	12,3	5,75	11	85	2
300	12,75	5,85	10	87	3
500	12,3	5,55	12	86	2
800	12,7	5,7	12	87	1

Из данных, представленных в таблице следует, что термоциклирование не вызывает снижения стабильности тетрагональной фазы диоксида циркония (ее относительная доля сохраняется на уровне 85-87 %), что способствует сохранению высоких значений механических характеристик.

Отметим, что термоциклирование (в исследованном температурном интервале) не оказывает заметного влияния на структуру поверхности образцов разработанной композиционной керамики. Об этом свидетельствует анализ СЭС-изображений поверхности образцов композиционной керамики $CaO\text{-}ZrO_2+Al_2O_3$ до и после многоцикловой термообработки.

Таким образом, показано, что разработанная композиционная керамика $CaO\text{-}ZrO_2+Al_2O_3$ демонстрирует высокую стойкость к циклическим тепловым воздействиям. Стабильность механических свойств композита в условиях термоциклирования, по-видимому, обусловлена стойкостью фазового состава (стабильностью тетрагональной фазы $t\text{-}ZrO_2$) диоксида циркония к циклическим тепловым нагрузкам (в исследованном температурном интервале). При этом следует отметить, что исследованный интервал тепловых воздействий существенно превышает значения температур, достигаемых в не экстремальных условиях эксплуатации керамических изделий.

Проведенные исследования свидетельствуют о высокой стойкости разработанной композиционной керамики к циклическим механическим нагрузкам (в режиме малоцикловой усталости). Так, было установлено, что синтезируемые образцы композитов не обнаруживают усталости и заметного (в пределах погрешности измерений) изменения своих характеристик в процессе механоциклирования с нагрузками до σ_{max1} = 1600 ± 50 МПа (при коэффициенте асимметрии цикла k_{a1} = 0,70 ± 0,05) и σ_{max2} = 1500 ± 80 МПа (при коэффициенте асимметрии цикла k_{a2} = 0,1 ± 0,02). Отметим, что при σ_{max1} = 1600 МПа и σ_{max2} = 1500 МПа образцы выдерживают несколько сотен циклов, после чего наступает разрушение. В качестве примера, на Рис. 1 представлены типичные диаграммы усталости разработанной композиционной керамики при k_{a1} = 0,70 ± 0,05.

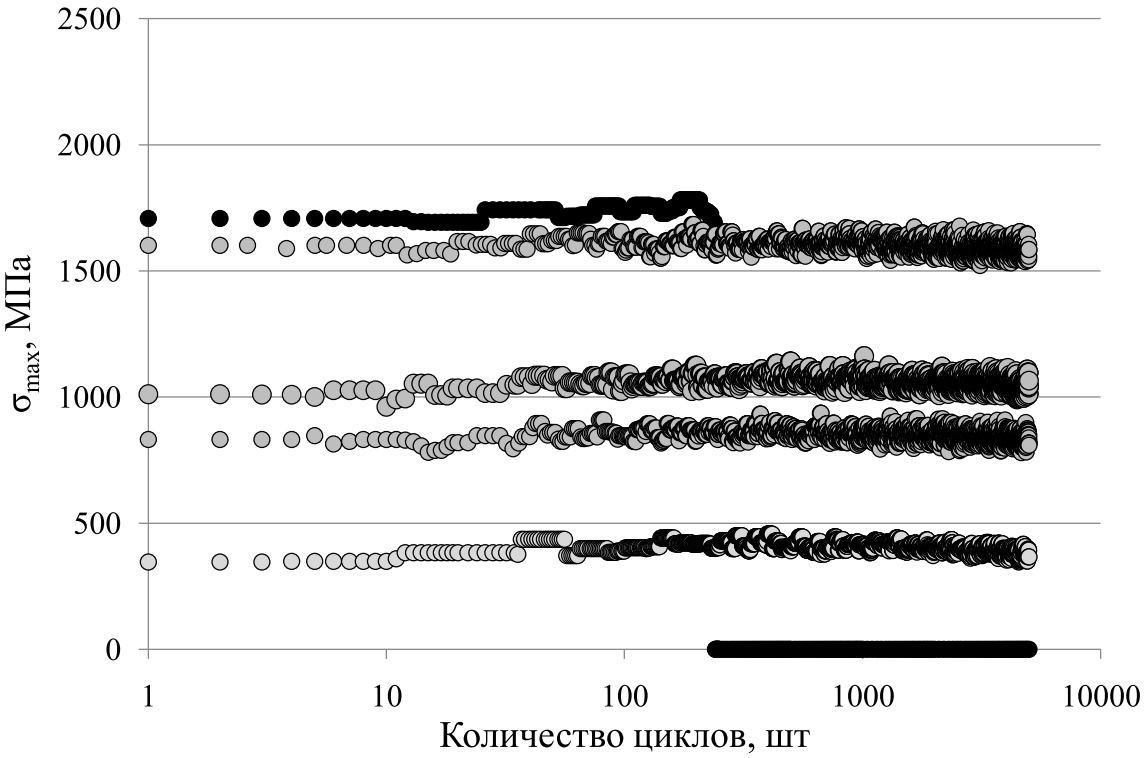


Рисунок 1 - Типичные диаграммы усталости композиционной керамики CaO-ZrO_2+Al_2O_3 при коэффициенте асимметрии цикла k_{a1} = 0,70 ± 0,05

Полученные значения σ_{max1} и σ_{max2} свидетельствуют о высокой устойчивости образцов разработанной композиционной керамики к циклическим нагрузкам, и значительно (в 5 раз!) превышают значение σ_{max} = 320 МПа, указанное в ГОСТ Р ИСО 6474-2- 2014, для испытаний циркониевых керамик на малоцикловую усталость.

Достигнутые показатели (стойкость структуры, фазового состава и механических свойств по отношению к циклическим тепловым и механическим воздействиям) представляют интерес для практических приложений инженерной керамики, в том числе биомедицинского назначения.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 16-19-10405). Результаты были получены на оборудовании Центра коллективного пользования научным оборудованием ТГУ имени Г.Р. Державина. Авторы благодарят Александра Жигачева за помощь в получении СЭМ-изображений.

Цитируемая литература

1. Дмитриевский А.А., Жигачев А.О., Жигачева Д.Г., Тюрин А.И., Структура и механические свойства композиционной керамики CaO−ZrO2−Al2O3 при малых концентрациях корунда // Журнал технической физики. - 2019. - Т. 89, № 1. - С. 107-111.

2. Дмитриевский А.А., Тюрин А.И., Жигачев А.О., Гусева Д.Г., Овчинников П.Н., Влияние содержания корунда и температуры спекания на механические свойства керамических композитов CaO−ZrO2−Al2O3 // ПЖТФ. - 2018.- Т. 44, № 4. - С. 25-33.

МЕХАНОХИМИЧЕСКИЙ СИНТЕЗ КОМПОЗИТОВ Fe/TiB_2, W/TiB_2, Fe/B_4C И W/B_4C ДЛЯ СОЗДАНИЯ ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ РАДИАЦИОННОЙ ЗАЩИТЫ

Григорьева Т.Ф.[1], Ковалева С.А.[2], Киселева Т.Ю.[3], Удалова Т.А.[1], Восмериков С.В.[1], Девяткина Е.Т.[1], Витязь П.А.[2], Ляхов Н.З.[1]

[1]Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН, Новосибирск, Россия
grig@solid.nsc.ru
[2]Объединенный институт машиностроения НАН Беларуси, Минск, Беларусь
[3]Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Физический факультет, Москва, Россия

Известно, что материалы радиационной защиты в стационарных условиях, таких, как атомные электростанции, хранилища радиоактивных веществ и отходов, разработаны и используются с середины прошлого века. Это тяжелые бетоны, металлы (вольфрам, свинец, сталь) и псевдосплавы (вольфрам с железом и никелем). В настоящее время активно разрабатываются пластичные полимерные материалы, особенно в средствах индивидуальной защиты человека.

Полимеры в чистом виде могут быть использованы только для замедления быстрых и промежуточных нейтронов при упругом рассеянии.

Использование высокодисперных наполнителей для полимерных материалов позволяет решать проблемы эффективности защиты от многофакторного ионизирующего излучения.

В составе материалов, применяемых для защиты от нейтронного и γ-излучения, необходимо присутствие легких элементов для замедления быстрых и промежуточных нейтронов при упругом рассеянии (водородсодержащие вещества, графит, карбид бора), тяжелых элементов с большой атомной массой для замедления быстрых нейтронов в процессе неупругого рассеяния и ослабления от захватного γ-излучения (вольфрам, железо, молибден, цирконий, титан и др.), элементов с высоким эффективным сечением поглощения тепловых нейтронов (бор и его соединения).

Перспективным подходом, сочетающим получение высокодисперсных порошков различных материалов и синтез наноструктурных композитов, является метод механохимического синтеза. В условиях интенсивных ударно-сдвиговых деформаций в материалах реализуются процессы перемешивания, диспергирования с формированием большой контактной поверхности, а также физико-химические процессы взаимодействия, что способствует изменению структурного состояния материала и формированию композитной структуры.

Цель этой работы – механохимическое получение композитов Fe/TiB_2, W/TiB_2, Fe/B_4C и W/B_4C для наполнения полимеров, используемых в радиационной защите от нейтронного и γ-излучений.

В работе использовали порошки железа карбонильного, вольфрама, диборида титана TiB_2 и карбида бора B_4C.

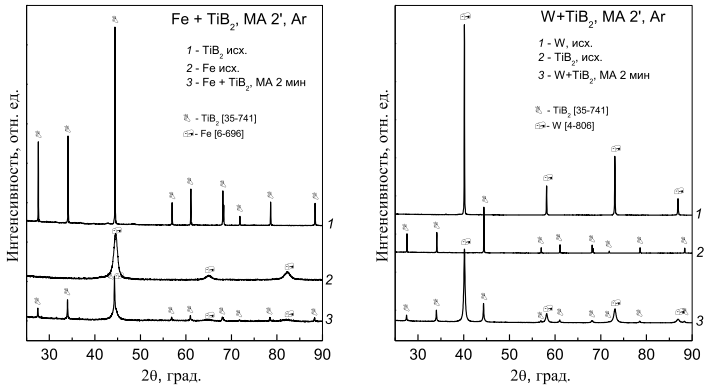
Высокодисперсные порошки композитов получали механической активацией (МА) смесей исходных порошков в высокоэнергетической шаровой планетарной мельнице АГО-2 с водяным охлаждением, в атмосфере аргона. Объём барабана 250 $см^3$, диаметр шаров 5 мм, загрузка 200 г, навеска обрабатываемого образца 10 г, скорость вращения барабанов вокруг общей оси ~1000 об/мин.

Рентгенографические исследования выполнены на дифрактометре D8 Advance (Германия) с характеристическим излучением $CuK_{\alpha 1}$ (λ = 1.5406 Å). Расчет и уточнение профильных и структурных параметров проведены с использованием ПО TOPAS.

Морфологические характеристики механокомпозитов получены с использованием сканирующих электронных микроскопов (СЭМ): высокого разрешения OXSFORD INSTRUMENT (Англия) и Hitachi TM 1000.

Термоаналитические исследования выполнены на термоанализаторе синхронном STA 449 F/1/1 JUPITER (Netzsch, Германия) в динамическом режиме в атмосфере Ar.

Механокомпозиты Fe/TiB_2 и W/TiB_2. Механическая активация смесей Fe + TiB_2 и W + TiB_2 (масс. отн. = 50:50 вес. %) в течение 2 мин приводит к резкому уменьшению размеров кристаллитов борида титана с 3000 до ~100 нм, однако его кристаллическая структура сохраняется (рис. 1, а, б). Рентгеноструктурный анализ показал, что при активации в течение 2 мин в смесях формируются только механокомпозиты Fe/TiB_2 и W/TiB_2. В смеси с Fe параметры решеток компонентов смеси заметно увеличиваются по сравнению с исходными, что может быть обусловлено высокими значениями



а б

Рисунок 1 - Дифрактограммы механокомпозитов Fe/TiB_2 (а) и W/TiB_2 (б); МА 2 мин, Ar

микронапряжений, связанных с формированием дефектного состояния на поверхности частиц. В смеси с W параметры решеток компонентов смеси практически не изменяются по сравнению с параметрами исходных компонентов (Таблица 1).

Таблица 1 - Состав и структурные характеристики исходного TiB_2 и смесей Fe + TiB_2 и W + TiB_2, активированных в течение 2 мин.

№ п\п	Химический состав	Фазовый состав	Кристаллич. структура	Параметры решетки, нм
1	TiB_2 исх.	TiB_2	P6/mmm	*a*=0.3031, *c*=0.3229
2	Fe исх.	Fe	Im-3m	*a*=0.2867
3	W исх.	W	Im-3m	*a*=0.3164
4	Fe+TiB_2, МА 2 мин	TiB_2 Fe	P63/mmc Im-3m	*a*=0.3038, *c*=0.3237 *a*=0.2879
5	W+TiB_2, МА 2 мин	TiB_2 W	P6/mmm Im-3m	*a*=*b*=0.3030, *c*=0.3227 *a*=0.3165

По данным электронно-микроскопического исследования, в смеси порошков TiB_2 с Fe, активированной в течение 2 мин, наблюдаются частицы композитов Fe/TiB_2 с размерами от 1 до 20 мкм, состоящие из более мелких частиц. В смеси диборида титана с вольфрамом присутствуют частицы композитов W/TiB_2, представляющие собой агломераты (от ~0.5 до 15 мкм), состоящие из первичных частиц овально-сферической формы с размерами ~1 мкм.

Механокомпозиты Fe/B_4C и W/B_4C. В результате **м**еханической активации смесей Fe + B_4C и W + B_4C (масс. отн. = 50:50 вес.%) в течение 2 мин уменьшаются размеры кристаллитов карбида бора, при этом его кристаллическая структура не изменяется (рис. 2, а, б).

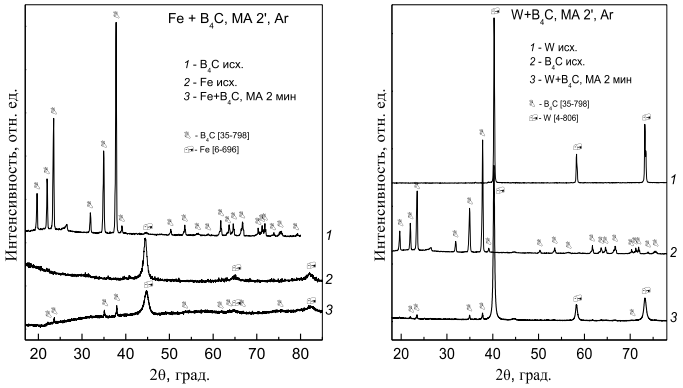


Рисунок 2 - Дифрактограммы механокомпозитов Fe/B_4C (а) и W/B_4C (б); МА 2 мин, Ar

В смеси карбида бора с железом при механической активации происходит химическое взаимодействие, в результате которого, кроме механокомпозитов Fe/B_4C, формируются карбиды бора сложного состава. В смеси $W + B_4C$ формируется только механокомпозит W/B_4C. Параметры решеток Fe и W в активированных смесях $Fe + B_4C$ и $W + B_4C$ практически не изменяются по сравнению с параметрами исходных компонентов (Таблица 2).

Таблица 2 - Состав и структурные характеристики исходного B_4C и смесей $Fe + B_4C$ и $W + B_4C$, активированных в течение 2 мин.

№ п\п	Химический состав	Фазовый состав	Кристаллич. структура	Параметры решетки, нм
1	B_4C исх.	C_1B_4 $C_{1.48}B_{13.77}$	R-3m R-3m	*a*=0.5628, *c*=1.211 *a*=0.565, *c*=1.2157
2	Fe-B_4C, МА 2 мин	$C_{36}B_{11.4}$ Fe	R-3m Im-3m	*a*=0.5589, *c*=1.1991 *a*=0.2866
3	W-B_4C, МА 2 мин	C_1B_4 W	R-3m Im-3m	*a*=0.5601, *c*=1.2080 *a*=0.31645

Электронно-микроскопический анализ смеси порошков B_4C с Fe, активированной в течение 2 мин, показал, что композиты Fe/B_4C представляют собой агломераты с размерами от ~0.5 до 50 мкм, их поверхности рельефны, т.к. состоят из более мелких частиц (~0.5 мкм). В активированной смеси B_4C с W формируются композитные частицы W/B_4C с размерами от ~0,5 до 30 мкм, являющиеся агломератами, состоящими из первичных частиц, по форме близких к овально-сферической (~1 мкм), поверхности частиц рельефны.

Все композиты, полученные в этой работе механохимическим методом, при нагревании до ~770 K не претерпевают каких-либо изменений.

Таким образом, механической активацией в шаровой планетарной мельнице сформированы высокодисперсные композиты Fe/TiB_2, W/TiB_2, Fe/B_4C и W/B_4C, которые могут быть использованы для создания полимерных композиционных материалов радиационной защиты от нейтронного и γ-излучений.

Работа выполнена в рамках совместного проекта БРФФИ-РФФИ при финансовой поддержке гранта БРФФИ №Т18Р-187 и гранта РФФИ № 18-53-00029.

СИСТЕМА РАННЕЙ ДИАГНОСТИКИ И ПОДАВЛЕНИЯ ПОВРЕЖДЕНИЙ, ВЫЗЫВАЮЩИХ КАТАСТРОФИЧЕСКУЮ ДЕГРАДАЦИЮ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ АЛЮМИНИЙ-МАГНИЕВЫХ СПЛАВОВ В УСЛОВИЯХ ПРОЯВЛЕНИЯ ЭФФЕКТА ПОРТЕВЕНА-ЛЕ ШАТЕЛЬЕ

Желтов М.А., Золотов А.Е., Казарцева Е.А., Шибков А.А.
Тамбовский государственный университет имени Г.Р. Державина, Тамбов, Россия, E-mail: shibkov@tsu.tmb.ru

Пластическая деформация кристаллических материалов является неустойчивой и неоднородной на макро-, микро- и наноуровне. На макроуровне неустойчивое прерывистое пластическое течение металлов проявляется в виде известных эффектов Портевена-Ле Шателье и низкотемпературной скачкообразной деформации металлов при криогенных температурах при постоянной скорости деформирования в жесткой испытательной машине, а также в виде менее известного эффекта Савара-Массона − появление повторяющихся скачков деформации − ступеней на кривой деформации амплитудой несколько процентов при нагружении с постоянной скоростью роста напряжения, или в условиях ползучести. Эффекты прерывистой деформации наиболее ярко проявляются в алюминиевых сплавах авиакосмической отрасли (Al-Mg, Al-Li, Al-Zn-Cu-Mg и др.). Каждый скачок напряжения или деформации сопровождается образованием и распространением полос макролокализованной деформации, что нежелательно в технологическом аспекте, так как приводит к внезапному разрушению сплава.

Возможные варианты решения этой проблемы определяют следующие направления: а) разработка системы ранней эмиссионной диагностики предвестников развития опасных механических неустойчивостей, способных вызывать внезапное разрушение алюминиевых сплавов; б) исследование возможности высокоскоростной синхронизации эмиссионных сигналов, генерируемых на стадии зарождения опасных дефектов с системой подавления (залечивания) этих дефектов внешними физическими полями (в том числе, с использованием систем автоматического распознавания различных повреждений по эмиссионным сигналам и выбора типа устройства, способного подавлять эти повреждения) с целью предупреждения развития катастрофических механических неустойчивостей. Один из методологических подходов к исследованию возможности подавления локализации пластической деформации в полосах алюминий-магниевого сплава в условиях неустойчивого пластического течения заключается в изучении условий возникновения и регистрации эмиссионных сигналов – предвестников катастрофической деградации механических свойств – для запуска устройств подавления или дробления макроскопических скачков деформации внешними силовыми устройствами.

Для тестирования такого подхода разработан комплекс методов in situ исследования скачкообразной деформации металлов и динамики деформационных полос и трещин, включающий: 1) стенд механических испытаний; 2) систему пассивного неразрушающего контроля и непрерывного мониторинга деформационных полос и трещин на базе эмиссионных методов обнаружения этих дефектов, включающая систему анализа временных рядов; 3) систему пространственно-временного мониторинга деформационных полос на базе высокоскоростной съемки в оптическом и инфракрасном (тепловидение) диапазонах, включающую блок цифровой обработки изображений; 4) импульсный генератор физического поля для подавления повреждений; 5) систему отрицательной обратной связи эмиссионного сигнала и генератора физического поля (см. рис. 1).

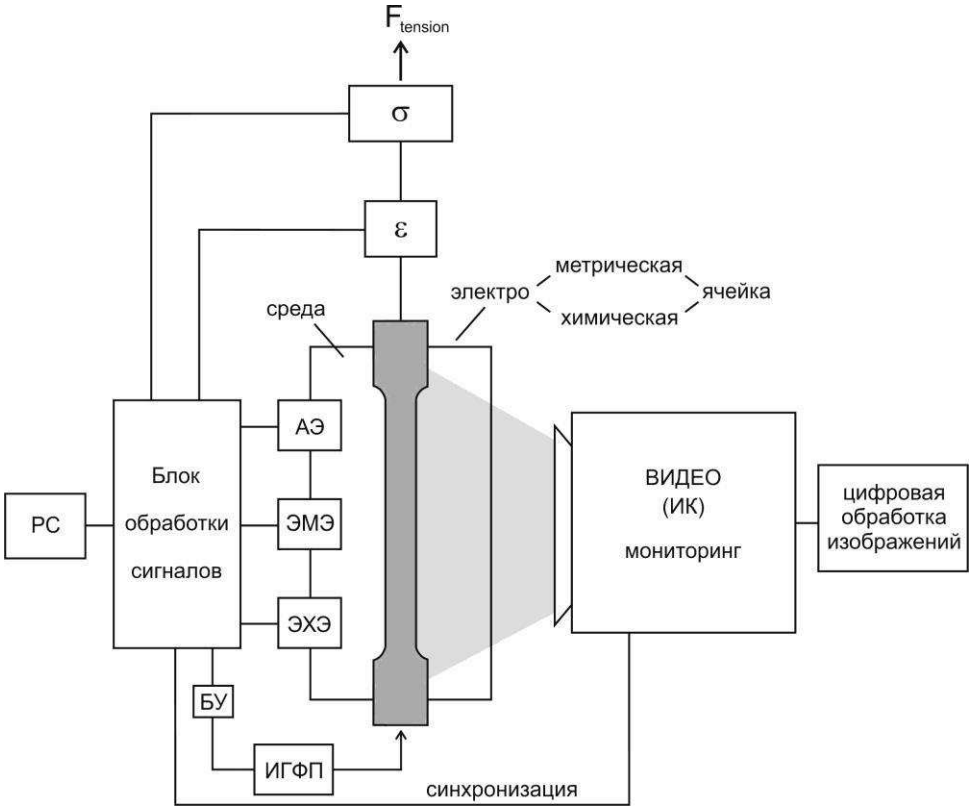


Рисунок 1 - Схема комплекса синхронизированных высокоскоростных in situ методов исследования скачкообразной деформации металлов и динамики деформационных полос, включающая систему высокоскоростного оптического (или ИК) мониторинга поверхности металла, электрометрическую (или электрохимическую) ячейку с датчиками акустической (АЭ), электромагнитной (ЭМЭ) или электрохимической (ЭХЭ) эмиссии при деформировании образца в газовой (или жидкой коррозионной) среде, систему измерения деформации ε, механические напряжения σ и блок усиления и цифровой обработки сигналов, которые через блок управления (БУ) запускают импульсный генератор физического поля (ИГФП), подавляющего деформационные полосы и скачкообразную деформацию

На этом комплексе была апробирована система синхронизации различных временных фаз развития пластических неустойчивостей с электромагнитным генератором импульса сжатия, вызывающим подавление макронеустойчивостей в растягиваемом образце с использованием акустического сигнала-предвестника развития деформационного скачка (рис. 2). Плоские образцы промышленного сплава АМг6 в виде двухсторонних лопаток деформировались в условиях прерывистой ползучести. Для исследования акустического отклика на прерывистую ползучесть образца 1 использовали акустический датчик 2, который укрепляли на неподвижной лопатке образца, связанной с базой (станиной испытательной машины). Канал регистрации сигнала АЭ состоял из широкополосного высокоомного предусилителя 3 (полоса пропускания 1-10^6 Гц), коммутатора 4, многоканального аналого-цифрового преобразователя (АЦП) 5 и компьютера 6. Сигналы АЭ, датчиков положения и усилия и сигнал скоростной видеокамеры 7 в виде меандра на частоте съемки синхронно записывались с помощью четырех каналов АЦП с тактовой частотой 100 кГц на канал. Скорость видеосъемки варьировали от 500 до 5000 кадр/с в зависимости от задач эксперимента (исследование различных стадий процесса полосообразования и т.д.).

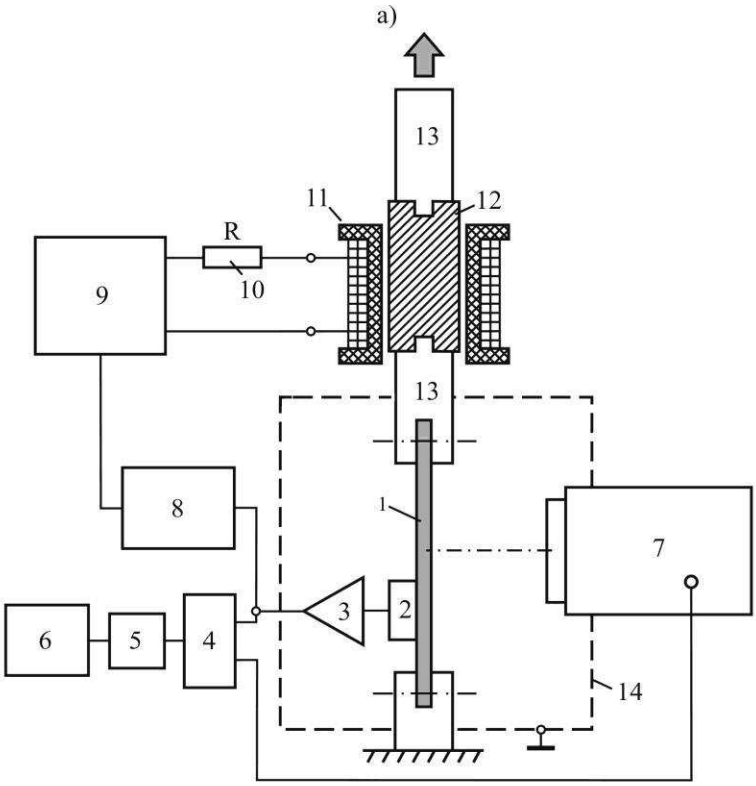


Рисунок 2 - Схема синхронизации акустического сигнала, связанного с зарождением первичной полосы с электромеханическим устройством подавления полосообразования и скачка деформации: 1 − образец, 2 − акустически датчик, 3 − предусилитель, 4 − коммутатор, 5 − АЦП, 6 − компьютер, 7 − видеокамера, 8 − блок управления, 9 − генератор прямоугольных импульсов тока, 10 − ограничительное сопротивление, 11 − катушка индуктивности, 12 − ферромагнитный (железный) шток, 13 − дюралюминиевый шток, 14 − экранированный корпус

Метод подавления деформационных скачков основан на схеме запуска от акустического сигнала (предвестника скачка деформации) блока 8 формирования прямоугольных импульсов тока (амплитудой ~10-100 А), который включает блок задержки на время t_g (1-100 мс) между запускающим дискретным сигналом АЭ и импульсом тока и генератор 9 прямоугольного импульса тока с заданной длительностью фронта t_{fr} (~ 1-10 мс) и крыши τ (~ 0.1-10 с), порядка и больше длительности деформационного скачка. Прямоугольные импульсы тока пропускались по катушке электромагнита 11, втягивающего ферромагнитный шток 12, который является составной частью подвижного штока 13 мягкой деформационной машины. Втягивание штока вызывает частичную разгрузку растягиваемого образца сразу после формирования первичной полосы, что, как предполагается, должно погасить скачок деформации.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (проект № 18-19-00304) с использованием оборудования ЦКП ТГУ им. Г.Р. Державина.

ВЛИЯНИЕ Mg НА МИКРОСТРУКТУРУ И ПРОЧНОСТНЫЕ СВОЙСТВА УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОГО СПЛАВА Al-Mg-Zr

Латынина Т.А.[1], Мурашкин М.Ю.[2,3], Валиев Р.З.[2,3], Орлова Т.С.[1,4]
[1]Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики, Санкт-Петербург, Россия
[2]Уфимский государственный авиационный технический университет Институт физики перспективных материалов, Уфа, Россия
[3]Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург, Россия
[4]Физико-технический институт им. А. Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия
t.latynina13@yandex.ru

Проводники на основе алюминиевых сплавов находят широкое применение в различных сферах промышленности благодаря их высокой электропроводности, коррозийной стойкости и легкости. Однако для электротехнических сплавов, используемых для линий электропередач, особенно важно сочетание высоких значений электропроводности и прочности при эксплуатации до температур 150–200 °C. В последнее время перспективными материалами для удовлетворения требованиям термостабильности этих функциональных свойств считаются алюминиевые сплавы, легированные 0.1-0.4 мас.% Zr [1]. Однако сплавы системы Al-Zr имеют невысокую прочность [1]. Методы интенсивной пластической деформации (ИПД) позволяют улучшить механические свойства Al-Zr сплавов [2], однако уровень прочности остается еще недостаточно высоким. Поэтому Mg был выбран в качестве второго легирующего элемента, так как известно, что его присутствие в сплавах Al значительно уменьшает средний размер зерна во время ИПД [3] и, соответственно, заметно повышает прочность материала.

Целью настоящей работы является детальное исследование влияния Mg на микроструктуру и функциональные свойства сплава Al-Mg-Zr, предварительно подвергнутого длительному высокотемпературному старению и последующей обработке интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК).

Исходный сплав Al-Mg-Zr (0.53Mg, 0.27Zr, примесей (Fe+Ti+V+Cr+Mn) ≤0.10 мас.%, ост. Al), полученный методом совмещенного литья и прокатки, был состарен при температуре 375 °C в течение 366 ч (далее образцы Al-Mg-Zr_ТО), структурирован ИПДК под давлением 2 ГПа на 10 оборотов при комнатной температуре (далее образцы Al-Mg-Zr_ТО_ИПДК).

Микроструктура образцов изучалась с помощью рентгеноструктурного анализа (РСА), дифракции обратнорассеянных электронов (ДОРЭ), просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Для исследования механических свойств проводились испытания на одноосное растяжение и измерялась микротвердость по методу Виккерса. Удельная электропроводность измерялась вихретоковым методом при комнатной температуре.

На рис. 1 представлены изображения ПЭМ и дифракционные картины, демонстрирующие типичную микроструктуру образцов Al-Mg-Zr_ТО и Al-Mg-Zr_ТО_ИПДК. Микроструктура сплава после длительного старения характеризуется крупными зернами со средним размером зерна ~2 мкм. В данном состоянии наблюдается большое количество наноразмерных частиц вторичной фазы со средним размером ~23 нм. После обработки ИПДК структура сплава становится ультрамелкозернистой (УМЗ), зерна принимают равноосную форму и их средний размер составляет ~400 нм. Количество частиц вторичной фазы после обработки ИПДК значительно уменьшается, рефлексы от нее на дифракционной картине отсутствуют.

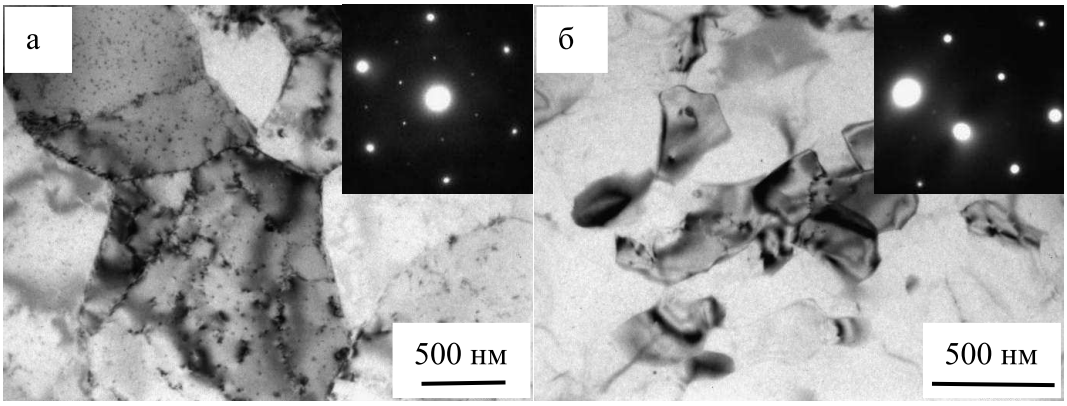


Рисунок 1 - Микроструктура сплава Al-Mg-Zr после ТО (а) и после ТО и ИПДК (б)

В таблице 1 приведены результаты ДОРЭ и РСА для сплава Al-Mg-Zr и для сравнения для сплава Al–0.4Zr (мас.%) [4] в для УМЗ состояниях. Можно отметить, что в сплаве Al-Mg-Zr значительно меньше средний размер зерна и в ~5 раз больше плотность дислокаций L_{dis}.

Таблица 1 - Микроструктурные данные по результатам ДОРЭ и РСА. d_{av} – средний размер зерна, $f_{\geq 15}$ – доля большеугловых границ зерен, D_{XRD} - средний размер областей когерентного рассеяния, $<\varepsilon^2>^{1/2}$ – уровень микроискажений кристаллической решетки, L_{dis} – плотность дислокаций.

	d_{av} (нм)	$f_{\geq 15}$ (%)	D_{XRD} (нм)	$<\varepsilon^2>^{1/2}$ (%)	L_{dis} ($м^{-2}$)	Ист.
Al-Mg-Zr_ТО_ИПДК	400±12	88	304±15	0.026±0.001	$1.0 \cdot 10^{13}$	-
Al-0.4Zr_ТО_ИПДК	945±17	78	310±10	0.006±0.002	$2.3 \cdot 10^{12}$	[4]

На рис. 2 показано изменение физико-механических свойств вследствие обработки ИПДК предварительно состаренного сплава Al-Mg-Zr. Значения прочностных свойств после ИПДК значительно увеличились: микротвердость (H_V) на ~130%, условный предел текучести ($\sigma_{0.2}^{\exp}$) на ~270%, предел прочности (σ_{UTS}) на ~200%, при этом пластичность (δ) значительно уменьшилась до ~2.7% и электропроводность (ω) понизилась на ~3.6% IACS.

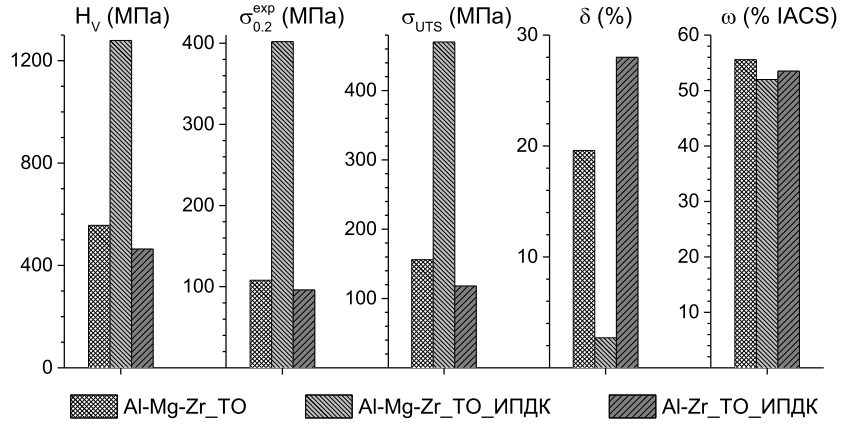


Рисунок 2 - Микротвердость (H_V), условный предел текучести ($\sigma_{0.2}^{\exp}$), предел прочности (σ_{UTS}), пластичность (δ) и электропроводность (ω) сплава Al-Mg-Zr до и после обработки ИПДК и сплава Al-0.4Zr после обработки ИПДК [4]

Для сравнения также приведены значения прочностных свойств и электропроводности для предварительно состаренного и обработанного ИПДК сплава Al-0.4Zr [4]. Видно, что легирование Mg даже в таком небольшом количестве как 0.53 мас.% привело к колоссальному увеличению прочности (рис. 2).

На основе микроструктурных данных были проведены оценки вкладов возможных механизмов в общее упрочнение, которое является их суперпозицией:

$$\sigma_{0.2}^{th} = \sigma_0 + \sigma_{SS} + \sigma_{dis} + \sigma_{GB} + \sigma_{Or} \quad (1)$$

где где σ_0=10 МПа – напряжение Пайерлса-Набарро для кристаллической решетки Al, σ_{SS}– твердорастворное упрочнение, σ_{dis} – дислокационное упрочнение, σ_{GB} – зернограничное упрочнение и σ_{Or} – упрочнение частицами вторичной фазы по механизму Орована. Вклады рассчитывались аналогично [4]. В таблице 2 приведены результаты полученных оценок для УМЗ сплавов Al-Mg-Zr и Al-0.4Zr [4] в сравнении с экспериментально измеренными значениями условного предела текучести. Видно, что колоссальное увеличение прочности Al-Mg-Zr_ТО_ИПДК сплава невозможно объяснить действием только традиционных механизмов упрочнения, характерных для крупнозернистого состояния. Известно, что Mg легко сегрегирует в ГЗ при обработке алюминиево-магниевых сплавов методами ИПДК [5]. По-видимому, и в случае Al-Mg-Zr сплава возможна сегрегация/нанопрецепитация магния в ГЗ в процессе обработки ИПДК, которая, наиболее вероятно, и приводит к дополнительному колоссальному упрочнению.

Таблица 2 - Теоретические оценки вкладов в упрочнение для УМЗ сплавов Al-Mg-Zr и Al-0.4Zr [4]

	σ_0 (МПа)	σ_{GB} (МПа)	σ_{SS} (МПа)	σ_{dis} (МПа)	σ_{Or} (МПа)	$\sigma_{0.2}^{th}$ (МПа)	$\sigma_{0.2}^{exp}$ (МПа)
Al-Mg-Zr_ТО_ИПДК	10.0	110.7	42.5*	24.2	122.0 *	309.4	401.5
Al-0.4Zr_ТО_ИПДК	10.0	72.0	4.5	11.3	-	97.8	97.7

* – оценены максимально возможные значения вкладов, то есть твердорастворный вклад рассчитан в приближении, что все легирующие элементы находятся в твердом растворе, а вклад по механизму Орована в приближении, что все атомы Zr находятся в частицах Al_3Zr, обеспечивающих максимальное дисперсионное упрочнение.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 19-08-00474.

Литература

1. Belov N.A. et al. Effect of Zr additions and annealing temperature on electrical conductivity and hardness of hot rolled Al sheets //Transactions of Nonferrous Metals Society of China. – 2015. – Т. 25, №. 9. – С. 2817-2826.
2. Orlova T. S. et al. Influence of severe plastic deformation on microstructure, strength and electrical conductivity of aged Al-0.4 Zr (wt.%) alloy //Reviews on Advanced Materials Science. – 2018. – Т. 55. – №. 1-2. – С. 92-101.
3. Gubicza J. et al. Effect of Mg addition on microstructure and mechanical properties of aluminum //Materials Science and Engineering: A. – 2004. – Т. 387. – С. 55-59.
4. Orlova T.S. et al. Effect of annealing on microstructure, strength and electrical conductivity of the pre-aged and HPT-processed Al-0.4 Zr alloy //Journal of Alloys and Compounds. – 2019. – Т. 784. – С. 41-48.
5. Sauvage X. et al. Atomic-scale analysis of the segregation and precipitation mechanisms in a severely deformed Al–Mg alloy //Acta Materialia. – 2014. – Т. 72. – С. 125-136.

НАНОСТРУКТУРНЫЕ ЭЛЕМЕНТЫ В ПЛЁНКАХ НИТРИДА УГЛЕРОДА, ЛЕГИРОВАННЫЕ ОКСИДОМ ЕВРОПИЯ

Шемченко Е.И., Лихтенштейн И.Я., Глазунова В.А.
ГУ «Донецкий физико-технический институт им.А.А.Галкина», г.Донецк
shemal@km.ru

Методами электронной микроскопии исследованы плёнки нитрида углерода, легированные оксидом европия, полученные с помощью магнетрона постоянного тока - CN_x:Eu_yO_z. Получены ПЭМ-изображения плёнок CN_x:Eu_yO_z на просвечивающем электронном микроскопе JEM200A.

Обычно для получения плёнок нитрида углерода не применяется магнетрон постоянного тока, так как его диапазон устойчивой работы требует хорошо проводящей мишени, металла, а углерод является полупроводником, то сложность подбора необходимых параметров, обычно являлась чрезмерной для получения образцов необходимого качества. Также традиционно легирующая примесь в виде редкоземельных металлов вводилась в углеродные плёнки в виде чистого металла [1-5]. При этом, кислород и азот необходимые для оптимального лигандного окружения люминесцирующего центра, вводили либо ионной имплантацией, либо отжигом в соответствующей атмосфере. В первом случае это приводило к деградации структуры, во втором к химическому травлению плёнок, и в целом к очень скромным результатам. Магнетрон постоянного тока при соответствующей модернизации позволяет полностью обойти эти ограничения.

Пленки нитрида углерода CN_x, легированного трёхвалентным оксидом европия Eu_2O_3, получали методом магнетронного распыления планарной комбинированной мишени магнетроном постоянного тока в атмосфере чистого азота на вакуумной установке ВУП-5М.

Мощность магнетрона постоянного тока не превышал 20 Вт при индукционной стабилизации плазмы разряда и давлении азота в рабочем объёме от 90 до 120 мТорр.

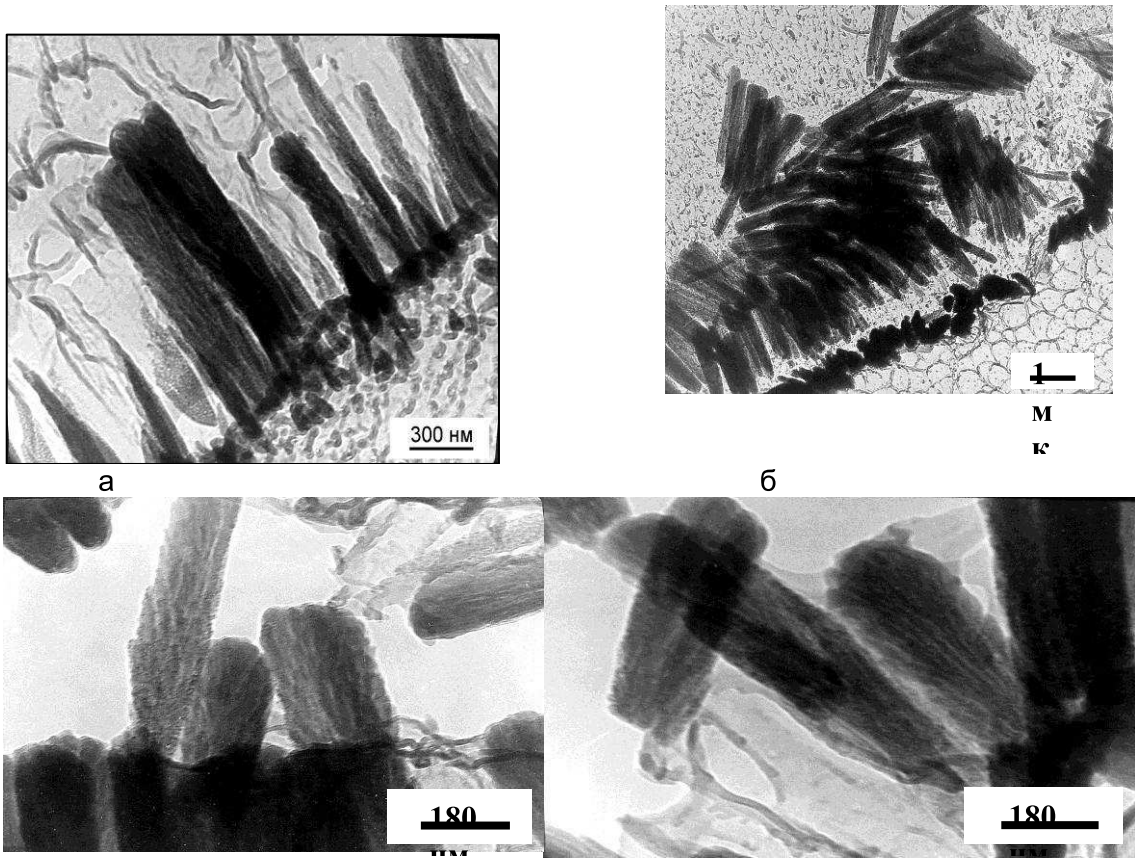
Комбинированная мишень представляла собой пластину химически чистого графита, в которой в зоне максимального разряда были просверлены несквозные отверстия диаметром 2 мм, заполненные подготовленным трёхвалентным оксидом европия. Мелкодисперсный порошок Eu_2O_3 сильно гигроскопичен, и абсорбированная вода в процессе распыления углеродной мишени активно реагирует с распыляемым углеродом, тем самым полностью стравливая растущую плёнку. Таким образом, возникает необходимость убрать абсорбированную воду. Учитывая, что оксид европия может иметь на одну собственную молекулу до 14 молекул абсорбированной воды, порошок компактировался в условиях всестороннего гидростатического сжатия, и отжигался при непрерывной откачке не хуже 10^{-5} Торр при температуре от 300^0 до 400^0 С.

В качестве подложек применялись полированные пластины гадолиний-галлиевого граната и покровные стёкла для оптической микроскопии. Подложки предварительно проходили двухступенчатую очистку в химически чистых этиловом, изопропиловом спиртах и парах изопропилового спирта. Финальную очистку поверхности подложки непосредственно перед процессом выращивания плёнки осуществляли аргоновой плазмой тлеющего разряда.

Больше поверхность подложки никак специально не подготавливалась для роста наноструктур. Подложкодержатель разогревался штатным радиационным нагревателем установки ВУП-5М, температура подложек при этом варьировалась в пределах 200^0-250^0 С для различных образцов. Время роста пленок также варьировалось от 0,5 до 1,0 часа.

ПЭМ-изображения плёнок CN_x:Eu_yO_z были получены методами просвечивающей электронной микроскопии с помощью микроскопа JEM200A фирмы «JEOL».

Характерные ПЭМ-изображения плёнок CN_x:Eu_yO_z, полученных методами просвечивающей электронной микроскопии, приведёны на рис.1:



а б

в д

Рисунок 1- Характерные ПЭМ-изображения плёнок CN_x:Eu_yO_z,

Рисунок 1а - торец плёнки CN_x:Eu_yO_z, в верхнем левом углу соответственно поверхность плёнки, а в нижнем правом углу поверхность подложки.

Рисунок 1б,в и г - отдельные пучки наноколонн, удалённых из массива плёнки при различных масштабах

Плёнки состоят из расширяющихся к поверхности роста пучков наноколонн, диаметром около 20 нм, и длиной до 1200 нм, то есть на всю толщину образца.

На рис.1 а приведено ПЭМ-изображение торца плёнки нитрида углерода. В верхнем левом углу соответственно поверхность плёнки, а в нижнем правом углу поверхность подложки. Хорошо видно, что плёнка состоит из плотно прилегающих к друг другу пучков наноколонн.

На Рис.1 б,в и г, приведены ПЭМ-изображения отдельных пучков наноколонн, удалённых из массива плёнки при различных масштабах.

Отдельный пучок наноколонн образует хорошо заметную ветвистую структуру, то есть количество наноколонн у поверхности плёнки и у поверхности подложке в пучке может быть разным. Соответственно, длина отдельной наноколонны не обязательно составляет всю толщину плёнки, а может быть меньше.

Необходимо отметить, что переходной слой в системе подложка-плёнка не обнаруживается, что обусловлено либо его отсутствием, либо малой толщиной, выходящей за пределы разрешения электронного микроскопа.

Литература.

1. *Kenichi Ohno, Joseph Heremans, Charles F. de las Casas, Bryan A. Myers, Benjamin J, Aleman, Ania C. Bleszynski Jayich, David D*, Appl. Phys. Lett., T105, 052406 (2014).

2. *Goeckner M.J., Goree J.A., Sheridan T.E.(Jr)*, IEEE. Trans. Plasma Sci, PS-19, 301 (1991)/

3. *Haberland H et al*, Phys. Rev. Lett., 69, 3212 (1992).

4. *Haberland H et al*, J.Vac.Sci.Technol. A, 10, 3266 (1992).5. *Haberland H et al*, Mater. Sci. Eng. B, 19, 31 (1993).

ОБРАТИМАЯ ДЕФОРМАЦИЯ СПЛАВА $Ti_{40,7}Hf_{9,5}Ni_{44,8}Cu_5$ В ПРОЦЕССЕ ИЗОТЕРМИЧЕСКОГО ПРЕВРАЩЕНИЯ ПОД ПОСТОЯННОЙ НАГРУЗКОЙ

Демидова Е.С.[1], Беляев С.П.[1], Реснина Н.Н.[1], Шеляков А.В.[2]
[1]*Санкт-Петербургский Государственный Университет, Санкт-Петербург, Россия*
[2]*Национальный Исследовательский Ядерный Университет «МИФИ», Москва, Россия*
e-mail: lena-demi@yandex.ru

К настоящему моменту установлено, что в некоторых сплавах с эффектом памяти формы на основе TiNi возможна реализация прямого мартенситного превращения в условиях выдержки при постоянной температуре. С другой стороны, известно, что реализация мартенситного перехода при охлаждении под нагрузкой сопровождается изменением деформации, которая полностью восстанавливается при последующем нагревании. Можно предположить, что прямое мартенситное превращение, происходящие в изотермических условиях под нагрузкой, также будет сопровождаться обратимым изменением деформации, однако это не было исследовано. В связи с этим, целью данной работы стало изучение изменения деформации при реализации прямого мартенситного превращения в условиях изотермической выдержки сплава $Ti_{40,7}Hf_{9,5}Ni_{44,8}Cu_5$ под разными нагрузками и при последующем нагреве.

Для изучения деформации, связанной с изотермическим переходом, эксперименты проводили по следующей методике. Образец нагревали и охлаждали в температурном интервале мартенситных превращений под нагрузкой σ, которую выбирали в интервале от 80 МПа до 390 МПа и определяли температуры, при которых происходит изменение деформации: M_s^σ, M_f^σ – при охлаждении и A_s^σ, A_f^σ – при нагревании. Затем образец охлаждали до температуры выдержки T*, которая была как выше, так и ниже температуры M_s^σ, выдерживали при постоянной температуре 60 минут и нагревали до температуры выше A_f^σ. На третьем этапе образец охлаждали до T* и сразу же нагревали до температуры выше A_f^σ. Изотермически накопленную деформацию определяли как разницу между накопленной деформацией на втором и третьем этапах.

Результаты работы показали, что в условиях изотермической выдержки под нагрузкой происходит дополнительное накопление деформации. При этом вся деформация, в том числе изотермически накопленная, была полностью обратима, при последующем нагреве. Обнаружено, что в процессе выдержки деформация монотонно возрастает со временем до насыщения. Величина максимальной деформации зависит от температуры выдержки и величины нагрузки. Увеличение напряжения приводит к росту максимального значения изотермически накопленной деформации ε^{iso}_{max}. Обнаружено, что зависимость ε^{iso}_{max} от температуры выдержки немонотонна и достигает своего максимума внутри температурного интервала $M_s^\sigma \div M_f^\sigma$. Максимум изотермически накопленной деформации был достигнут в условиях выдержки под нагрузкой 390 МПа при температуре 80°С и составил 3,2 %.

Работа выполнена при поддержке Российского Фонда Фундаментальных Исследований (грант № 18-38-00362мол_а).

СВОЙСТВА ПЛЕНОК КОБАЛЬТА НА ПРОФИЛИРОВАННОЙ ПОВЕРХНОСТИ КЕРАМИЧЕСКОЙ ПОДЛОЖКИ НА ПРИМЕРЕ ЦИРКОНАТА-ТИТАНАТА СВИНЦА

Серокурова А.И.[1], Букжелева Т.А. [1], Поддубная Н.Н. [2]
1. Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по материаловедению, Минск
2. Институт технической акустики Национальной академии наук Беларуси, Витебск, Беларусь
E–mail: serokurova@ifttp.bas-net.by

В настоящее время большой интерес представляют слоистые структуры ферромагнетик/сегнетоэлектрик. Обнаруженный в них магнитоэлектрический (МЭ) эффект проявляется намного сильнее, чем в объемных композиционных материалах [1]. Это позволяет создавать на их основе энергонезависимые устройства взаимного преобразования магнитной и электрической энергии (например, датчики магнитных полей), а также устройства хранения и считывания информации.

В слоистых структурах, получаемых методами спекания или склеивания [2], МЭ взаимодействие между ферромагнитным (ФМ) и сегнетоэлектрическим (СЭ) слоями является неоднородным по толщине, поскольку области электрического и магнитного упорядочения пространственно разнесены и непосредственный их контакт осуществляется лишь на границе металл /керамическая подложка.

В слоистых структурах ферромагнетик /сегнетоэлектрик, получаемых ионно-лучевыми методами, вследствие специфического влияния ионного луча возникает сильная адгезия слоя ФМ металла к СЭ подложке. Благодаря этому существуют интенсивные МЭ взаимодействия, которые сосредоточены в очень узкой области порядка 0,01 толщины СЭ подложки по обе стороны от границы раздела и классифицируются как интерфейсный МЭ эффект [3], а сама слоистая структура является упруго-связанной.

При изготовлении поперечных резов гетероструктур металл/сегнетоэлектрик могут наблюдаться разрывы поверхности ЦТС в виде отслоения толщиной 10 мкм. Такая область – область наибольшего взаимодействия распространяется на глубину до 10 мкм и определяет толщину области МЭ эффекта. В работе [4] был сделан вывод об интерфейсной природе МЭ эффекта и показано, что область наибольшего взаимодействия распространяется на глубину до 10 мкм и определяет толщину области МЭ эффекта. Поэтому актуальным является вопрос об увеличении глубины взаимодействия компонентов, и соответственно увеличении МЭ эффекта. В настоящей работе исследуются образцы гетероструктур Co /ЦТС с профилированной на микронном уровне в латеральном и вертикальном направлении поверхности ЦТС (PZT), полученные прямым осаждением слоев кобальта методом ионно-лучевого распыления/осаждения через маску алюминия периодом 14 мкм.

СЭ керамика на основе цирконата - титаната свинца (ЦТС) состава $PbZr_{0,45}Ti_{0,55}O_3$ синтезировалась в виде таблеток диаметром 8 мм и толщиной 400 мкм по стандартной технологии методом твердофазных реакций [3]. Поверхность образцов обрабатывалась методами механохимического полирования и ИЛРО. Профиль поверхности был создан методом литографии. Пленки кобальта формировались методом ионно-лучевого распыления через маску алюминия мишени кобальта ионами аргона с энергией 1600 эВ и Плотностью тока пучка 0.25 мА/см^2 в рабочем вакууме не хуже 0.1 Па аналогично [4]. МЭ измерения проводились при комнатнойn температуре в постоянном и переменном магнитных полях по методике, описанной в [5].

Внешний вид гетероструктуры Co /ЦТС с профилированной поверхностью приведен на рисунке 1. На поверхности подложки видно наличие границ зерен и пустот, формируемых в керамических образцах при их синтезе, которые являются неустранимыми дефектами. Как видно из рис 2., структурное несовершенство керамической подложки наследуются осажденной пленкой.

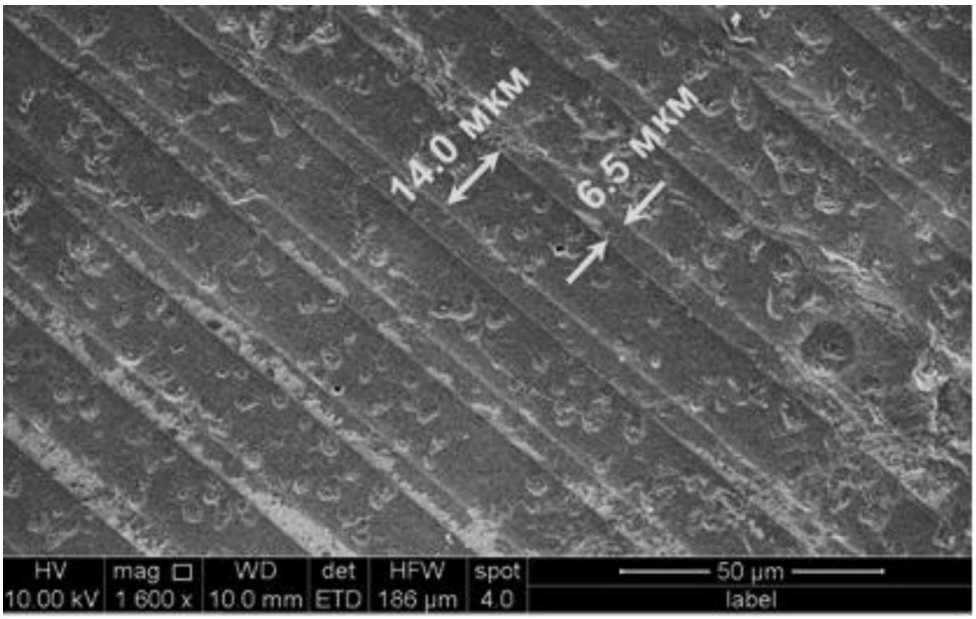


Рисунок 1 - Изображение поверхности гетероструктуры Co/PZT с профилированной геометрией подложки.

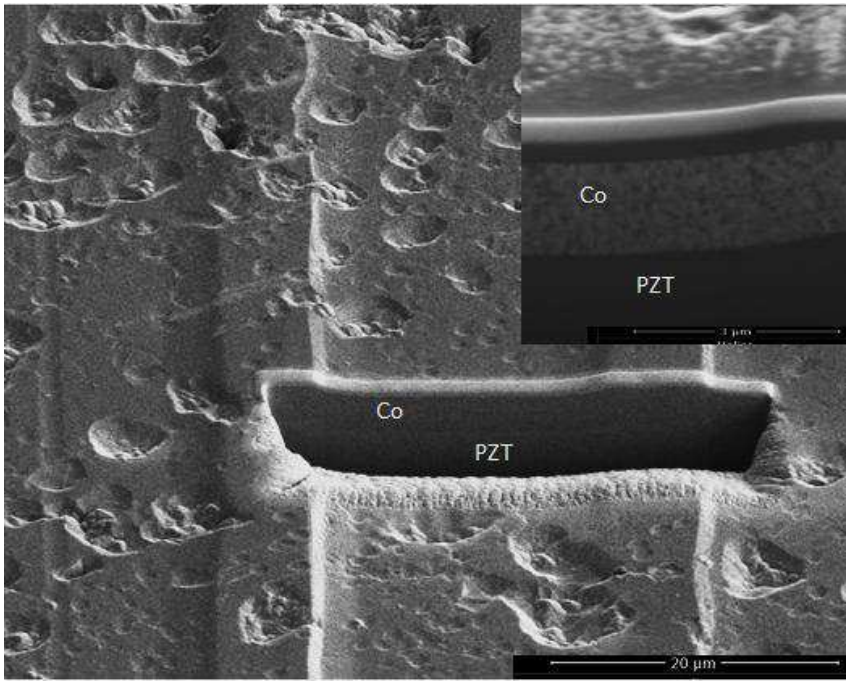


Рисунок 2 - Поперечный срез гетероструктуры PZT /Co с профилированной поверхностью подложки

За величину магнитоэлектрического эффекта принималось значение магнитоэлектрического коэффициента по напряжению α. Результаты исследования полевой зависимости линейного низкочастотного МЭ эффекта в полученных структурах представлены на рисунке 3.

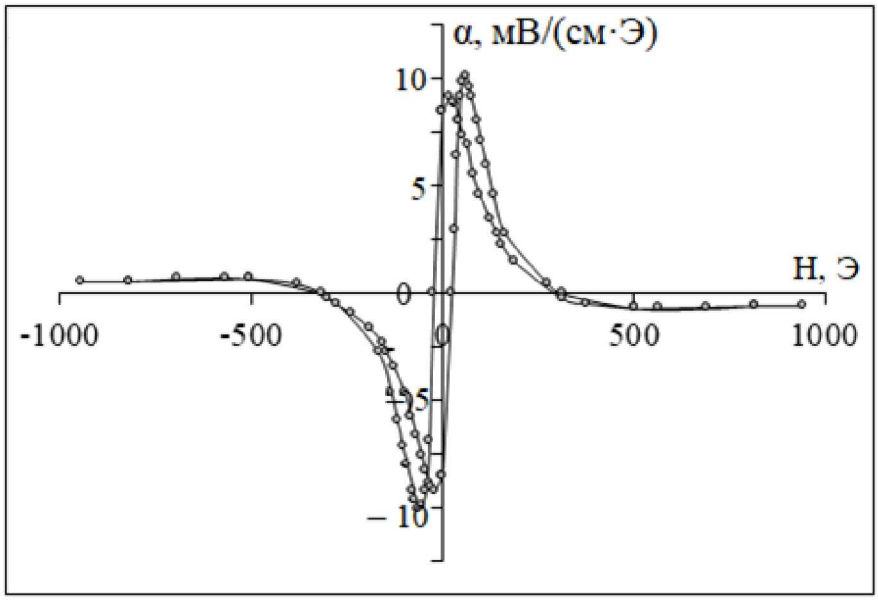


Рисунок 3 - Величина магнитоэлектрического эффекта в гетероструктурах Co/PZT с профилированной геометрией подложки.

Как видно из представленных зависимостей, создание гетероструктур, состоящих из слоя ферромагнетика нанесенного на подложку сегнетоэлектрика с профилированным рельефом ее поверхности позволяет увеличить низкочастотный магнитоэлектрический эффекта до 10 мВ/(см×Э), по сравнению со структурами описанными в работах [3], величина низкочастотного магнитоэлектрического эффекта составляет 4 мВ/(см×Э). Создание профиля с латеральным шагом равным глубине взаимодействия, и с вертикальным шагом равным толщине пленки Co позволяет нивелировать естественные дефекты поверхности подложки и получить сплошные и однородные по толщине ФМ слои. Однородные и сплошные слои легче намагничиваются чем неоднородные в феромагнитном отношении.

Полученные результаты перспективны для получения активных элементов автономных источников электрической энергии и датчиков магнитных полей.

Литература

1. А.П. Пятаков, А.К. Звездин, УФН, 182, 5, 593 (2012).

2. Л.Ю. Фетисов, Ю.К. Фетисов, Н.С. Перов, Д.В. Чашин, ЖТФ, 81, 4, 56 (2011).

3. А.И. Стогний, Н.Н. Новицкий, В.А. Кецко, С.А. Шарко, Н.Н. Поддубная, В.М.Лалетин,

А.В. Беспалов, О.Л. Голикова, М.Н. Смирнова, Л.Ю. Фетисов, А.О. Титова, Неорганические материалы. 52, 10, 1141 (2016).

4. А.И. Стогний, Н.Н. Новицкий, С.А. Шарко, А.В. Беспалов, О.Л. Голикова, A. Sazanovich,V. Dyakonov, H. Szymczak, В.А. Кецко Неорганические материалы 50, 3, 303 (2014).

5. В.М. Лалетин, А.И. Стогний, Н.Н. Новицкий, Н.Н. Поддубная, ПЖТФ, 40, 21, 71 (2014).

ЭФФЕКТЫ ИМПУЛЬСНЫХ ВОЗДЕЙСТВИЙ ТОКА И УЛЬТРАЗВУКА В СПЛАВАХ С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ

[1]Столяров В.В., [1]Фролова А.В., [2]Царенко Ю.В., [2]Рубаник В.В.
[1]Институт машиноведения РАН, Москва, Россия, vlstol@mail.ru
[2]Институт технической акустики НАН Беларуси, Витебск, Беларусь

В сплавах с термоупругим мартенситным превращением деформационно-термические методы обработки в сочетании с импульсным током (ИТ) или ультразвуковым (УЗ) воздействием позволяют существенно повысить технологические и эксплуатационные свойства, однако механизм такого воздействия недостаточно изучен. Для чистой меди было показано, что комбинация электропластического (ЭПЭ) и акустопластического (АПЭ) эффектов, может оказывать заметное влияние на дислокационную подвижность и деформационное поведение материала. Целью данной работы было исследование деформационного поведения при растяжении сплавов $Ti_{50-x}Ni_{50+x}$ в аустенитном и мартенситном состояниях при последовательном воздействии импульсного тока и ультразвука.

Объектом исследования были сплавы с памятью формы в аустенитном ($Ti_{49.3}Ni_{50,7}$) и мартенситном ($Ti_{50.0}Ni_{50.0}$) состояниях при комнатной температуре в форме проволоки диаметром ∅ 1,5 мм после закалки от 800 °С с размером зерен ~ 50 мкм. В соответствии с сертификатом качества, температурами начала мартенситного ($M_н$) и окончания аустенитного ($A_к$) превращений для сплава $Ti_{49.3}Ni_{50,7}$ являются $M_н$ = 6 °С и $A_к$ = 26 °С, а для сплава $Ti_{50.0}Ni_{50.0}$ $M_н$ = 45 °С и $A_к$ = 75 °С, соответственно. Растяжение выполняли при 20 °С на испытательной машине ИР 5081-20. При растяжении импульсный ток и ультразвуковые колебания в различной последовательности вводили в образец на разных стадиях деформации и фиксировали амплитуду скачка напряжений от ЭПЭ или АПЭ эффекта. Режимы импульсов тока и ультразвука были выбраны так, чтобы наблюдаемые эффекты были соизмеримы по интенсивности: для тока – частота 0,8 – 1 кГц, плотность тока j=150 А/мм^2, длительность импульса τ = 100 мкс; для ультразвука – частота 20 кГц, длительность 1 с, амплитуда 5 и 20 мкм.

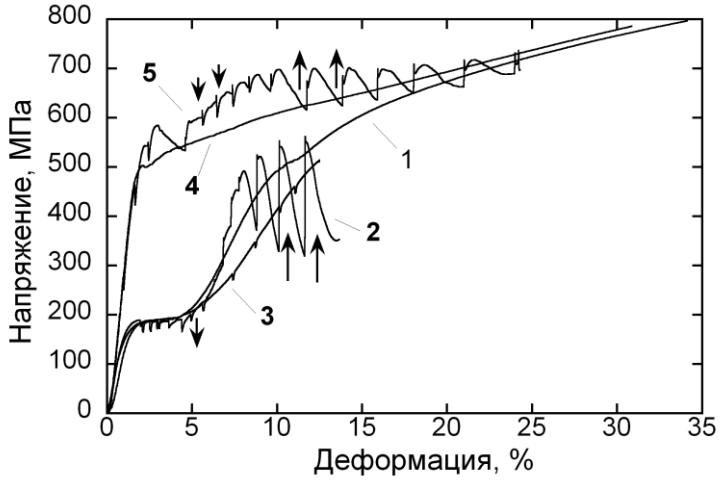


Рисунок 1 - Деформационное поведение сплавов $Ti_{50.0}Ni_{50}$:
1 - исходный, 2 – с током, 3 – с УЗ и $Ti_{49.3}Ni_{50,7}$: 4 – исходный,
5 – с током.
Стрелками указаны соответствующие скачки «вверх» и «вниз».

Для *мартенситного сплава* $Ti_{50.0}Ni_{50.0}$ введение одиночных ИТ приводит к разным эффектам: к ЭПЭ (скачки «вниз», $\Delta\sigma \sim 10\text{-}25$ МПа) на стадии переориентации мартенсита и к ЭПФ (скачки «вверх», $\Delta\sigma \leq 200$ МПа) на стадии деформационного упрочнения, а также к заметному уменьшению относительного удлинения до разрушения (рис.1, кривая 2). В отличие от тока, введение УЗ не приводит к проявлению ЭПФ на всей области кривой (рис.1, кривая 3). При их одновременном воздействии наблюдается преимущественное влияние тока по сравнению с УЗ.

В *аустенитном сплаве* $Ti_{49.3}Ni_{50,7}$ введение одиночных ИТ также приводит к последовательному проявлению ЭПЭ и ЭПФ и сохранению высокой пластичности (рис.1, кривая 5). Применение одновременного воздействия тока и УЗ приводит к резкому охрупчиванию и разрушению практически в упругой области.

Таким образом, раздельное и совместное воздействие тока и УЗ в сплавах с памятью формы стимулирует проявление ЭПЭ и АПЭ эффектов, величина которых зависит от типа сплава, режимов воздействия и области деформации кривой растяжения.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 16-58-48001 ИНД_оми и проекта БРФФИ № Т16Р-152.

ОСОБЕННОСТИ ПРОЯВЛЕНИЯ ТРИП ЭФФЕКТА В МЕТАСТАБИЛЬНОЙ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ ПРИ НИЗКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ

Фролова А.В.[1], Угурчиев У.Х.[1],Терентьев В.Ф.[2], Столяров В.В.[1]
[1]ИМАШ РАН, Москва, Россия, vlstol@mail.ru
[2]ИМЕТ РАН, Москва, Россия

Метастабильные аустенитные ТРИП стали, в которых мартенситное превращение индуцировано деформацией, давно используются для изготовления ответственных деталей для автомобилей и вертолетов. Большое количество внешних и внутренних факторов влияют на мартенситное превращение и, следовательно, на ТРИП эффект, который заключается в одновременном повышении прочности и пластичности таких сталей. Традиционно деформационное поведение ТРИП сталей изучают в условиях растяжения при комнатной температуре, которая выше температуры M_s (в отсутствие напряжения) остаточного аустенита. Однако для ряда применений важно представлять температурную зависимость механических свойств, в частности в области низких температур. В этом случае появляется возможность по виду кривых растяжения определить температуру M_s^{σ} (в присутствие напряжений). Настоящее исследование направлено на изучение температурной зависимости ТРИП эффекта в области отрицательных температур на механические свойства и фазовый состав метастабильной аустенитной ТРИП стали.

Исследовали ленту толщиной 0,3 мм из стали ВНС9-Ш (23Х15Н5АМ3-Ш). Лента получена холодной прокаткой горячекатаного подката за несколько переходов с промежуточной термической обработкой. Степень холодной прокатки на последнем переходе для получения ленты толщиной 0,3 мм составляла 38 – 40%.

Испытания на растяжение стандартных плоских образцов (размер рабочей части 0,3х2,5х15 мм) выполняли при различных температурах в диапазоне -120…25 °С на горизонтальной испытательной машине ИР 5081-20 при деформировании со скоростью деформации $\dot{\varepsilon}= 8{,}3\text{x}10^{-4}$ c^{-1} (скорость перемещения захвата 1 мм/мин). Перед растяжением к закрепленному в захватах образцу снизу подводили камеру в форме трубы с вырезанным окном, где он охлаждался погружением в жидкий азот в течение 3 мин. Установка необходимой температуры осуществлялась в парах жидкого азота, а ее регулирование в процессе растяжения достигалось изменением расстояния до поверхности образца в интервале 1 ÷ 5 см в зависимости от температуры испытания. При необходимости по мере испарения азота производили его долив. Контроль температуры осуществляли контактным измерителем температуры UT321 с прикрепленной в центре расчетной длины образца хромель-алюмелевой термопарой с точностью ± 5°С. Фазовый состав образцов определяли методом рентгеноструктурного анализа (РСА) в CuK_{α}–излучении с помощью рентгеновского дифрактометра Rigaku Ultima IV; точность определения составляла около 5 % об. РСА выполняли вдали от места окончательного разрушения и области сопряжения лопатки с рабочей частью образца.

Вид разрушения образцов при испытании на растяжение характеризуется отсутствием шейки и происходит преимущественно отрывом.

На рис.1 представлены кривые «напряжение-деформация» для стали ВНС9-Ш в диапазоне температур от комнатной до – 120°С. Причиной незначительного отклонения модуля упругости (кривая 1 с одной стороны и кривые 2,3,4 – с другой) может быть связана с различием в жесткости системы «захваты-образец» при комнатной и отрицательных (-20…-120°С) температурах испытания. Вид кривых растяжения указывает на существенное отличие в коэффициенте деформационного

упрочнения образцов при комнатной (рис.1, кривая 1) и отрицательных (рис.1, кривые 2,3,4) температурах. У образца при комнатной температуре наблюдается выраженный ТРИП эффект - низкий коэффициент деформационного упрочнения и высокая пластичность за счет обратного фазового превращения А → $М_д$. У образцов при отрицательных температурах коэффициент деформационного упрочнения повышается с деформацией, как и относительное удлинение. Это может свидетельствовать о частичном проявлении ТРИП эффекта на ранних стадиях деформации. Вид кривой 4, имеющей максимальный коэффициент упрочнения и являющейся типичной для стабильного аустенита, а также некоторое снижение пластичности могут свидетельствовать об отсутствии ТРИП эффекта при температурах ниже – 100 °С. Отметим наличие зуба текучести, предшествующего площадке текучести, на кривых 1, 2 и 3. В работе [1] наличие зуба и площадки текучести у метастабильных аустенитных сталей системы Ni-Cr-Mn-Mo-Si авторы объяснили особенностями механизма пластической деформации: реализуются все три бездиффузионных механизма - скольжение, двойникование и мартенситное превращение. В работе [2] было отмечено, что у ТРИП стали ВНС9-Ш в чисто аустенитном и чисто мартенситном состояниях на кривых растяжения не наблюдается физический предел текучести [2], что согласуется с исчезновением зуба текучести при понижении температуры деформации до – 120 °С (рис.1, кривая 4) и тенденцией роста количества альфа-фазы (мартенсита) (рис.2).

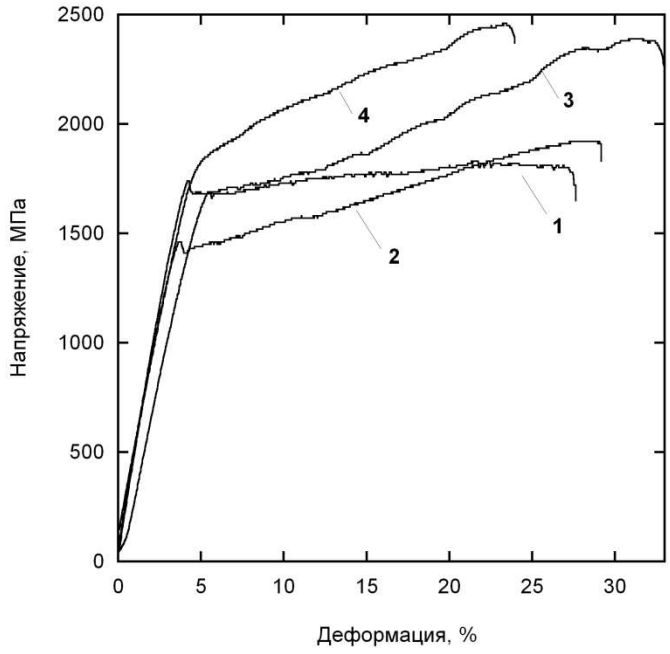


Рисунок 1 - Кривые «напряжение-деформация» для стали ВНС9-Ш при температуре растяжения: 23 °С (1); -20 °С (2); -100 °С (3); -120 °С (4)

На рис.2 представлена зависимость предела прочности ($\sigma_в$), относительного удлинения (δ) и содержания альфа-фазы (α) стали ВНС9-Ш от температуры растяжения. Отмечается заметное увеличение прочности и слабо выраженный рост пластичности с понижением температуры испытания.

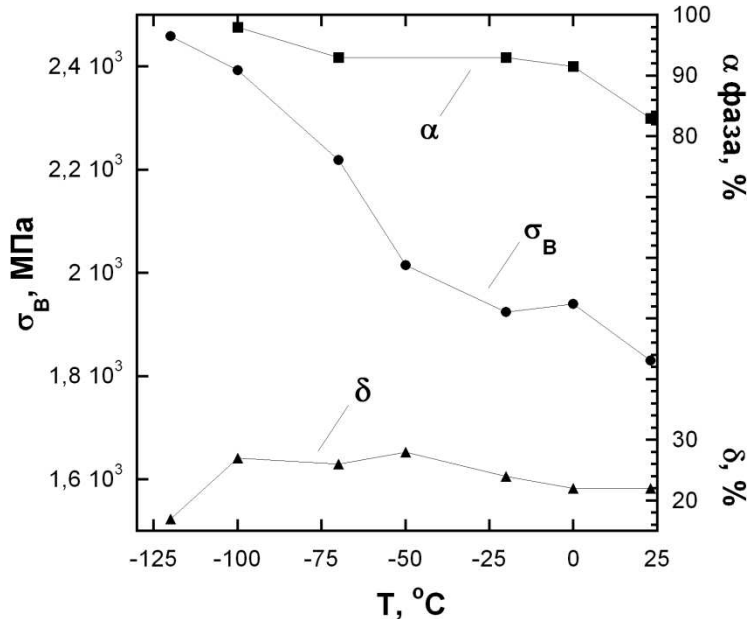


Рисунок 2 - Зависимость предела прочности ($\sigma_в$), относительного удлинения (δ) и содержания альфа-фазы (α) стали ВНС9-Ш от температуры растяжения

Таким образом, вид кривых растяжения при комнатной и отрицательных температурах отличается вкладом ТРИП эффекта и коэффициентом деформационного упрочнения, что, по-видимому, свидетельствует об изменении действующих механизмов деформации. Зуб текучести исчезает при температурах ниже - 100 °С. Предел прочности, как и количество альфа-фазы, растет при понижении температуры растяжения, при этом относительное удлинение сохраняется на достаточно высоком уровне (~ 20-25 %). Вид кривых и уровень полученных свойств могут свидетельствовать об уменьшении вклада ТРИП эффекта при пониженных температурах испытания и его исчезновении при температурах ниже – 120 °С.

Благодарности *Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ в рамках проекта № 16-58-48001 ИНД_оми.*

Литература

1. Вираховский Ю.Г., Георгиева И.Я., Гуревич Я.Б., Замбржицкий В.Н., Максимова О.П., Ногаев М.А., Утевский Л.М., Энтин Р.И. Использование мартенситного превращения, вызывваемого деформацией, для повышения пластичности аустенитных сталей, упрочненных темплым наклепом // ФММ. 1971. Т. 32. № 2. С. 348 – 363.

2. Чернов Д.К. Обобщение по поводу некоторых новых наблюдений при обработке стали (Доклад в Русском металлургическом обществе 10 марта 1884 года) // Журнал Русского металлургического общества. Петроград. 1915. № 1. С. 115-123.

ЭЛЕКТРОСОПРОТИВЛЕНИЕ НАНОКОМПОЗИТНОЙ КЕРАМИКИ Al_2O_3 / ГРАФЕН

Столяров В.В.[1,2], Фролова А.В.[1,2], Жолнин А.Г.[2], Суджанская И.В.[3]
[1]ИМАШ РАН, Москва, Россия, vlstol@mail.ru
[2]МИФИ, Москва, Россия
[3]БГТУ, Белгород, Россия

Спеченный оксид алюминия Al_2O_3 обладает высоким модулем упругости, прочностью на сжатие, твердостью, химической термической стабильностью. Однако хрупкость, низкие вязкость разрушения и транспортные свойства (электро- и теплопроводность) позволяют отнести этот вид керамики к диэлектрикам и теплоизоляционным материалам, конструкционное применение которых в ряде случаев ограниченно. В последние годы многими исследованиями показано, что одним из потенциальных способов устранения указанных недостатков является добавление в состав керамики различных форм углерода – графита, нанотрубок, фуллерена и др. Как было показано, особая роль принадлежит графену [1, 2]. Цель работы - исследование влияния содержания графена на электросопротивление нанокомпозитной керамики на основе оксида алюминия.

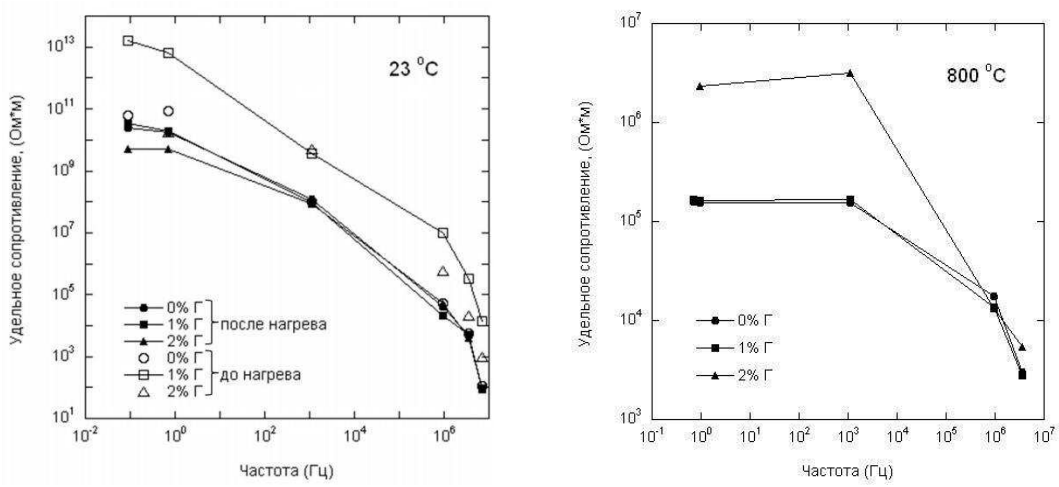
Нанопорошок δ-Al_2O_3, полученный окислением дисперсного алюминия в воздушной плазме, был заметно агломерирован и состоял из частиц средним размером 36 нм. Графен получен методом ультразвуковой эксфолиации фирмой Graphene-tech (Испания) и представлял собой неокисленные чешуйки, толщина и латеральный размер которых равны 3 нм и 2-3 мкм, соответственно. Чешуйки содержали до 5 слоев графена.

Композит получали путем механического перемешивания порошковой смеси с содержанием графена 1 и 2 вес.% в диметилформамиде с применением ультразвукового диспергатора Sonicator Q500 с последующей сушкой, измельчанием порошка в ступке и спарк-плазменного спекания (СПС) на установке Labox-625 в вакууме 10 Па при скорости нагрева 100 ^oC/мин и 10-минутной выдержке при 1550^oC. В процессе нагрева при температуре около 1250 ^oC метастабильная фаза δ-Al_2O_3 необратимо переходила в термодинамически стабильную фазу α-Al_2O_3 (корунд) с изменением типа кристаллической решетки и уменьшением ее объема.

Электросопротивление композита измеряли в атмосфере воздуха в интервале температур 20 - 800 °C и частот переменного тока 10^{-1} – 10^7 Гц с использованием импедансного спектрометра NOVOCONTROL CONCEPT-43 (Германия), оснащенного платиновыми контактами, при скорости нагрева/охлаждения - 0.5 град/мин и точности регулирования температуры ±0,1 °C. Для измерения электросопротивления были получены образцы в виде таблеток диаметром 15 мм, толщиной 1,5 мм, на торцы которых с обеих сторон наносили электроды из серебряной пасты.

Общим в поведении образцов с графеном и без него является снижение удельного электросопротивления на 8-9 порядков при повышении частоты тока (рис.1) и в 2-10 раз при нагреве (рис.2). Вид обеих зависимостей электросопротивления связан с поляризацией диэлектрика и указывает на преимущественно действующий механизм ионной проводимости. Отмечается заметное влияние нагрева, после которого удельное электросопротивление при комнатной температуре уменьшается на два порядка по сравнению с образцом до нагрева (рис.1а). Этот эффект может быть связан как с залечиванием структурных дефектов, так и с релаксацией термических напряжений, возникших при спекании под давлением и возвратом к более равновесному состоянию композита. Наиболее интересным экспериментальным

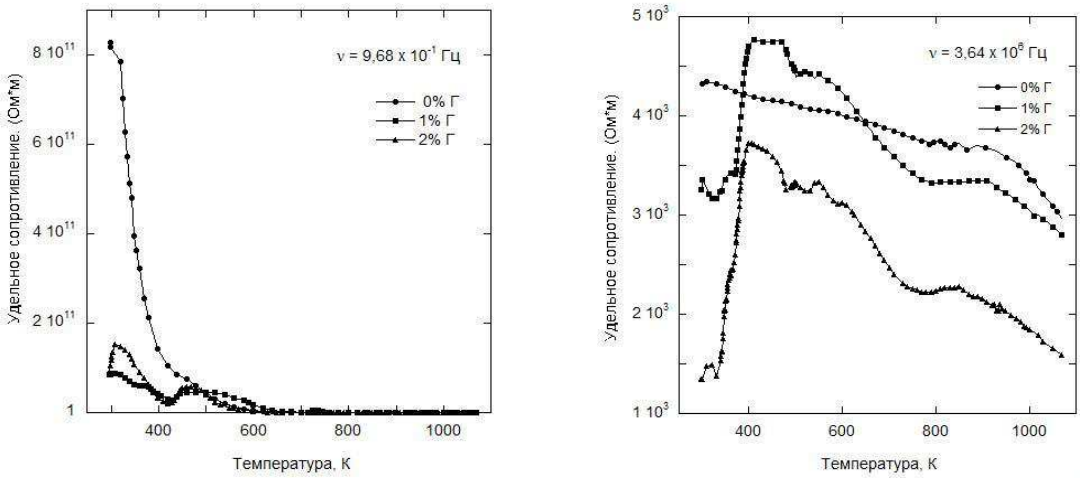
фактом является влияние добавок графена на удельное электросопротивление, которое зависит от температуры измерения и частоты тока. Поведение и абсолютные значения электросопротивления для образцов с 1 вес.% графена и без графена практически одинаковы (рис.1а, б). Заметные изменения в удельном электросопротивлении появляются для образцов с 2 вес.% Г, поведение которых при комнатной и повышенной (800 °С) температурах противоположно и наиболее выражено при низких частотах. Так, удельное электросопротивление образца с 2 вес.% Г для температур 23 и 800 °С, соответственно, на порядок ниже и выше по сравнению с образцами без графена и с 1 вес.% Г. Это может свидетельствовать о появлении вклада электронной проводимости в образце с 2 вес.%Г, температурная зависимость которой противоположна температурной зависимости ионной проводимости.



а б

Рисунок 1 - Влияние частоты тока на удельное электросопротивление при комнатной (а) и 800 °С (б) температурах

Температурная зависимость удельного электросопротивления на рис.2 для разных содержаний графена подтверждает это предположение. Введение графена (рис.2 а, б)



а б

Рисунок 2 - Влияние температуры на удельное электросопротивление при низкой (а) и высокой (б) частоте и разном содержании графена

в несколько раз снижает удельное сопротивление при низких температурах и частотах (рис.2а) и формирует восходящую ветвь температурной зависимости удельного

электросопротивления в интервале от комнатной до 400-500 К при высоких частотах (рис.2б).

Таким образом, показано, что в области низких температур и низких частот повышение содержания графена в композите Al_2O_3 / графен способствует снижению электросопротивления и появлению вклада металлической электропроводимости. С повышением частоты и температуры вклад ионной проводимости возрастает и полностью нивелирует роль графена.

Благодарности. Работа выполнена при поддержке Минобрнауки России, проект № 11.1957.2017/4.6 (получение компактов композита) и грант РНФ № 16-19-10213 (исследование электросопротивления).

Литература

1. Klyatskina E. A., Borrell A., Grigoriev E. G. Zholnin A. G., Salvador M. D., Stolyarov V. V., Structure features and properties of graphene/Al2O3 composite // J. of Ceram. Soc&Tech. 2018 9(3) 215-224.

2. A.S. Bolinches, E. Klyatskina, E.F.S. López, A. Zholnin, V. Stolyarov, Electroconductivity of Al2O3/graphene nanocomposite processed by SPS technique // International Conference on Synthesis and Consolidation of Powder Materials (SCPM-2018). Book of papers, 2018, pp. 21-25, DOI: 10.30826/SCPM201.

ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРНОГО ИНТЕРВАЛА ТЕРМОЦИКЛИРОВАНИЯ НА ЭФФЕКТЫ ПАМЯТИ ФОРМЫ И НЕОБРАТИМУЮ ДЕФОРМАЦИЮ В СПЛАВЕ TiNi

Сибирев А.В., Беляев С.П., Реснина Н.Н.
Санкт-Петербургский государственный университет,Санкт-Петербург, Россия
E-mail: alekspb@list.ru

Сплавы с памятью формы широко применяются в качестве материала рабочего тела линейных приводов, мартенситных двигателей или других устройств многократного действия. Однако многократные теплосмены в температурном интервале мартенситных превращений приводят к изменению параметров мартенситных превращений: изменяются температуры мартенситных превращений и величины эффектов памяти формы, наблюдается накопление необратимой деформаций. В результате меняются рабочие характеристики привода, что является нежелательным в процессе эксплуатации устройств. В предыдущих исследованиях установлено, что термоциклирование в интервале температур неполного прямого [1] или обратного мартенситного превращений [2] позволяет уменьшить накопление необратимой деформации и снизить влияние термоциклирования на параметры мартенситных превращений. В таком случае разумно было предположить, что термоциклирование в температурном интервале неполного прямого и обратного мартенситных превращений позволит получить более стабильные функциональные свойства рабочего тела из сплава с эффектом памяти формы. Таким образом, цель настоящего исследования заключалась в том, чтобы исследовать влияние доли температурного интервала мартенситного превращения, реализованной в каждом термоцикле, на накопление необратимой деформации, величины эффектов памяти формы и температуры мартенситных превращений.

Цилиндрические образцы из сплава $Ti_{50}Ni_{50}$ закаливали от 850 °C (15 мин) в воде и отжигали при 500 ° C в течение 2 часов. После термической обработки сплав претерпевал B2↔B19′ превращения при температурах $M_н = 63$ °C, $M_к = 36$ °C, $A_н = 66$ °C, $A_к = 91$ °C. Для того, чтобы исследовать влияние доли термоцикла на функциональные свойства сплава TiNi, образцы нагружали до 50 или 200 МПа при температуре 120 °C и подвергали 20 термоциклам в интервале температур неполных мартенситных превращений, таким образом, чтобы во время охлаждения и нагрева реализовывалось бы 100, 80, 60 или 50% температурного интервала прямого и обратного превращения. По полученным зависимостям деформации от температуры измеряли величины эффектов памяти формы, температуры мартенситных превращений и необратимую деформацию. После оценки результатов, выбирали оптимальный интервал термоциклирования, обеспечивающий минимальное накопление необратимой деформации при высоких величинах эффектов памяти формы.

Работа выполнена при поддержке гранта президента РФ для молодых кандидатов наук МК-1437.2019.8

Литература

1. Belyaev S., Resnina N., Sibirev A. Peculiarities of residual strain accumulation during thermal cycling of TiNi alloy // J. Alloys Compd. Elsevier B.V., 2012. Vol. 542. P. 37–42.
2. Sibirev A., Belyaev S., Resnina N. Softening process during reverse martensitic transformation in TiNi shape memory alloy // J. Alloys Compd. Elsevier B.V, 2016. Vol. 661. P. 155–160.

ДЕФОРМАЦИЯ ПРИ ИЗОТЕРМИЧЕСКОМ ПРЕВРАЩЕНИИ В СПЛАВЕ Ti-51,0 ат. % Ni

Иванов А.М.[1], Беляев С.П.[1], Реснина Н.Н.[1], Андреев В.А.[2,3]
[1]Санкт-Петербургский Государственный Университет, Санкт-Петербург, Россия
[2]ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ», Москва, Россия
[3]Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва, Россия
E-mail: ileavenovasky@gmail.com

Ранее было показано, что закаленный сплав с памятью формы $Ni_{51}Ti_{49}$ испытывает прямое мартенситное превращение в изотермическом режиме при выдержках при температурах, как внутри температурного интервала прямого перехода, так и вне этого интервала. Кинетика этого явления была хорошо изучена, однако функциональные свойства сплавов с памятью формы в условиях изотермической выдержки исследованы не были. В связи с этим, целью настоящей работы явилось изучение изменения деформации в условиях выдержки при постоянной температуре сплава $Ni_{51}Ti_{49}$ под постоянным напряжением.

В качестве объектов исследования были выбраны проволочные образцы сплава $Ni_{51}Ti_{49}$ диаметром 1,5мм, которые закалили от 850℃ (10 мин) в воде и дополнительно термоциклировали 100 раз в интервале температур от -196℃ до 100℃ чтобы стабилизировать свойства сплава. После указанной обработки сплав испытывал термоупругое мартенситное превращение B2 ↔ B19’ при температурах $M_н$ = -43℃, $M_к$ = -63℃ (температуры начала и конца прямого превращения), $A_н$ = -24℃, $A_к$ = -9℃ (температуры начала и конца обратного превращения). Для изучения изменения деформации во время изотермической выдержки эксперименты проводили в три этапа. На первом этапе образец нагружали напряжением σ (50 ÷ 300 МПа) в высокотемпературном состоянии, а затем охлаждали и нагревали через полный температурный интервал мартенситных переходов. На втором этапе образец под напряжением σ охлаждали до температуры выдержки и сразу же нагревали. На третьем этапе образец под напряжением σ охлаждали до температуры выдержки, выдерживали при постоянной температуре 60 минут и нагревали. Изменение деформации за время выдержки определяли как разницу между деформацией, накопленной на третьем и втором этапах. Температуры выдержки выбирали внутри и снаружи температурного интервала прямого мартенситного превращения, определенного при охлаждении сплава под нагрузкой.

Показано, что в условиях изотермической выдержки при постоянной нагрузке происходит накопление деформации в сплаве $Ni_{51}Ti_{49}$. Поскольку величина эффекта памяти формы в случае охлаждения и нагревания с промежуточной выдержкой существенно больше, чем эта величина в эксперименте без выдержки, можно сделать вывод, что она связана с термоупругим мартенситным превращением, которое происходит при изотермической выдержке. Для всех температур выдержки было обнаружено, что деформация монотонно возрастает со временем. Максимальный прирост деформации в процессе изотермической выдержки наблюдали при температуре выдержки внутри температурного интервала прямого мартенситного перехода.

Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда (грант №18-19-00226).

АНИОННАЯ ВАКАНСИЯ В 001-ПЛАСТИНЕ ТЕТРАГОНАЛЬНОГО ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ МЕТОДОМ DFT

Токий Н.В., Токий В.В., Гребенюк Н.А.
ГУ Донецкий физико-технический институт им. А.А.Галкина, Донецк, Украина, nvt1976@mail.ru

Первопринципные квантово-механические расчеты симметричных и асимметричных поверхностей пластин тетрагонального стабилизированного иттрием диоксида циркония вместе с экспериментальными исследованиями влияния на эти поверхности и их электрофизические свойства приповерхностной атмосферы привлекают внимание исследователей по настоящее время, например [1-5], в частности, в [5] начато теоретическое рассмотрение нового параметра управления электрофизическими свойствами тетрагонального иттрием стабилизированного диоксида циркония - одноосного сжатия в направлении 001, получены зависимости изменения полной энергии от положения иттрия в нормальном, сжатом и сверхсильно сжатом состояниях.

Целью настоящей работы является начать теоретическое рассмотрение еще одного дефекта, управляющего электрофизическими свойствами пластины тетрагонального иттрием стабилизированного диоксида циркония - анионной вакансии.

Для изучения анионной вакансии в тетрагональном диоксиде циркония нами была построена атомная модель ячейки пластины диоксида циркония. В качестве ячейки выбран прямоугольный параллелепипед с ребрами $\vec{a} \times \vec{b} \times \vec{c}$, длина которых составляет *a* = *b* = 9.64728151559 bohr, *c* =58.59655136769 bohr (1 Borh = 0.5291772108 Angstroms). Базисный вектор для ядра атома s в ячейке можно записать в виде $\vec{\tau}_s = \tau_a^s \vec{a} + \tau_b^s \vec{b} + \tau_c^s \vec{c}$. Ячейка для моделирования анионной вакансии тетрагонального диоксида циркония состоит из 41 атома (13 атомов циркония, 1 атом иттрия, 27 атомов кислорода).

Моделирование проведено в рамках теории функционала плотности (DFT) [6-8]. Мы использовали ABINIT [9] для реализации DFT [6], в приближении локальной плотности (LDA) для энергии обменной корреляции электронов, Troullier-Martins псевдопотенциал для Zr, O, Y, а энергии обрезания для плоских волн - 60 Ha. Моделирование было проведено на DFT уровне с помощью abinit-инструмента nanoHUB [10-12].

Почти все решеточные динамические свойства твердых тел могут быть получены из знаний о полной энергии (E_{tot}) твердых тел в зависимости от атомных позиций. (Термин "полная энергия", используемый здесь, относится к общей энергии системы замороженных ядер. Кинетической энергией ядер пренебрегали.)

Полная энергия кристалла в теории псевдопотенциалов выражена следующим образом:

$$E_{tot} = E_{kin} + E_{loc} + E_{nonloc} + E_{corr-core} + E_H + E_{xc} + E_{Ew}$$

где E_{kin} - кинетическая энергия валентных электронов.

Энергию взаимодействия валентных электронов с ионным остовом составляют:

E_{loc} - локальная,

E_{nonloc} - нелокальная и

$E_{corr-core}$ - энергия коррекции ионного остова.

Энергию взаимодействия валентных электронов между собой составляют:

E_H - Энергия Хартри валентных электронов и

E_{xc} - Обменно-корреляционная энергия валентных электронов.

Наконец классическая электростатическое кулоновское взаимодействие ионных остовов атомов ячейки друг с другом обозначена как E_{Ew} - энергия Эвальда.

Получены зависимости всех составляющих полной энергии ячейки с тетрагональной иттрием стабилизированной пластиной диоксида циркония для различных положений анионной вакансии, когда атом иттрия находится в центральном слое $(0.25a, 0.25b, 11/24c)$. Изменение полной энергии представлено на рисунке 1.

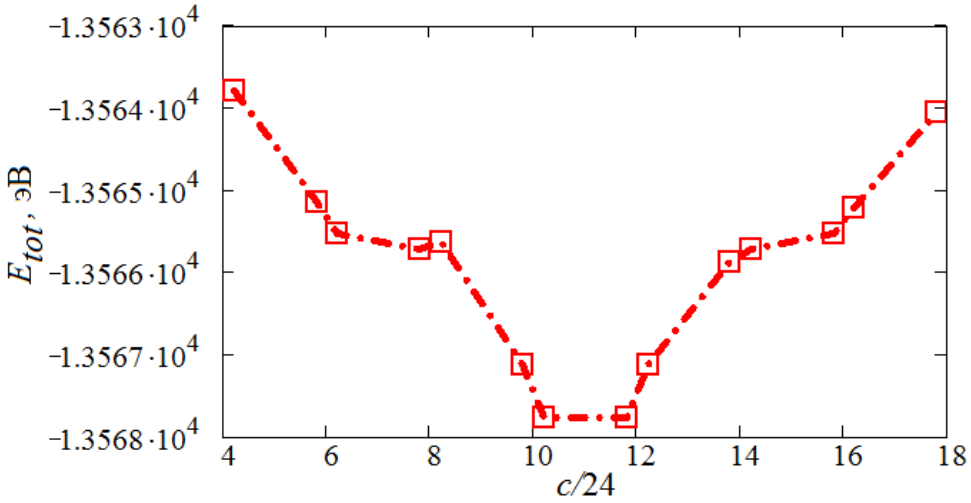


Рисунок 1 - Изменение полной энергии ячейки с тетрагональной пластиной диоксида циркония для различных положений анионной вакансии

Полученное распределение электронной плотности в ячейке с иттрием в середине пластины и различных положений анионной вакансии позволило рассчитать послойное распределение электронной плотности по направлению $\vec{c}$. На рисунке 2 представлено послойное распределение электронной плотности с анионной вакансией на поверхности пластины, когда атом кислорода отсутствует в положении $(0a, 0.5b, 4/24c)$, а атом иттрия находится в центральном слое $(0.25a, 0.25b, 11/24c)$.

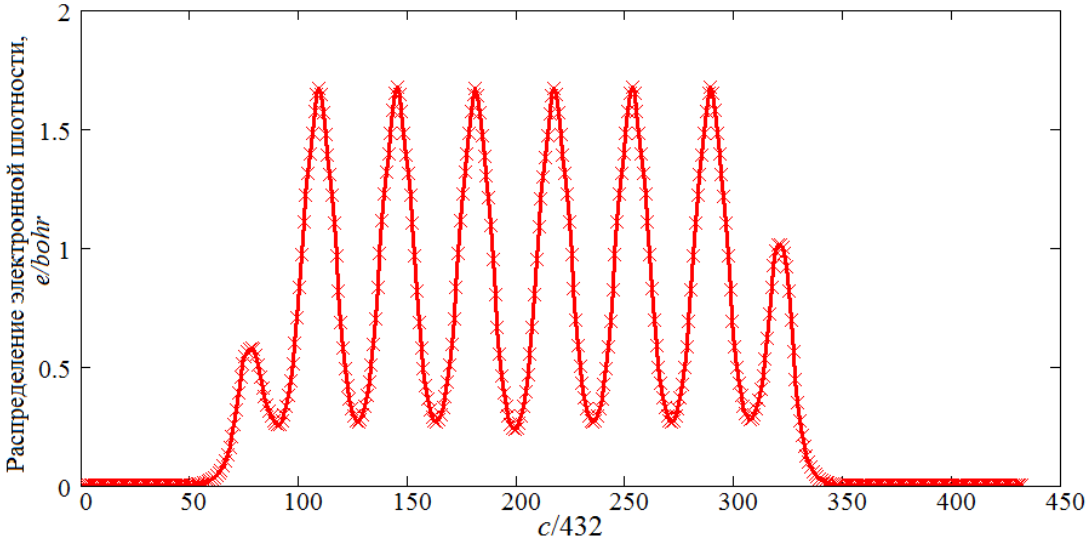


Рисунок 2 - Послойное распределение электронной плотности по направлению $\vec{c}$ в ячейке с иттрием в середине пластины и анионной вакансией на ее поверхности

На рисунке 3 представлено послойное распределение электронной плотности по направлению $\vec{c}$ в ячейке с иттрием в середине пластины $(0.25a, 0.25b, 11/24c)$ и анионной вакансией вблизи него $(0.5a, 0.5b, 11.796/24c)$.

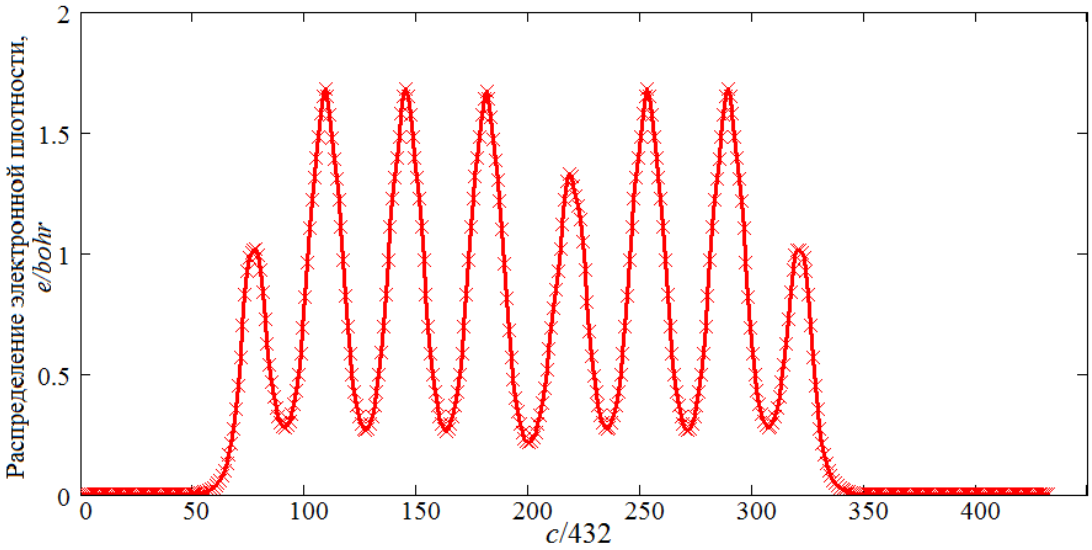


Рисунок 3 - Послойное распределение электронной плотности по направлению $\vec{c}$ в ячейке с иттрием в середине пластины и анионной вакансией вблизи иттрия

Анализ полученных результатов свидетельствует, что наличие в пластине диоксида анионной вакансии, а также ее положение является эффективным параметром управления структурой и электрофизическими свойствами, что подтверждает выводы, полученные нами ранее [13,14] как в рамках упругого подхода, так и в квантовомеханических расчетах методом сильной связи.

Литература

1. Dominic T.Chaopradith, David O. Scanlon, Charles Richard Catlow// Journal of Physical Chemistry C 119 (39), pp. 22526(2015).

2. Andreas Eichler and Georg Kresse// Phys. Rev. B 69, 045402-1-17/(2004) DOI: 10.1103/PhysRevB.69.045402

3. T. Merle-Mejean P. Barberis S. Ben Othmane, F. Nardou and P. E. Quintard. // Journul of the European Ceramic Sociefy 18 (I1) 1579-1586(1998)

4. Dominik Eder, Reinhard Kramer// Phys. Chem. Chem. Phys., 4, 795(2002).

5. Н.А.Гребенюк, Н. В.Токий, В. В.Токий, А.И.Любчик// Сборник тезисов докладов «Современные проблемы гуманитарных и естественных наук». /Под ред. А.Д. Гладкой, Д.И. Измайловой – Донецк, ГО ВПО ДонНУЭТ имени Михаила Туган - Барановского, No3. – с. 26-28.(2017)

6. P. Hohenberg, W. Kohn// Phys. Rev. 136 (1964) 864B.

7. N.V.Tokiy, D.L.Savina, V.V. Tokiy// Тезисы международной конференции «Нано-биофизика: фундаментальные и прикладные аспекты». – Киев, 2011. – С. 157.

8. N.V.Tokiy, D.L.Savina, V.V.Tokiy// Materials of Mediterranean-East-Europe Meeting “Multifunctional Nanomaterials (NanoEuroMed 2011)”.- Uzhgorod.-C.165-166.(2011)

9. http://www.abinit.org

10. Nanohub tools at http://www.nanohub.org.

11. Gerhard Klimeck et al, Computing in Science and Engineering, vol. 10, N 5, pp. 17-23, (2008).

12. Palaria, X. Wang, B. Haley, M Mannino, G. Klimeck, "ABINIT on nanoHUB".

13. Н.В. Токий, Б.И. Перекрёстов, Д.Л. Савина, И.А. Даниленко// ФТТ. 53, вып. 9, 1732 (2011).

14. Б.И. Перекрестов, В.В. Токий, Н.В. Токий, Г.К. Волкова// ФТТ. 56, вып. 4, 647 (2014).

ФОРМООБРАЗОВАНИЕ ИЗДЕЛИЙ ИЗ НИТИНОЛОВОЙ ПРОВОЛОКИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ УЛЬТРАЗВУКА

Савченко А.Л.[1], **Минченя В.Т.**[1], **Рубаник В.В.мл**[2]
[1]*Белорусский национальный технический университет, Минск, Беларусь, andrewk@tut.by*
[2]*Институт технической акустики НАН Беларуси, Витебск, Беларусь*

Качество упругого элемента из нитинола во многом определяется технологическим процессом. Режимы некоторых технологических операций, таких, например, как механическая или термическая обработка упругого элемента из нитинола, оказывают прямое влияние на упругие и прочностные свойства материала, а следовательно, и на рабочие характеристики упругого элемента.

Анализ конструкций изделий медицинского назначения показал, что применение традиционных технологий при изготовлении элементов и деталей конструкций не всегда приводят к положительным результатам из-за особых свойств нитиноловых материалов. Так изготовление сложных зигзагообразных элементов для стентграфтов, требует предварительного формирования формы изгибов на специальных оснастках. На этих оснастках нитиноловая проволока должна быть натянута на множество выступов и затем произведена термообработка для формирования памяти формы. Из-за сверхупругости нитинола и значительного трения в зонах изгиба нитиноловой проволоки на выступах невозможно обеспечить равномерное натяжение проволоки. При обычном натяжении и дальнейшем отжиге при высокой температуре нитиноловая проволока теряет упругие свойства и проседает, при этом радиус изгиба увеличивается.

Применение метода предварительного охлаждения приспособления и нитиноловой проволоки частично решает задачу обеспечения копирования приспособления. Если приложить небольшое механическое усилие, изделию из нитинола в охлажденном мартенситном состоянии можно придать любую конфигурацию. Она будет сохраняться до тех пор, пока предмет не нагреют до температуры начала аустенитного превращения, и в процессе нагрева до температуры завершения аустенитного превращения нитинол не перейдет в аустенитную фазу, полностью восстанавливая прежнюю форму и реализуя при этом эффект памяти формы. Однако при сложных конструкциях и малых радиусах изгиба, а также большого числа изгибов из-за трения в зонах контакта нитинол-выступ приспособления невозможно обеспечить хорошее и надежное копирование заданной приспособлением формы.

Нами разработано ультразвуковое устройство, с помощью которого при предварительном натяжении на нитиноловую проволоку подают ультразвуковые колебания.

Устройство для гибки и термообработки каркаса стентграфта разработано на основе ранее использовавшегося приспособления для натяжения и термообработки проволоки [1] и показано на рисунке 1.

Устройство включает оправку 1 диаметром 28 мм с установленными на ней штифтами 7. Оправка крепится на пластине 2, которая соединена с пластиной 3 стойками 4 с винтами 5.

На оправку навивается зигзагообразный каркас из нитиноловой проволоки. Концы проволоки пропускаются в отверстия пластины 2 и фиксируются в отверстиях болтов 8 гайками 9. Затем с помощью болтов 8 проволока натягивается, и приспособление устанавливается в печь для термообработки.

При натяжении проволоки она возбуждается ультразвуковыми колебаниями от преобразователя 10.

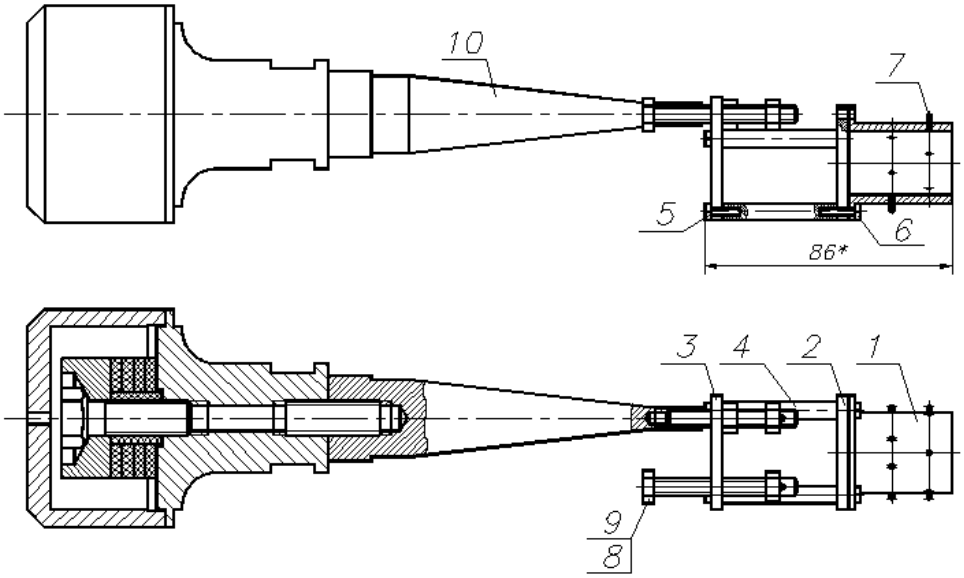


Рисунок 1 – Устройство для гибки и термообработки каркаса с ультразвуком

Для исследования были взяты образцы проволоки Ti-44,48; Ni-49.16; Cu-6.02 фирмы «Фукарава» (Япония) диаметром 0,36 и 0,45 мм, используемой для изготовления каркасов стент-графтов. Проволока подвергалась ультразвуковому воздействию в диапазоне частот 22…26 кГц как в свободном состоянии, так и при механическом воздействии. В ходе исследований было установлено следующее.

Изгибная жесткость образцов из нитиноловой проволоки непосредственно после ультразвукового возбуждения в резонансном режиме не отличается от жесткости исходных образцов. Тем не менее, изгибная жесткость в процессе возбуждения ниже на 30…40%, что способствует получению минимальных радиусов изгиба.

При ультразвуковом воздействии резко снижаются силы трения в зонах контакта проволоки и оснастки, и повышается точность копирования изгибов на выступах, так как нитиноловая проволока при воздействии ультразвука хорошо копирует приспособления и при отжиге сохраняет свою заданную на приспособлении форму. Таким образом применение ультразвука эффективно при формировании сложных форм нитиноловых изделий, таких как зигзагообразных с большим количеством изгибов, крючков с малыми радиусами изгиба и др.

Метод формообразования с ультразвуком был опробован на технологическом процессе изготовления элемента стентграфта – внутрисосудистого эндопротеза, состоящего из проволочного каркаса и тканевой оболочки и предназначенного для лечения аневризм грудного отдела аорты.

Элемент стентграфта, взятый для разработки техпроцесса представляет собой зигзагообразный замкнутый контур, пришиваемый к тканевой оболочке стентграфта (рисунок 2). Элемент отличается большим количеством зигзагов и малой длиной прямолинейных участков. Это в совокупности со сверхупругими характеристиками нитинола затрудняет получение малых радиусов изгиба и приводит к излишней жесткости элемента.

Формообразование с использованием ультразвуковых колебаний позволило получить меньший радиус изгиба, что видно из рисунке 3.

Гибка производилась на приспособлении с диаметром направляющих штырей 1,6 мм. При этом с использованием ультразвуковых колебаний был получен радиус изгиба 0,85…0,88 мм, без использования ультразвука (по прежней технологии) – 0,98…1,44 мм. То есть использование ультразвуковых колебаний позволяет получить меньший радиус изгиба при меньшем разбросе размеров.

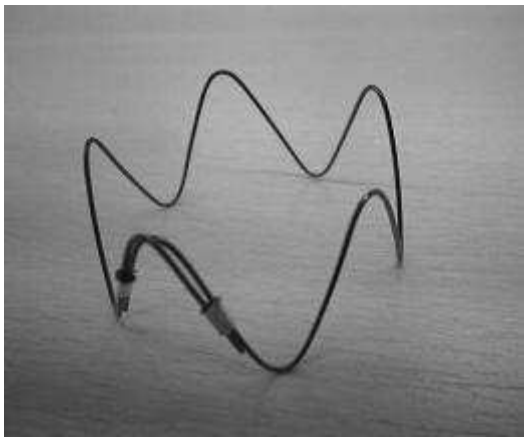
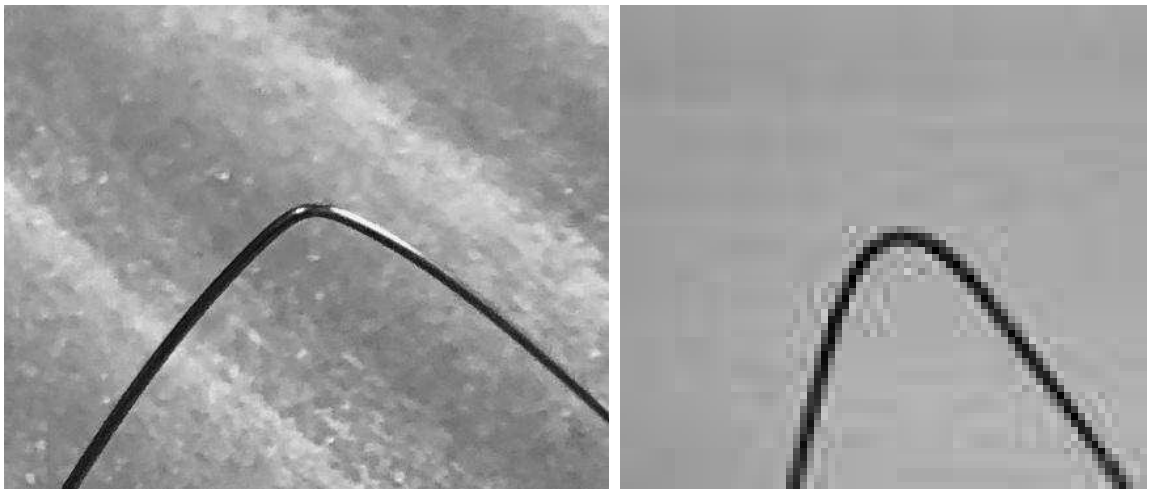


Рисунок 2 – Стент-элемент



а б

Рисунок 3 – Изгиб стент-элемента по новому техпроцессу (а) и по прежнему техпроцессу (б)

Таким образом, установлено, что при ультразвуковом воздействии резко снижаются силы трения в зонах контакта проволоки и оснастки, и повышается точность копирования изгибов на выступах. Применение ультразвука эффективно при формировании сложных форм нитиноловых изделий, таких как зигзагообразных с большим количеством изгибов, крючков с малыми радиусами изгиба и др.

Литература

1. Разработать оригинальную конструкцию системы аортального стентграфта и внедрить технологию применения системы аортального стентграфта для хирургического лечения аневризм грудной аорты при операциях с искусственным кровообращением [Электронный ресурс] : отчет о НИР (заключительный) : ГБ 03.08-1/2011 / кол. авт. Белорусский национальный технический университет, рук. Минченя В.Т., исполн. Минченя Н.Т., исполн. Савченко А.Л., исполн. Степаненко Д.А. . - Электрон. дан.. - Минск : [б. и.], 2013. . - N ГР 20113925 .- elib.

ЭВОЛЮЦИЯ СТРУКТУРЫ СУБМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ ПРИ ПОЛЗУЧЕСТИ И УСТАЛОСТИ.

Бетехтин В.И.[1], Нарыкова М.В.[1], Кадомцев А.Г.[1], Колобов Ю.Р.[2,3]
ФТИ им. А.Ф.Иоффе, Санкт-Петербург, Россия
Институт проблем химической физики РАН, Черноголовка, Россия
Национальный исследовательский Белгородский государственный университет, Белгород, Россия
Vladimir.Betekhtin@mail.ioffe.ru

Высокопрочные наноструктурированные материалы, полученные различными методами интенсивной пластической деформации (ИПД) в квазигидростатических условиях, представляют особый интерес как для более глубокого понимания физической природы прочности твердых тел, так и для их практического применения. Одной из основных нерешенных проблем для наноструктурированных материалов как в фундаментальном, так и в прикладном плане является их нестабильность, обусловленная структурной неравновесностью. Последнее ведет к существенному расхождению механических свойств наноматериалов при их кратковременных испытаниях и при длительном нагружении (ползучесть, усталость). Наблюдаемая термическая и механическая нестабильность наноструктурированных материалов определяется рядом факторов, важное место среди которых занимают состояние межзеренных границ. Вообще роли границ наноструктурированных материалов, которые из-за пресыщения дефектами (дислокации, вакансии и их комплексы, примеси) находятся в неравновесном состоянии, придается особое значение при анализе механизмов пластической деформации и разрушения.

В настоящей работе анализируется дефектная структура, которая образуется после ИПД, и эволюция этой структуры при длительном нагружении субмикрокристаллических (СМК) металлов и сплавов (Ti, Al, Cu и сплавы на их основе) при растяжении в режиме ползучести и усталости.

Испытания на долговечность в режиме ползучести проводились в широком интервале температур и напряжений; усталостные испытания - при комнатной температуре в режиме гигацикловой (10^9) усталости. При исследованиях структуры основное внимание было уделено измерению размера зерна и параметров нано- и микропористости. Для определения их характеристик был использован комплекс методик – микроскопические и дилатометрические исследования, малоугловое рентгеновское рассеяние (МРР) и рентгеноструктурный анализ.

Для образцов, испытанных в режиме ползучести, установлено, что в процессе испытания происходит разуплотнение материалов ($\Delta\rho/\rho \sim 10^{-2} \div 10^{-3}$) и появляются поры микронного размера (рис. 1); происходит увеличение среднего размера зерна. Также анализ полученных данных показал, что в образцах после ИПД образуются нанопоры размером 20-30 nm. В частности, для титана ВТ1-0, средний размер зерна после ИПД составил ~200 nm. После испытаний на долговечность при T=673 K и σ=200 MPa размер зерна увеличился до ~ 1.5 μm. Наблюдаемая микропористость (рис. 1) возникла как следствие развития нанопор, образующихся в материале в результате интенсивной пластической деформации. Действительно, как было показано в [1, 2], после РКУП и комбинированных прокаток, в материале образуются нанопоры. Так конкретно для титана после поперечно-винтовой и продольной прокаток средний размер зерна (D), нанопор (d_n) и концентрация (N) составляют

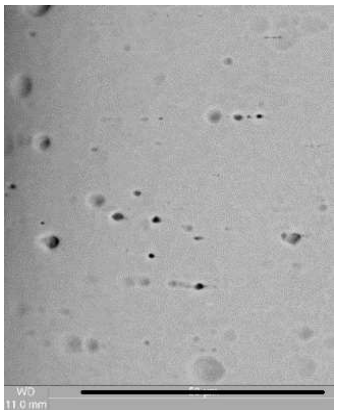


Рисунок 1 - Микропоры, образовавшиеся в образце СМК ВТ1-0 после испытания на ползучесть

соответственно ~200 nm, 20-30 nm и 10^{11} cm^{-3}. После испытаний на долговечность при растяжении в режиме ползучести при T=673 и напряжении σ=200 MPa средний размер зерна, микропор и концентрация составляют соответственно ~1.5 μm, 1 μm и 10^{10} cm^{-3}. Оценки показали, что площадь границ зерен S после ползучести уменьшилась в 10 раз, а концентрация микропор стала примерно в 10 раз меньше, чем концентрация исходных нанопор. В связи с этим можно предположить, что нанопоры превратились в микропоры только в том случае, если они находились на границах. Важно отметить, что воздействие высокого гидростатического давления (1,5 GPa) ведет к существенному повышению долговечности СМК материалов, что обусловлено уменьшением объемной доли нанопор. Существенно, что во всех случаях макроразрушение образцов происходит при достижении величины разуплотнения порядка 10^{-2}. Дилатометрические и микроскопические измерения показали, что $V=N\cdot d^3$, где V – объем пор, определенный денситометрическим методом, а их концентрация N и размер d - микроскопическим. Установлено также, что при испытании в режиме ползучести реализуется диффузионный механизм роста зернограничных пор, ведущий в конечном итоге к макроразрушению.Согласно данным просвечивающей растровой электронной микроскопии, для образца СМК титана, испытанного в режиме гигацикловой усталости при напряжении 300 MPa с частотой 19,89 kHz и $1{,}86\cdot10^9$ циклов до разрушения, микроструктура приповерхностных слоев претерпевает значительные изменения (рис. 2). В тонких фольгах, вырезанных из приповерхностного слоя (5-10 μm от поверхности) в области максимальных напряжений, наблюдается микроструктура, характерная для неравновесного деформированного состояния (отсутствие контраста на границах зерен из-за высокой плотности дислокаций и внутренних напряжений кристаллической решетки). Азимутальное размытие рефлексов на микродифракции свидетельствует не только о наличии дисперсных кристаллитов, но и о наличии остаточных напряжений и малоугловых разориентировок между отдельными элементами микроструктуры. Структура СМК образца после испытаний неоднородна по сечению. В ней присутствуют области зеренно-субзеренной структуры с морфологией близкой к глобулярной, так и области с пластинчатой морфологией. Кроме этого, в некоторых областях наблюдаются наноразмерные поры и трещины, развитие которых в процессе испытаний и ведет к разрушению. По сравнению со структурой до испытаний приповерхностный слой обладает высокой

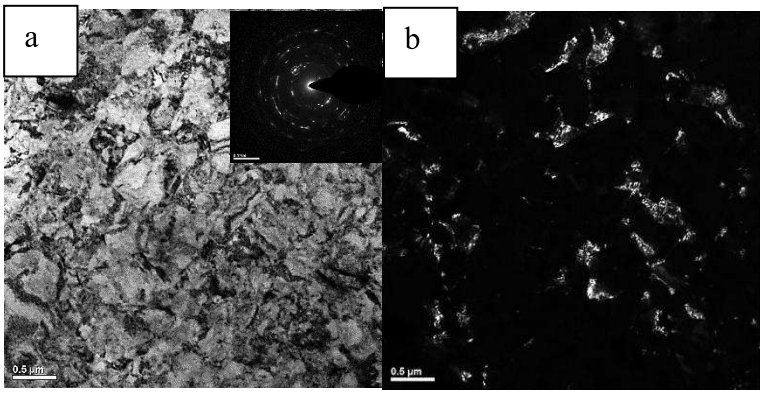


Рисунок 2 - Микроструктура СМК ВТ1-0 после гигацикловых усталостных испытаний: a – светлопольное изображение с микродифракцией с данного участка; b – темнопольно

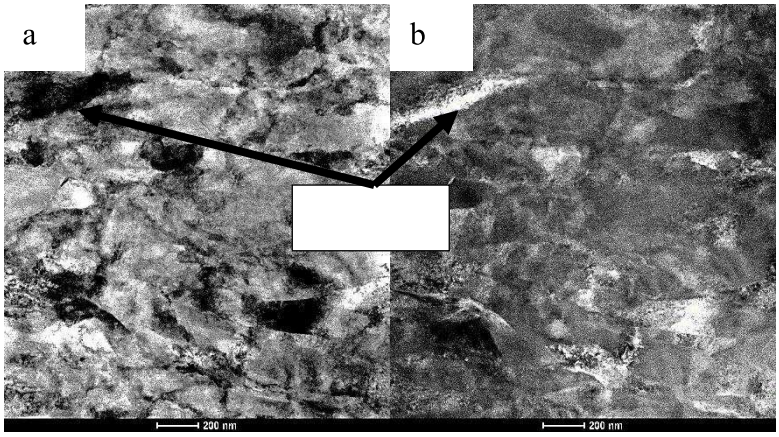


Рисунок 3 - Микроструктура СМК ВТ1-0 после гигациклического усталостного воздействия (фольга 5-10 μm от поверхности): a – светлопольное изображение; b – темнопольное

плотностью дислокаций. СМК титане ВТ1-0 после гигацикловой усталости в приповерхностных слоях формируются микронесплошности (рис. 3) В некоторых областях образца они перешли в стадию активного накопления повреждений с объединением (образование трещин, наноразмерных пор). Таким образом, формируются очаги разрушения и макротрещины. Полученные результаты согласуются с известными из литературы данными [3, 4] о том, что у испытуемого в режиме гигацикловой усталости материала, закономерным является подповерхностное зарождение усталостной трещины [5].

Согласно данным рентгеноструктурного анализа, в образце титана марки ВТ1-0 в СМК состоянии присутствует текстура. В результате проведения гигациклических испытаний в образце текстура сохраняется и преимущественная ориентировка зерен в плоскости (100), а также не происходит изменения уровня микронапряжений.

Установлено, что микроструктура приповерхностных слоев ВТ1-0 в СМК состоянии в процессе гигациклического нагружения претерпевает значительные изменения, которые заключаются в появлении структурной неоднородности, значительном увеличении плотности дислокаций, возникновении остаточных полей упругих напряжений. Повышение плотности деформационных дефектов, формирование наноразмерных пор и трещин наноструктурированного образца после гигациклических испытаний, размытие контраста от границ зерен из-за их неравновесного состояния является следствием прошедшей пластической деформации образца (в исследуемой области максимальных напряжений). Механизм развития повреждаемости СМК образцов при гигациклических нагрузках требует дальнейшего изучения.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта №18-08-00360.

Список литературы

1. Бетехтин В.И., Колобов Ю.Р., Sklenicka V. И др. // ЖТФ. 2015. Т.85. Вып. 1. С. 66-75

2. Бетехтин В.И., Кадомцев А.Г., Нарыкова М.В и др. // ПЖТФ. 2017. Т.43. Вып. 1. С. 38-44.

3. Wang Q. Y., Berard J. Y., Dubarre A., Baudry G., Rathery S., Bathias C. //Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures. 1999. Т. 22. №. 8. С. 667-672.

4. Sun C., Xie J., Zhao A., Lei Z., Hong Y. //Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures. 2012. Т. 35. №. 7. С. 638-647

5. Наймарк О. Б., Плехов О. А., Бетехтин В. И., Кадомцев А. Г., Нарыкова М. В. //Журнал технической физики. - 2014. - Т. 84, №. 3. - С. 89-93.

B- И D- МОДИФИКАЦИИ Yb_2O_3: ПОЛУЧЕНИЕ И СТРУКТУРА

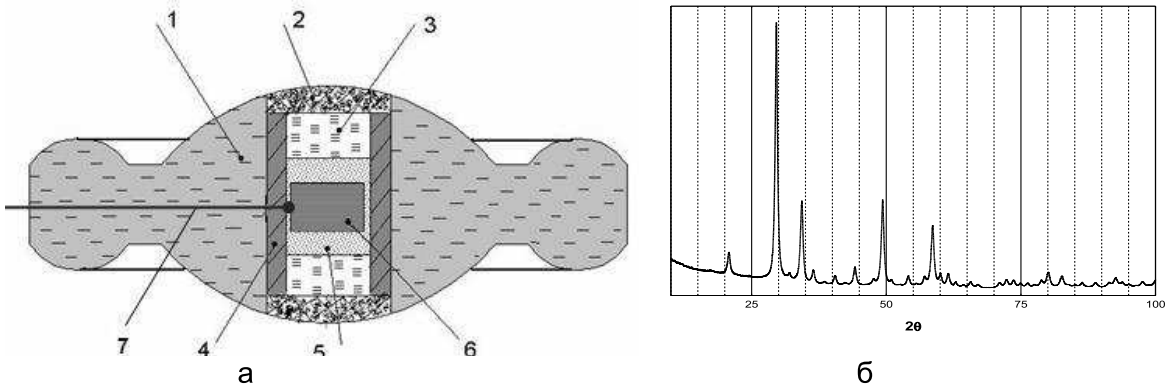
Зибров И.П., Филоненко В.П.
Институт физики высоких давлений им. Л. Ф. Верещагина РАН, Москва, Россия
zibrov@hppi.troitsk.ru

Введение

Первое систематическое изучение полиморфизма оксидов редкоземельных элементов было проведено Goldschmidt V. M. с соавторами [1]. В зависимости от размера редкой земли оксиды кристаллизуются в трех структурных типах, обозначенных Goldschmidt V. M. как A, B и C. При обычном давлении и температуре в гексагональной A-ячейке кристаллизуются оксиды La-Pm (П.Г. P -3m, Z=1), в моноклинной B-ячейке - Sm-Gd(Tb) (П.Г. C 2/m, Z=6) и в кубической C-ячейке – (Tb)Dy-Lu (П.Г. I a3, Z=16). Наибольшей плотностью обладает моноклинная модификация. К настоящему времени опубликовано несколько десятков работ, посвященных изучению переходов между перечисленными модификациями в зависимости от температуры, а также определению термодинамических параметров этих фаз. Исследование поведения оксидов под давлением изучалось всего в нескольких работах, а под давлением и при температуре- всего в одной [2]. В этой систематической работе Hoekstra H. R. показал, что давление и температура стабилизируют B-модификацию, причем уже при P>4.0 ГПа оксиды от Dy до Lu кристаллизуются в плотной моноклинной ячейке. Ранее [3] мы обнаружили, что при термобарической обработке C-Lu_2O_3 и C-Yb_2O_3 при P=5 ГПа и T=1000 C образуется не только B-модификация этих оксидов, но и неизвестная ранее тетрагональная модификация. Целью данной работы была расшифровка структуры этой модификации на примере Yb_2O_3, т.к. при обработке именно этого оксида удалось получить максимальное количество новой фазы.

Методика и результаты

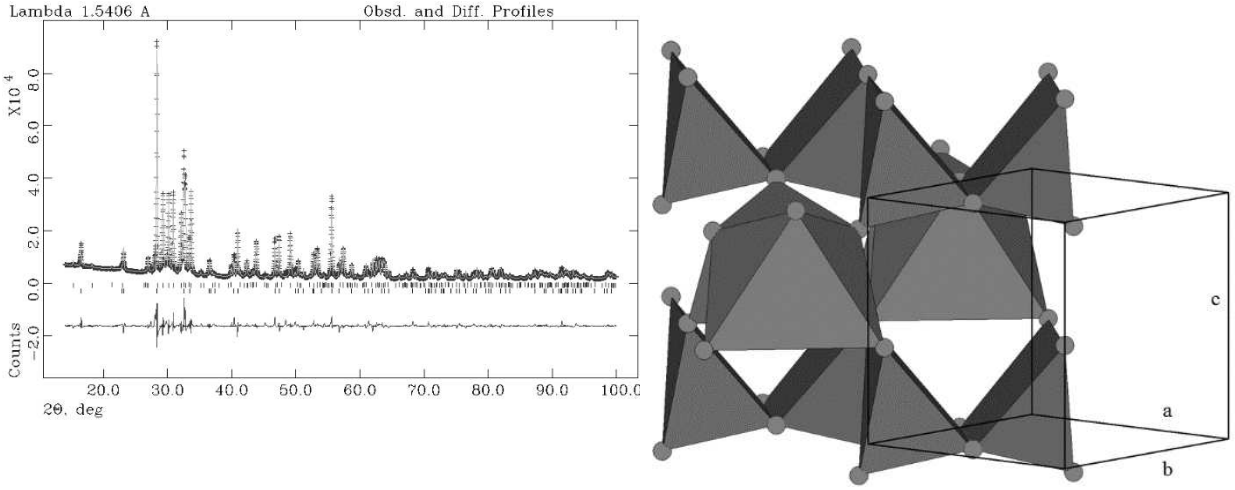
Методика термобарической обработки материала в камерах «тороид» подробно описана в [4,5] (Рис.1а). Исходный порошок C-Yb_2O_3 (Рис.1б) предварительно прессовали в таблетки диаметром 5 мм и высотой 3÷4 мм. Для предотвращения химического взаимодействия образцы изолировали от графитового нагревателя тугоплавкой фольгой (Ta, W). После достижения давления в камере 5.0 ГПа, нагревали образец до T=1000 C и выдерживали в течение 3-5 мин., после чего образец охлаждали со скоростью 100 C/сек.. Извлеченные из камеры высокого давления образцы очищали механически от защитной фольги и подвергали рентгенофазовому анализу в Гинье-камере G670 (Huber, Германия) (Cu $K_{\alpha 1}$ излучение).



а б

Рисунок 1 - а - схема ячейки высокого давления: 1- контейнер из литографского камня, 2 – крышки из смеси hBN и порошка графита, 3 – крышки из hBN, 4 – графитовый нагреватель, 5 – порошок hBN, 6 - образец, 7 – термопара; б – дифрактограмма исходного порошка C-Yb_2O_3.

Анализ дифрактограмм показал, что образцы двухфазные и состоят из B-фазы и новой тетрагональной модификации, названной нами D-Yb_2O_3 (рис.2). Для структурного анализа был выбран образец с максимальным содержанием D-фазы. При расшифровке структуры использовали метод проб и ошибок, т.к. присутствие B-модификации не позволяло использовать прямые методы. Различные модели проверяли с использованием полнопрофильного анализа (пакет программ GSAS [6,7]). Результаты уточнения корректной модели структуры D-Yb_2O_3, а также B-Yb_2O_3 представлены на Рис.2а и в Таблице 1. Атомные координаты и изотропные тепловые параметры для D- Yb_2O_3 представлены в Таблице 2.



а б

Рисунок 2 - Полнопрофильный анализ D-Yb_2O_3, B-Yb_2O_3 и структура D-Yb_2O_3.
а - экспериментальные (+), рассчитанные (сплошная линия) и разница между экспериментальными и рассчитанными данными (нижняя кривая) рентгеновской дифракции. Позиции всех разрешенных брэгговских рефлексов показаны в виде рядов вертикальных маркеров: верхний ряд - B-Yb_2O_3, нижний ряд - D-Yb_2O_3; б - структура D-Yb_2O_3, состоящая из пирамид [YbO5], соединенных ребрами попарно. Сферы в вершинах пирамид – атомы кислорода.

На рис.2б показана структура D-модификации. Координационным полиэдром иттербия является четырехугольная пирамида из атомов кислорода (к.ч. 5). Пирамиды связаны попарно общими ребрами основания. Эти пары связаны между собой вершинами. Пятерная координация в оксидах редких земель встречается впервые-обычными координационными числами являются 6, 7, 8. Это довольно необычный результат, но, плотность D-Yb_2O_3 (Таблица 1) ниже, чем плотность исходной C-фазы (9.21 г/см^3) и, тем более B-модификации (Таблица 1), что не позволяет называть ее фазой высокого давления. Наиболее вероятно, она является низкотемпературной модификацией оксида иттербия.

Таблица 1 - Экспериментальные данные для D-Yb_2O_3 и B-Yb_2O_3.

Химическая формула	D-Yb2O3	B-Yb2O3
Молекулярный вес	394.08	394.08
Пространственная группа	P -4 21 m	C 2/m
a (Å)	5.49191(5)	13.7451(2)
b (Å)	5.49191(5)	3.43022(5)
c (Å)	5.34875(6)	8.4803(1)
β (°)		100.219(1)
V (Å3)	161.324(2)	393.492(7)
Z	2	6
d-выч. (г/см3)	8.162	10.058
Весовая доля в образце, %	38.21(6)	61.79(6)
Излучение	Cu Kα1	
Длина волны (Å)	1.5405981	
Дифрактометр	Imaging Plate Guinier Camera G670 , Huber	
Уточнение	GSAS	
RF	0.0756	0.0534
RP	0.0677	
RWP	0.0956	
Число уточняемых параметров	39	60

Таблица 2 - Атомные координаты, изотропные тепловые параметры U_{iso} ($Å^2$) и занятости позиций для D-Yb_2O_3.

Атом	Site	OCC	*x*	*y*	*z*	U_{iso}
Yb	(4e)	1.0	0.2178(1)	0.7178(1)	0.7003(2)	0.0127(3)
O1	(4e)	1.0	0.298(1)	0.798(1)	0.072(1)	0.056(3)
O2	(2b)	1.0	0	0	0.5	0.056(3)

Литература

1. Goldschmidt V. M., Ulrich F., Barth T. *Norske. Videnskaps.-Akad. Skrifter, Oslo, I. Mat.-Naturv. Kl.*, No. 5, 5-24, 1925.

2. Hoekstra H. R. *J. of Inorg. Chem.* **5**, 754-757, 1966.

3. Zibrov I.P., Filonenko V.P., Antanovich A.A. *Journal of International Scientific Publications: Materials, Methods & Technologies*, **7**, 267-274, 2013.

4. Zibrov I.P., Filonenko V.P., Werner P.-E., Marinder B.-O., Sundberg M. *J. of Solid State Chem.* 141, 205-211, 1998.

5. Filonenko V.P., Zibrov I.P. *Inorganic Materials*, 37, 9, 953-959, 2001.

6. Larson, A.C. and Von Dreele, R.B., *Los Alamos National Laboratory., Report LA-UR-86-748,* 1987.

7. B.H. Toby, *J. Appl. Cryst*. 34, 210-213, 2001.

СИНТЕЗ И УТОЧНЕНИЕ СТРУКТУРЫ МОДИФИКАЦИЙ ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ VO_2(S) И VO_2(M2)

Зибров И.П., Филоненко В.П.
Институт физики высоких давлений им. Л. Ф. Верещагина РАН, Москва, Россия
zibrov@hppi.troitsk.ru

Введение

Диоксид ванадия имеет две модификации, стабильные при обычном давлении - VO_2(R) (T>70 C) [1] и VO_2(M1) (T<70 C) [2], еще две модификации были синтезированы в гидротермальных условиях - VO_2(A) [3] и VO_2(B) [4]. В условиях высоких давлений были получены модификации VO_2(M2) и VO_2(M3) [5]. Следует отметить, что модификации R, M1, M2 и M3 относятся к структурному типу рутила (TiO_2), причем R имеет неискаженную, тетрагональную ячейку рутила, а M1, M2 и M3 имеют различные моноклинные искажения. Ранее [6], используя смесь V_2O_5 с NaN_3, мы синтезировали при P=5 ГПа и T=800 C соединение $V_{3.047}O_7$ со структурой симпсонита $Al_4Ta_3O_{13}(OH)$, в котором одна из позиций ванадия занята частично. При полностью занятой позиции стехиометрия соединения соответствует формуле VO_2. Таким образом, осуществляя синтез в контролируемых по составу условиях можно ожидать получения новой модификации VO_2 со структурой симпсонита. Целью данной работы был синтез VO_2 со структурой симпсонита из стехиометрической смеси V_2O_3 с V_2O_5 и определение его структурных параметров.

Методика и результаты

Методика термобарической обработки материала в камерах «тороид» подробно описана в [7,8]. Исходную смесь порошков V_2O_3+V_2O_5 предварительно прессовали в таблетки диаметром 5 мм и высотой 2÷3 мм. Для предотвращения химического взаимодействия образцы изолировали от графитового нагревателя тугоплавкой фольгой (Ta, W). После достижения давления в камере 5.0-7.0 ГПа, нагревали образец до T=600-800 C и выдерживали в течение 20-300 сек., после чего материал охлаждали со скоростью 100 C/сек.. Извлеченные из камеры высокого давления образцы очищали механически от защитной фольги и подвергали рентгенофазовому анализу в Гинье-камере G670 (Huber, Германия) (Cu $K_{\alpha 1}$ излучение).

Анализ дифрактограмм более, чем 50 образцов, приготовленных при различных P-T условиях, показал, что они двухфазные и состоят из VO_2 со структурой симпсонита, названной нами VO_2(S), и VO_2(M2). Для структурного анализа был выбран образец с хорошо закристаллизованными фазами, который был синтезирован при P=5 ГПа, T=650 C и t=140 сек.. Структуру модификаций высокого давления уточняли с использованием полнопрофильного анализа (пакет программ GSAS [9,10]). Результаты уточнения структуры VO_2(S), а также VO_2(M2) представлены на Рис.1а и в Таблице 1. Атомные координаты и изотропные тепловые параметры для VO_2(S) представлены в Таблице 2, а для VO_2(M2) в Таблице 3. На Рис.1б показана структура S-модификации. Координационным полиэдром ванадия является октаэдр [VO6]. Структура является двухслойной: один слой построен из островков, состоящих из 3-х октаэдров, соединенных ребрами, а во втором слое такие же островки связаны октаэдрами [VO6], поэтому слой является сплошным. Следует отметить, что структура модификации высокого давления WO_2-hp (структурный тип рамсделлита MnO_2) [11] построена из таких же строительных блоков, что и структура VO_2(S) – трех октаэдров, соединенных ребрами. Разница состоит только в способе укладки этих строительных единиц в слое. При этом обе структуры являются двухслойными с близкими параметрами *c*.

Интересно отметить, что $V_{3.047}O_7$ и VO_2(S) - это всего второе и третье соединения, которые кристаллизуются в структурном типе симпсонита, помимо самого симпсонита.

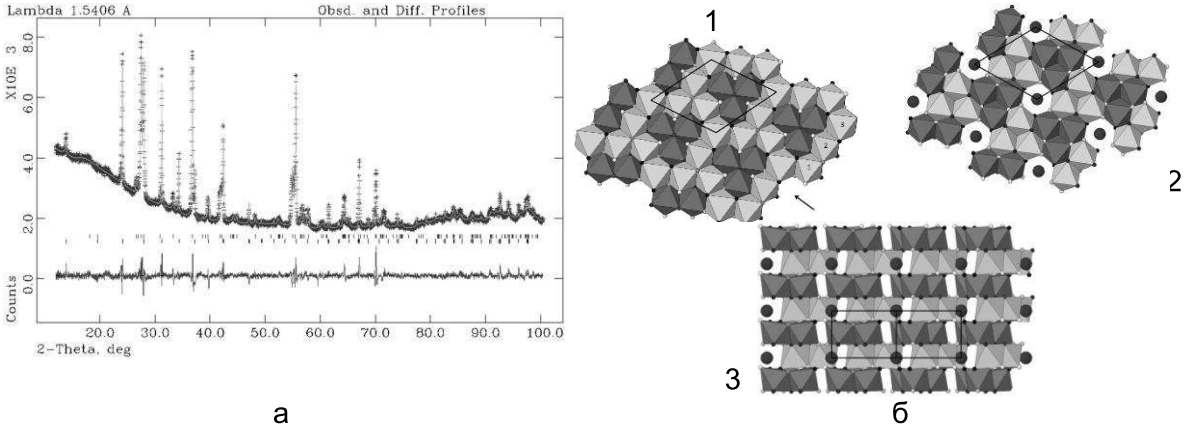


Рисунок 1- Полнопрофильный анализ VO_2(S), VO_2(M2) и структура VO_2(S). а - экспериментальные (+), рассчитанные (сплошная линия) и разница между экспериментальными и рассчитанными данными (нижняя кривая) рентгеновской дифракции. Позиции всех разрешенных брэгговских рефлексов показаны в виде рядов вертикальных маркеров: верхний ряд - VO_2(M2), нижний ряд - VO_2(S); б - структура VO_2(S), состоящая из октаэдров [VO6] (светлые и темные октаэдры располагаются в разных плоскостях вдоль оси *c*): 1, 2 – в направлении [001]; 3 - в направлении [110]. Большие сферы - атомы V. Маленькие сферы в вершинах октаэдров – атомы O

Таблица 1 - Экспериментальные данные для VO_2(S) и VO_2(M2).

	S	M2
Химическая формула	VO_2	VO_2
Молекулярный вес	82.94	82.94
Пространственная группа	*P 3*	*C 2/m*
a (Å)	7.37329(8)	9.0927(8)
b (Å)		5.7819(1)
c (Å)	4.52703(8)	4.5415(3)
β (°)		90.925(2)
V (Å^3)	213.141(3)	238.730(7)
Z	7	8
d-выч. (г/см^3)	4.523	4.615
Весовая доля в смеси, %	32.81(8)	67.19(5)
Излучение	Cu Kα_1	
Длина волны (Å)	1.540598	
Температура (K)	293	
Сбор данных		
Дифрактометр	камера Гинье G670, Huber	
Уточнение	GSAS	
R_F	0.1107	0.0743
R_P	0.0247	
R_{WP}	0.0354	
No. уточняемых параметров	63	54

Таблица 2 - Атомные координаты, изотропные тепловые параметры U_{iso} (Å^2) и занятости позиций для VO_2(S)

Атом	Site	OCC	*x*	*y*	*z*	U_{iso}
V1	(3d)	1.0	0.1035(13)	0.4001(14)	-0.076(11)	0.0096(6)
V2	(3d)	1.0	0.3983(19)	0.2894(19)	0.423(12)	0.0603(17)
V3	(1a)	1.0	0	0	0.027(12)	0.025
O1	(3d)	1.0	0.206(6)	0.020(6)	0.682(6)	0.025
O2	(3d)	1.0	0.369(6)	0.477(6)	0.554(6)	0.025
O3	(3d)	1.0	0.181(8)	0.246(7)	0.123(9)	0.025
O4	(3d)	1.0	0.433(5)	0.064(6)	0.249(13)	0.025
O5	(1b)	1.0	0.3333	0.6667	0.119(11)	0.025
O6	(1c)	1.0	0.6667	0.3333	0.586(23)	0.025

Таблица 3 - Атомные координаты, изотропные тепловые параметры U_{iso} (Å^2) и занятости позиций для VO_2(M2)

Атом	Site	OCC	*x*	*y*	*z*	U_{iso}
V1	(4g)	1.0	0	0.7267(7)	0	0.0274(8)
V2	(4i)	1.0	0.2247(4)	0	0.5141(7)	0.0124(8)
O1	(8j)	1.0	0.1382(16)	0.2564(17)	0.3010(30)	0.025
O2	(4i)	1.0	0.3831(12)	0	0.1812(22)	0.028(4)
O3	(4i)	1.0	0.1049(12)	0	0.8000(26)	0.009(3)

Из таблицы 1 следует, что структурные R_F в несколько раз превышают профильные R_P и R_{WP}. Вероятнее всего, это связано с очень высоким уровнем фона (малым отношением «сигнал/шум»), который определяется сильной флюоресценцией атомов ванадия под действием медного излучения.

Литература

1. V.M. Goldschmidt, T. Barth, D. Holmsen, G. Lunde, W.H. Zachariasen, *Skrifter utgitt av det Norske Videnskaps-Akademi i Oslo 1: Matematisk-Naturvidenskapelig Klasse*, **9**, 1, 1926.
2. G. Andersson *Acta Chemica Scandinavica*, **10**, 623-628, 1956.
3. Y. Oka, S. Sato, T. Yao, N. Yamamoto *J. of Solid State Chem.*, **141**, 594-598, 1998.
4. Y. Oka, T. Yao, N. Yamamoto *J. of Solid State Chem.*, **105**, 271-278, 1993.
5. B.L. Chamberland *J. of Solid State Chem*. **7**, 377-384, 1973.
6. И. П. Зибров, В. П. Филоненко, В. А. Сидоров, С. Г. Ляпин *Неорганические материалы*, **52**, 9, 968-974, 2016.
7. Zibrov I.P., Filonenko V.P., Werner P.-E., Marinder B.-O., Sundberg M. *J. of Solid State Chem.* **141,** 205-211, 1998.
8. Filonenko V.P., Zibrov I.P. *Inorganic Materials*, **37**, 9, 953-959, 2001.
9. Larson, A.C. and Von Dreele, R.B., *Los Alamos National Laboratory., Report LA-UR-86-748,* 1987.
10. B.H. Toby*, J. Appl. Cryst*. **34,** 210-213, 2001.
11. Sundberg M., Werner P.-E., Zibrov I.P *Zeit. fur Krist.* **209**, 662-666, 1994.

ПОЛУЧЕНИЕ ВЫСОКОДИСПЕРСНОГО ВОЛЬФРАМА МЕХАНОХИМИЧЕСКИМ ВОССТАНОВЛЕНИЕМ WO_3

Удалова Т.А.[1, 2], Григорьева Т.Ф.[1], Восмериков С.В.[1], Девяткина Е.Т.[1], Ляхов Н.З.[1]

[1]*Институт Химии Твердого Тела и Механохимии СО РАН, г. Новосибирск, Россия*
grig@solid.nsc.ru

[2]*Новосибирский Государственный Технический Университет, г. Новосибирск, Россия*

Высокодисперсные порошки вольфрама применяют при получении широкого спектра материалов (в том числе композиционных) с необходимыми физико-химическими характеристиками: повышенной пористостью (изготовление электродов аккумуляторов, топливных элементов, в фильтрах и адсорбентах); катализаторов, добавок при спекании микропорошков различного состава; модификации свойств полимерных матриц (повышение прочности, износостойкости, микротвердости); высокодисперсных систем с жидкой средой [1]. Существуют различные методы получения высокодисперсных металлов [2]. Механохимические реакции восстановления оксидов металлов активными металлами с $E°_{298}(Me_{акт}^{n+}/Me_{акт})<-0,7$ В, протекающие с большим экзотермическим эффектом, могут быть проведены в процессе одной только механической активации [3-5]. Процесс обладает экономическим потенциалом, отличается короткими временами синтеза, устранением целого ряда проблем экологического загрязнения окружающей среды, позволяет получать коммерчески полезные материалы, в том числе высокодисперсные порошки неорганических материалов монофазного состава с заданной стехиометрией. Механическая активация твердых смесей оксидов элементов с активным металлом приводит к увеличению площади контактной поверхности, ускорению массопереноса, и, как следствие, активации их механохимического взаимодействия с формированием композитов ($Me/(Me_{акт})_xO_y$) – порошковых смесей высокодисперсных частиц восстановленных элементов и оксида активного металла. Наиболее целесообразное извлечение из механохимических композитов восстановленного элемента без нарушения его высокодисперсного состояния, связано с выбором растворителя оксида активного металла, одновременно инертного по отношению к восстановленному элементу. Наиболее перспективным активным металлом является магний, который имеет относительно низкую температуру плавления – 924 К, в процессе механической активации формирует фазу MgO, препятствующую существенному спеканию продуктов механической активации, при взаимодействии с HCl или H_2SO_4 оксид магния образует хорошо растворимые соединения [6]. Восстановление оксидов металлов магнием методом механической активации исследовалось в ряде работ [4–6]. Целью настоящей работы является исследование условий механохимического восстановления WO_3 магнием для формирования композитов состава W/MgO и отделения из механохимического композита высокодисперсного вольфрама растворением оксида магния разбавленными растворами серной кислоты.

В работе использованы реагенты: оксид вольфрама WO_3; магниевый порошок; серная кислота осч.; фтористоводородная кислота осч. Дифрактограммы исходных соединений, согласуются с данными базы PDF-2. Смеси оксида вольфрама (VI) и магния различных стехиометрических составов обрабатывали в высокоэнергетической шаровой планетарной мельнице АГО-2 (объём барабана 250 $см^3$, диаметр шаров 5 мм, загрузка шаров 200 г, навеска образца 10 г, скорость вращения барабанов вокруг общей оси 600 или 1000 об/мин). Рентгенофазовые (РФА) исследования проведены на дифрактометре D8 Advance (CuK_α-излучение) (λ = 1,5418 Å). Размеры частиц полученных образцов определены на сканирующих электронных микроскопах (СЭМ) OXSFORD INSTRUMENT, (АНГЛИЯ) и Hitachi TM 1000.

Реакция восстановления оксида вольфрама (VI) магнием определяется величиной экзотермического эффекта реакции:

$$WO_3 + 3Mg \rightarrow 3MgO + W;\ \Delta_rH°_{298} = -962,7\ кДж$$

При стехиометрии близкой к (1:3) реакция сопровождаются максимальным значением экзотермического эффекта. Методом рентгенофазового анализа исследованы условия механохимического восстановления (время активации, нагрузка, стехиометрия) оксида вольфрама магнием с формированием композитов W/MgO. Показано, что при скорости вращения барабанов вокруг общей оси 600 об/мин. на дифрактограммах регистрируется снижение интенсивности рефлексов оксида вольфрама (рис. 1а, кривая 2) и появление рефлексов оксида магния слабой интенсивности. Рефлекса вольфрама при скорости вращения барабанов вокруг общей оси 600 об/мин не регистрируются даже при времени активации более 20 мин. Механохимическое восстановление оксида вольфрама магнием достигается при скорости вращения барабанов вокруг общей оси 1000 об/мин. Однако процесс формирования механокомпозита W/MgO завершается только к 8 мин активации. При меньших временах активации (6 мин) на дифрактограммах регистрируются рефлексы слабой интенсивности оксидов вольфрама, магния и вольфрама (рис. 1а, кривые 3 и 4). Методом сканирующей электронной микроскопии проведена оценка формы и размеров частиц механокомпозита W/MgO (рис. 1б).

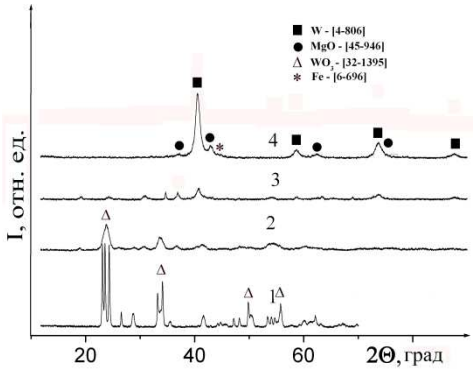


Рисунок 1а - Дифрактограммы образцов в системеWO_3 +Mg (1:3,1):
кривые: 1 -WO_3 до МА;
2 –МА 20 мин, 600 об/мин;
3 - МА 6 мин, 1000 об/мин;
4- МА 8 мин, 1000 об/мин

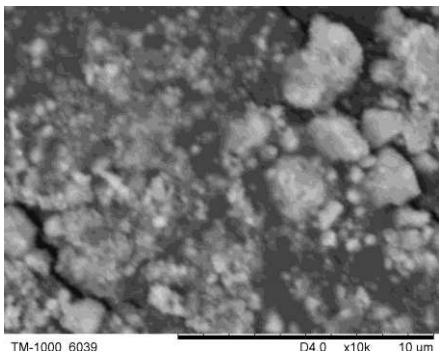


Рисунок 1б - СЭМ композита W/MgO

Для отделения вольфрама из механокомпозита от MgO исследована обработка композитов (W/MgO) разбавленными (0,5 и 1М) растворами серной кислоты (рис. 2а, кривая 2). Согласно рентгенофазовому анализу образцов (рис. 2а, кривая 3), практически полное отделение оксида магния от вольфрама из механокомпозита удается провести 1,0М раствором серной кислоты (298 К) с последовательной обработкой дистиллированной водой и ацетоном, полученные образцы кроме основного компонента – вольфрама, содержат остаточные количества оксидов вольфрама (WO_3 и WO_2). Показано, что более полное удаление остаточных количеств оксидов вольфрама достигается последовательной обработкой 1М раствором серной, 4% раствором плавиковой кислот, H_2O и ацетоном.

Исследование полученного образца вольфрама методом СЭМ (рис. 2б) показало, что он состоит из первичных частиц почти сферической формы с размером ~50-100 нм, которые входят в состав вторичных частиц-агрегатов с размерами от 0,2 до 10 мкм.

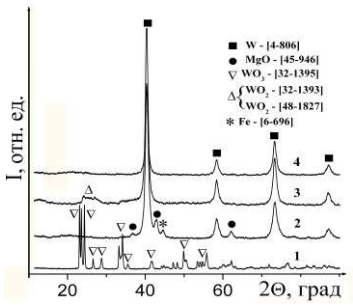
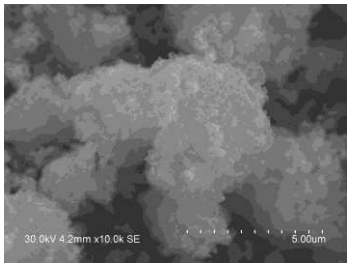


Рисунок 2а - Дифрактограммы образцов в системеWO_3 + Mg (1:3,1): кривые: 1 -WO_3 до МА; 2 - МА 8 мин; 3 - после обработки 1,0М H_2SO_4, H_2O и ацетоном; 4- после обработки 1,0М H_2SO_4, 4% HF, H_2O и ацетоном



×20000

Рисунок 2б - СЭМ высокодисперсного вольфрама

Методом рентгенофазового анализа исследовано влияние условий механической активации и стехиометрии на состав продуктов восстановления вольфрама (VI) магнием. Механохимическое восстановление оксида вольфрама (VI) при скорости вращения барабанов вокруг общей оси 1000 об/мин завершается к 8 мин активации. Определены условия отделения вольфрама из композитов от побочных продуктов. Методом сканирующей электронной микроскопии показано, что высокодисперсные порошки вольфрама состоят из агрегированных первичных частиц, почти сферической формы с размерами ~50÷100 нм. Первичные частицы входят в состав вторичных частиц - агрегатов с размерами от 1 до 10 мкм.

ЛИТЕРАТУРА

1. Гусев А.И. *Наноматериалы, наноструктуры, нанотехнологии,* М.: ФИЗМАТЛИТ, 2009. 416с.

2. Munir Z., Anselmi–Tamburini U. Self-Propagating Exothermic Reactions: the Synthesis of High-Temperature Materials by Combustion*, Mater. Sci. Rep.* 1989, 3, 277-365.

3. Григорьева Т.Ф., Баринова А.П., Ляхов Н.З. *Механохимический синтез в металлических системах,* Новосибирск: Параллель, 2008. 310с.

4. Schaffer G.B., McCormick P.G. Displacement reactions during mechanical alloying, *Metal. Trans. A*., 1990, 21, 2789-2794.

5. Mulas G., Varga M., Bertoti I., Molnar A., Cocco G., Szepvolgyi J. Cu40Mg6o and Cu-MgO powders prepared by ball-milling:characterization and catalytic tests, *Materials Science and Engineering A*., 1999, 267(2), 193-199.

6. Raschman P., Fedoroȼková A. Study of inhibiting effect of acid concentration on the dissolution rate of magnesium oxide during the leaching of dead-burned magnesite, *Hydrometallurgy*, (2004). V. 71, P. 403-412.

СЕЛЕКТИВНОЕ ЛАЗЕРНОЕ ПЛАВЛЕНИЕ И ГОРЯЧАЯ ДЕФОРМАЦИЯ СТАЛЕЙ В ОТОБРАЖЕНИИ КАРТ ПРОЦЕССА

Барахтин Б.К., Шакиров И.В., Жуков А.С., Бобырь В.В., Кузнецов П.А.
ФГУП «ЦНИИ КМ «Прометей», 191015, С.-Петербург, Шпалерная ул. 49, Россия

1. Введение

Актуальность и перспективность технологии селективного лазерного плавления (СЛП) определяются возможностью изготовления объемного изделия в один цикл от идеи до создания готового образца [1]. К настоящему времени установлено, что повышение энерговложения лазера способствует получению прочных изделий. Однако механические свойства получаемой продукции зависят не только от условий лазерного воздействия, но и морфологии использованного порошка.

Целью работы являлось определение влияния кристаллографического типа сплавляемого порошка на прочность продукции.

2. Методика эксперимента.

Эксперименты с лазерным плавлением порошков выполнены на площадях Наноцентра ФГУП «ЦНИИ КМ «Прометей». Опыты произведены с порошками размером не более 40 мкм из сталей 12Х18Н10Т и 07Х16Н4Д4Б (таблица 1). При комнатной температуре первый материал представляет однородную матрицу с гранецентрированной кубической решёткой (ГЦК), а второй – объемно центрированной кубической (ОЦК).

Таблица 1 - Химический состав порошков использованных сталей

Марка стали	Массовая доля легирующих элементов, %					
	Cr	**Ni**	**Mn**	**Si**	**Cu**	**Nb**
12Х18Н10Т	17-19	9-11	<2	<0,8	<0,3	-
07Х16Н4Д4Б	15,539	3,113	0,715	0,383	3,407	0,175

Плавление осуществлено на установке EOSINT M270 при мощностях лазера 175-196 Вт и сканировании поверхности слоев порошка со скоростями от 650 до 800 мм/сек (рис.1).

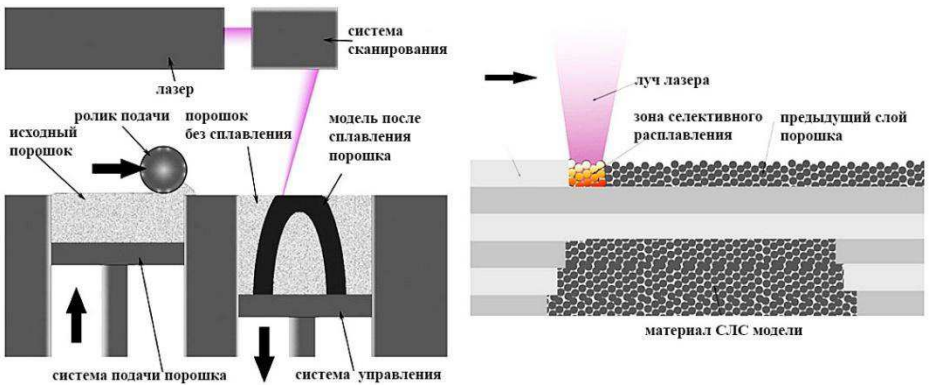


Рисунок 1 - Схема выращивания СЛП-изделий методом селективного лазерного плавления.

Оценка структурно механического состояния СЛП сталей методами световой металлографии не выявила заметных отличий в строении зерен и характерных границ ванн расплава. С ростом энерговложения лазера расслоение структуры нивелируется, в зернах обнаруживаются признаки ориентированной кристаллизации, а прочностные свойства металла возрастают.

Вместе с тем установлено, что рост температуры испытания сопровождается снижением прочности стали 12Х18Н10Т, а в композиции 07Х16Н4Д4Б – почти нет. Для

установления причины выявленного эффекта были проведены высокотемпературные испытания сжатием до ε=0,35 сплавленных образцов Ø5х10 мм на деформационном дилатометре DIL 805 со скоростями пластической деформации 10^{-3}-10 $с^{-1}$ при температурах 800-1000 °С (рис.2).

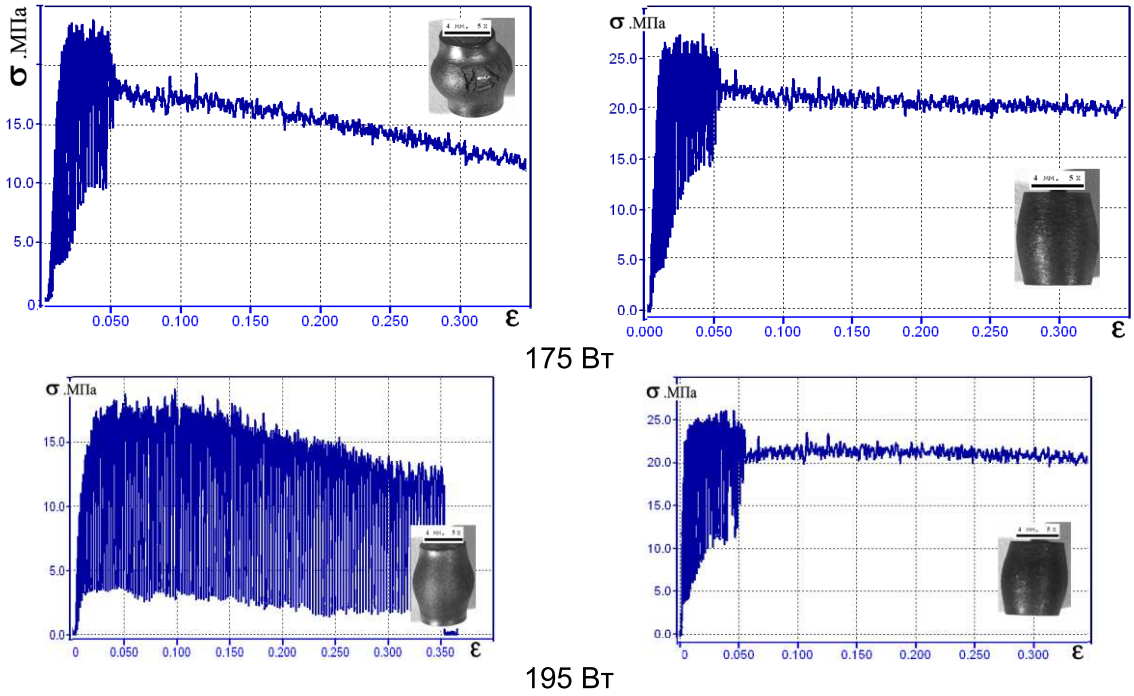


Рисунок 2 - Примеры кривых деформации образцов, сплавленных лазером при мощностях 175 Вт и 195 Вт из порошков сталей 12Х18Н10Т (слева) и 07Х16Н4Д4Б (справа) после сжатия при 1000 °С со скоростью 10^{-3} $с^{-1}$.
На врезках показаны образцы после деформации

После горячей пластической деформации массив полученных данных был преобразован в карты процесса - распределение коэффициентов эффективности рассеяния механической энергии в координатах воздействия - η(lgέ,Т). Коэффициент η(lgέ,Т) безразмерный, lgέ – логарифм скорости пластической деформации, Т – температура.

Согласно [2], коэффициент η(lgέ,Т) характеризует часть вводимой механической энергии, которая расходуется в диссипативных структурных изменениях. Известно [3], что при η(lgέ,Т)<20 деформируемая структура упрочнена и термодинамически неустойчива. В процессе деформации в ней доминируют акты образования пор и межзеренного разрушения. В области значений 20<η(lgέ,Т)<30 развивается динамическое равновесие процессов упрочнения и разупрочнения. Устремление 30<η(lgέ,Т)→max (100%) отвечает активации динамических и статических рекристаллизационных процессов.

3. Экспериментальные данные и их обсуждение

Построенные карты процесса η(lgέ,Т) приведены на рисунке 3. При сопоставимых условиях сплавления порошков единой морфологии можно констатировать существенные отличия в видах карт. Например, для СЛП порошка стали 12Х18Н10Т зона белого цвета характеризует упрочненное структурное состояние. Устремление металла к термодинамически устойчивому рекристаллизованному состоянию заметно при повышении температуры и снижении скорости деформации.

В СЛП-образце стали 07Х16Н4Д4Б участки неустойчивого структурного состояния наблюдаются в полосе параметров сжатия при скоростях lgέ= –0,5±0,5 и температурах Т≤980 °С, а также при lgέ>0 и Т<820 °С. При lgέ= –1,5 и Т=920 °С на карте выявлен локальный участок с η(lgέ,Т)=30, который соответствует устойчивой динамически рекристаллизованной структуре.

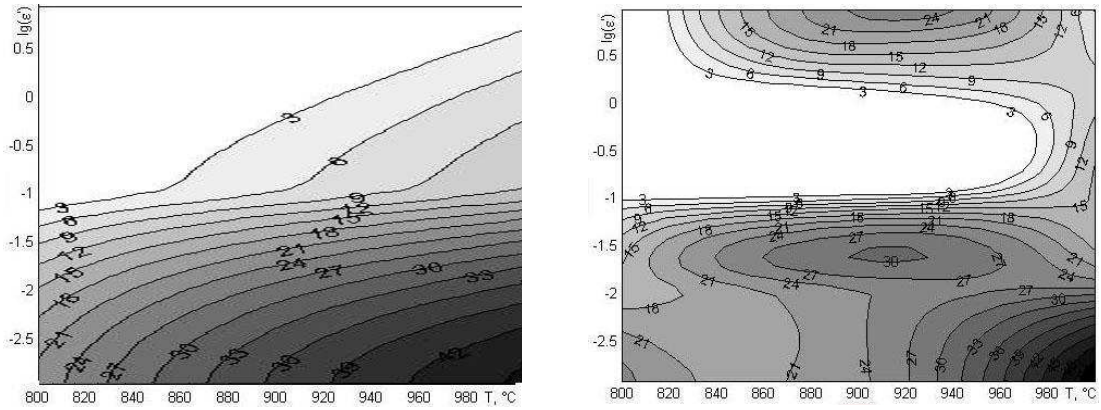


Рисунок 3 - Карты процесса η(lgε̇,T) в линиях постоянных уровней для образцов, сплавленных из порошков из сталей 12Х18Н10Т (слева) и 07Х16Н4Д4Б (справа)

Выявленные отличия обусловлены различиями в кристаллографической структуре СЛП металлов. Так, в композиции 12Х18Н10Т структура ГЦК и условия горячей деформации сохраняются во всем цикле деформации, а в СЛП стали 07Х16Н4Д4Б строение ОЦК типа только при Т<820 °С. Можно предположить, что при скоростях сжатия lgε̇<-1 структурно-фазовый переход α→γ реализуется плавно, на что указывает рост значений η(lgε̇,T) до локального максимума η(lgε̇,T)=30. Предполагается, что при скорости сжатия lgε̇ = -0,5±0,5 и температурах Т≤980 °С коридор значений η(lgε̇,T) в СЛП стали типа 07Х16Н4Д4Б выявлен благодаря «конструктивной жесткости» дилатометра.

Выводы

1. В сравнении с монолитным металлом аналогичного химического состава для СЛП композиций подтвержден эффект повышения прочности с ростом энерговложения лазера.
2. По данным горячей пластической деформации СЛП сталей 12Х18Н10Т и 07Х16Н4Д4Б с разным исходным типом кристаллической решетки построены карты процесса для температур 800-1000 °С и скоростей сжатия от 10^{-3} до 10 $с^{-1}$, которые указали на эффект влияния кристаллографического типа порошка на результат лазерного плавления.

Литература

1. *Перевертов В.П.* Технологии обработки материалов концентрированным потоком энергии / В.П. Перевертов, И.К. Андрончев, М.М. Абулкасимов // Надежность и качество сложных систем, 2015.- №3 (11).- С.69-79.

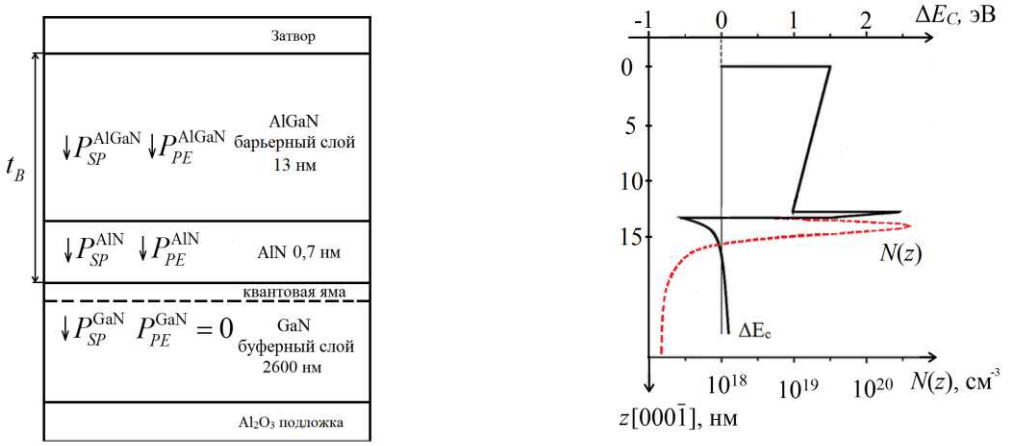
2. Prasad Y.V.R.K. Hot Working Guide A Compendium of Processing Maps / Department of Metallurgy, Indian Institute of Science.- Bangalore, 2004.- 560 p.

3. *Рудской А.И.* Термопластическое деформирование металлов / А.И. Рудской, Н.Р. Варгасов, Б.К. Барахтин.- СПб.: Изд-во Политехн. Ун-та, 2018.- 286 с.

ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРНОЙ РЕЛАКСАЦИИ В HEMT НА ОСНОВЕ НИТРИД-ГАЛЛИЕВЫХ ГЕТЕРОСТРУКТУР НА ИХ ЧАСТОТНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

[1]Алёшин А. Н., [1]Рубан О. А., [2]Табачкова Н. Ю.
[1]ФГАНУ Институт сверхвысокочастотной полупроводниковой электроники им. В.Г. Мокерова РАН, г. Москва, Россия, E-mail: myx.05@mail.ru
[2]Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва, Россия

В работе представлены исследования электро-физических и структурных свойств транзисторов с высокой подвижностью электронов (HEMT - High electron mobility transistor) на основе широкозонных гетероструктур, состоящих из барьерного слоя постоянного состава $Al_{0,32}Ga_{0,68}N$ с тонкой вставкой из AlN с толщиной 0,7 нм и толстого буферного слоя GaN (~ 1,5 мкм) (рис. 1а). В основе исследуемых гетероструктур лежит квантовая яма с двумерным электронным газом с треугольным профилем потенциала. Такая квантовая яма (КЯ) формируется за счет наличия потенциального барьера и сил электростатического потенциала. Зонная диаграмма и пространственное распределение концентрации электронов $N(z)$ в КЯ гетероструктуры показаны на рис. 1б.

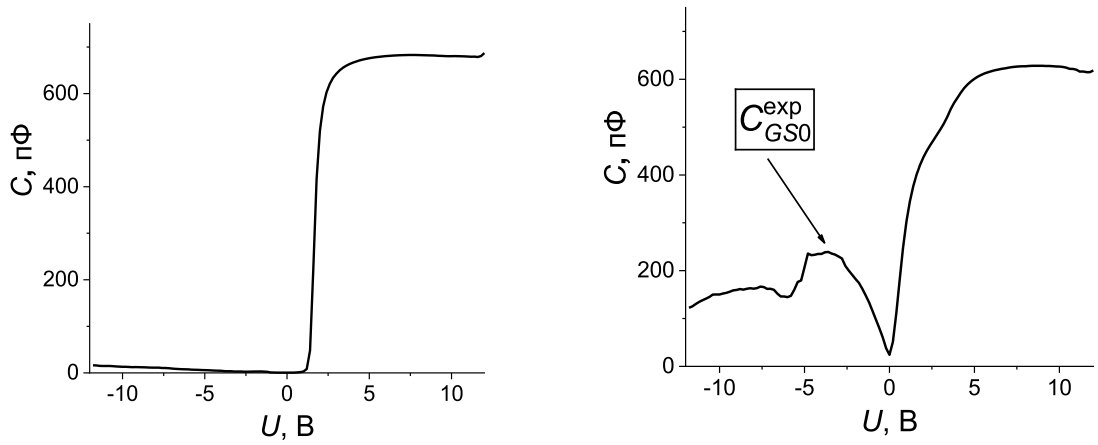


а) б)

Рисунок 1 – Исследуемые гетероструктуры: а) схема строения гетероструктуры и векторы поляризации в слоях гетероструктуры, б) дно зоны проводимости $\Delta E_C(z)$ и пространственное распределение концентрации электронов $N(z)$ в КЯ гетероструктуры. Символами P_{SP} и P_{PE} обозначены вектора спонтанной и пьезоэлектрической поляризации соответственно

Цель работы состояла в выявлении связи между кристаллическим совершенством барьерного слоя в AlGaN в нитрид-галлиевых гетероструктурах и частотными характеристиками HEMT на их основе с помощью измерения вольт-фарадны характеристик (ВФХ).

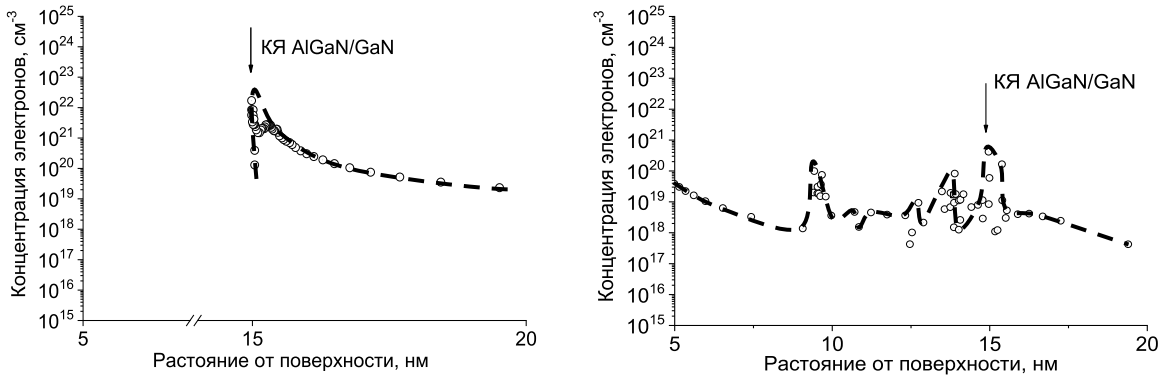
По результатам измерений ВФХ двух десятков образцов были выявлены две группы гетероструктур с резко отличающимися характеристиками. Характерные зависимости ВФХ для этих групп приведены на рис. 2. Образцы в первой группе имели монотонные ВФХ (рис. 2а), а у образцов второй группы наблюдается *N*-образная зависимость на ВФХ (рис. 2б).



а) б)

Рисунок 2 – ВФХ гетероструктур AlGaN/GaN с тонкой вставкой AlN для образцов 2226(а) и 27(б). Символом U обозначено приложенное напряжение смещения, а C – измеряемая емкость

На рис. 3 показаны пространственные распределения концентрации электронов *N*(*z*) для образцов 2226 (из первой группы) и 27 (из второй группы). В отличие от образца 2226 у образца 27 в барьерном слое видны дополнительные концентрационные всплески. Это связано с присутствием заряженных ловушек, которые создают область пространственного заряда и увеличивает подзатворную емкость HEMT. На ВФХ это выражается в виде локального максимума в области отрицательных напряжений смещения, что позволяет по его величине определить экспериментальное значение удельной подзатворной емкости $C^{\exp}_{GS0}$.



а) б)

Рисунок 3 – Пространственные распределения концентрации электронов *N*(*z*), соответствующие направлению [000$\bar{1}$] для образцов 2226(а) и 27(б). Точками показаны экспериментальные данные.

Примем за критерий кристаллического совершенства барьерного слоя его степень структурной релаксации R^B, которую можно выразить следующим образом:

$$R^B = (1 - \frac{P_{\text{exp}} - P_{SP}}{P_{PE}}) * 100\% \quad (1)$$

где, P_{exp} – определенное из эксперимента значение поляризации (из ВФХ).

Проведенное электронномикроскопическое исследование образца №2226 показало что дислокации несоответствия располагаться исключительно в области интерфейса подложка/буфер GaN, а прорастающие дислокации полностью тормозяться в буферном слое. Из рис. 4 видно, что барьерный слой AlGaN полностью когерентен нижележащему буферному слою, что совпадет с рассчитанной из ВФХ степенью структурной релаксации барьерного слоя (~ 0%).

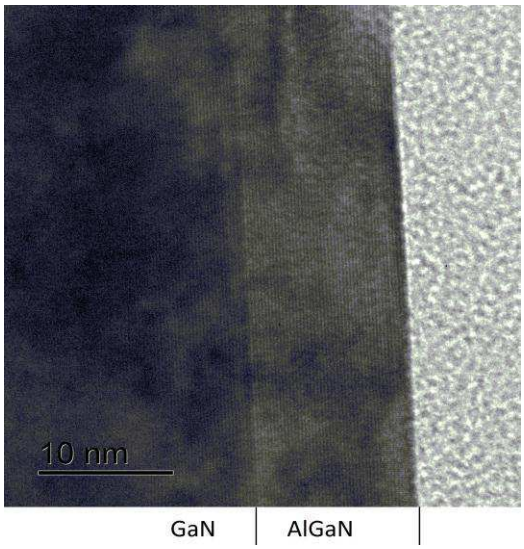


Рисунок 4 – Поперечное изображение образца №2226, полученное с помощью просвечивающей электронной микроскопии. На рисунке обозначены слои гетероструктуры.

Для определения влияния степени структурной релаксации на частотные характеристики HEMT была измерена предельная частота усиления по току $f_T^{изм}$ и построена зависимость $f_T^{изм}(R^B)$, а также зависимость удельного значения подзатворной ёмкости C_{GS0}^{exp} от степени структурной релаксации R^B (рис. 5).

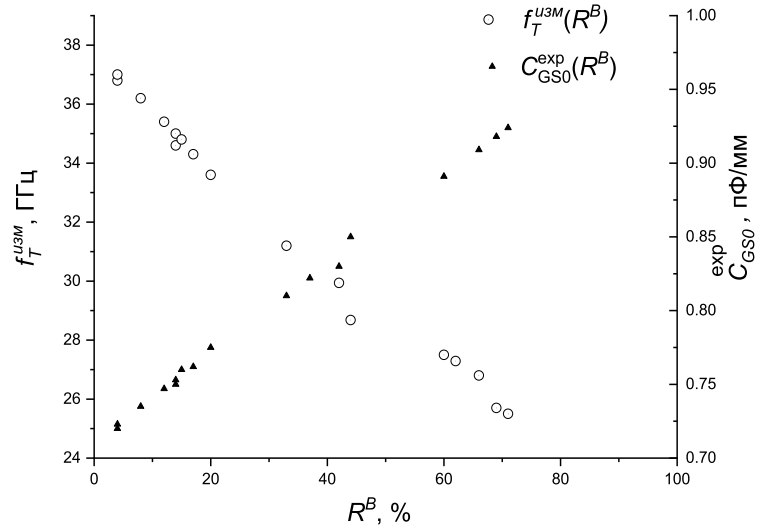


Рисунок 5 – Зависимости измеренной предельной частоты усиления по току $f_T^{изм}(R^B)$ и подзатворной емкости C_{GS0}^{exp} (R^B) от степени структурной релаксации, определенной из ВФХ

Полученные экспериментальные зависимости близки к линейным. Зависимость $f_T^{изм}(R^B)$ зеркальна к зависимости $C_{GS0}^{exp}(R^B)$, что показывает негативное влияние дополнительной подзатворной емкости образовавшейся в результате протекания процесса структурной релаксации на частотными характеристиками HEMT на основе GaN.

ВЛИЯНИЕ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОГО ТЕРМОЦИКЛИРОВАНИЯ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КРУПНОЗЕРНИСТОГО СПЛАВА TINI ПРИ ПОСЛЕДУЮЩЕМ СТАРЕНИИ

Чуракова А.А.[1,2], Гундеров Д.В.[1,2]

[1]Институт физики молекул и кристаллов - обособленное структурное подразделение Федерального государственного бюджетного научного учреждения Уфимского федерального исследовательского центра Российской академии наук 450075, г. Уфа, пр. Октября, 151, Россия

[2]Уфимский государственный авиационный технический университет, 450008, г. Уфа, ул. Карла Маркса, 12, Россия

Сплавы TiNi выделяются среди материалов с эффектом памяти формы (ЭПФ) наибольшими функциональными характеристиками, повышенной прочностью, пластичностью, коррозионной стойкостью, биосовместимостью и т.д. Вследствие этого они широко используются в технике и медицине [1-4]. Одним из видов термообработки является термоциклирование (ТЦ) через интервал мартенситных превращений, которое заключается в многократном повторении цикла «охлаждение ниже $M_н$ – нагрев выше $A_к$» [5]. Термоциклирование приводит к изменениям в структурном (введение и размножение дислокаций) и напряженном состояниях, поэтому с его помощью можно управлять функциональными свойствами сплавов TiNi. Во-вторых, поскольку эти изменения в ходе термоциклирования стабилизируются, то стабилизируются и функциональные свойства, включая параметры однократного ЭПФ, сверхупругости и обратимого ЭПФ. Структурные изменения при термоциклировании приводят к изменению и механических функциональных свойств сплавов TiNi. В целом, исследования особенностей структурообразования и механические свойства при старении и термоциклировании сплавов на основе TiNi проводились давно, но в то же время ограниченное количество данных по влиянию термоциклирования с последующим старением на микроструктуру и механические свойства сплавов TiNi в различных состояниях.

В качестве материала исследования был использован интерметаллид системы TiNi. Сплав $Ti_{49}Ni_{51}$ - застехиометрический, основная фаза - аустенитная, имеющая B2 кристаллическую решетку, и фазу обогащенную никелем Ti_2Ni_3. Для формирования твердого раствора на основе TiNi осуществляли закалку сплавов из области гомогенности (от 800°С) в воду. Термоциклирование образцов в различных исходных состояниях осуществлялось путем последовательного погружения образцов в жидкий азот (-196 ºС) с последующим нагревом до температуры 150 °С, что заведомо ниже и выше температур $M_н$ и $A_к$ мартенситного превращения. Число термоциклов «нагрев – охлаждение» составило от 0 до 100. Толщина образцов, подвергнутых ТЦ, в сечении была менее 1 мм, что обеспечивало их быстрый прогрев и охлаждение. Время выдержки составило t=8 мин для обеспечения полного нагрева/охлаждения образцов. Механические испытания на растяжение проводили при температуре 25 ºС на плоских образцах с рабочей базой $1\times0{,}25\times4{,}5$ мм со скоростью растяжения $1\times10^{-3}с^{-1}$.

Были проведены отжиги в интервале температур 250-500°С. Для сравнения полученных результатов выбраны исходные КЗ состояния, КЗ+ТЦ (n=20, 100), а также КЗ+ТЦ (n=20, 100) + отжиг 400 °С, так как именно при этой температуре происходит интенсивное старение.

Таблица 1 - Данные механических испытаний на растяжение в различных состояниях

состояние		$\sigma_в$, МПа	σ_m, МПа	$\sigma_т$, МПа	δ, %
КЗ	Закалка 800°С	1020	255	540	33
	Отжиг 400°С	945	220	610	24
КЗ+ТЦ (n=20)		1005	345	665	22
КЗ+ТЦ (n=100)		970	330	635	21
КЗ+ТЦ+400°С (n=20)		980	205	690	21
КЗ+ТЦ+400°С (n=100)		935	215	565	18

Согласно результатам механических испытаний на растяжение ТЦ при n=20 приводит к повышению предела текучести, что связано с накоплением генерации дислокаций. Увеличение количества циклов до n=100 привело к незначительному падению текучести, что может быть связано с эффектом насыщением при ТЦ. Последующее старение при Т=400°С после ТЦ показало, что предел текучести возрастает, что можно объяснить более равномерным распределением частиц старения на дислокационных сетках. Значительное падение после отжига Т=400°С при n=100 циклах может быть связано с высокой плотностью дефектов и частиц старения, которое приводит к разрушению образцов при более низких значениях предела текучести, затрудняя движение дислокаций в процессе пластической деформации. При этом предварительное ТЦ по сравнению с состоянием без ТЦ, показывает, что в процессе старения повышается предел текучести и прочности, в то же время для объяснения полученных результатов необходимо проведение микроструктурных исследований.

Литература

1. Пушин, В.Г. Предпереходные явления и мартенситные превращения / В.Г. Пушин, В.В. Кондратьев, В.Н. Хачин. – Екатеринбург: УрО РАН, 1998. – 368 с.

2. Собянина, Г.А., Зельдович, В.И. Фазовые превращения в сплавах никелида титана. III Закономерности процесса старения IV. Мартенситные превращения в состаренных сплавах // ФММ.– 1998.– т.86.– №1.– с. 134–153.

3. Хачин, В.Н. Никелид титана: структура и свойства / В.Н. Хачин, В.Г. Пушин, В.В. Кондратьев. – М.: Наука, 1992. – 160с. - ISBN 5-02-007137-

4. Song, C. Structure and properties of amorphous and nanocrystalline TiNi prepared by severe plastic deformation and annealing / A.V. Sergueeva, C. Song, R.Z. Valiev, A.K. Mukherjee // Mater. Sci. Eng. – 2003. – A339, pp. 159-165.

5. Лихачев В.А., Кузьмин СЛ., Каменцева З.П. Эффект памяти формы. Л. – Изд-во ЛГУ, 1987. – 216 с.

6. Z.G. Wang, X.T. Zu, P. Fu, J.Y. Dai, S. Zhu, L.M. Wang. Mater. Eng. A – 2003, 360, 126

7. X.M. He, L.Z. Zhao, X.M. Wang, R.F. Zhang, M.S. Li. Mater. Sci. Eng. A - 2006, 427, 327

8. Nishida M., Honma T. Scripta Met., 1984. V18. P. 1293

9. Nishida M., Honma T. Effect of heat treatment on the all-round shape memory effect in Ti-51 at. % Ni // Scr. met. 1984. - V. 18. - №11. P. 1299-1302.

ВИБРОКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ АМОРФНЫХ СПЛАВОВ С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ

Беляев С.П.[1,2], Рубаник В.В. мл[3,4], Рубаник В.В.[3,4], Реснина Н.Н.[1,2], Поникарова И.В.[1], Ужекина А.Н.[4], Демидова Е.С.[1], Шеляков А.В.[5]

[1]Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург, Россия
[2]Петербургский институт ядерной физики НИЦ « Курчатовский институт», Гатчина, Россия
[3]Витебский государственный технологический университет, Витебск, Беларусь
[4]Институт технической акустики НАН Беларуси, Витебск, Беларусь
[5]Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» (Московский инженерно-физический институт), Москва, Россия
E-mail: spbelyaev@mail.ru

В последние годы было показано, что механические вибрации могут оказывать влияние на формирование кристаллической структуры не только при кристаллизации из жидкого состояния, но и в аморфных сплавах. Более того, кристаллическая структура, которая формируется при механических вибрациях, отличается от структуры сплава, закристаллизованного путем нагревания. Таким образом, применение механических вибраций для кристаллизации аморфных сплавов может позволить получать материалы с новыми свойствами. Это особенно актуально для сплавов с памятью формы, функциональные свойства которых определяются структурой сплава. Ранее авторами было показано, что механические вибрации, как низкочастотные, так и ультразвуковые, приложенные к аморфных сплавам на основе TiNi в течение 10 минут, приводят к структурной релаксации и формированию кристаллических нанокластеров, величина и количество которых определяется параметрами вибраций: амплитудой и частотой. Целью данной работы явилось изучение влияние длительности механических вибраций на кристаллизацию аморфного сплава на основе TiNi.

В качестве объекта исследования были выбраны тонкие аморфные ленты сплава $Ti_{40.7}Hf_{9.5}Ni_{41.8}Cu_8$, полученные методом закалки из расплава. Образцы подвергали механическим вибрациям амплитудой 4 мкм и частотами 2 Гц и 20 Гц при комнатной температуре в динамическом механическом анализаторе Mettler Toledo в течение времени от 0,5 до 4 часов. Механические вибрационные воздействия с ультразвуковой частотой 22 кГц и амплитудой 4 мкм осуществляли при комнатной температуре в ультразвуковой наковальне. После механического воздействия, исследовали изменение электросопротивления образцов и изучали их структуру методами рентгеноструктурного анализа и просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения. Полученные результаты показали, что увеличение длительности механических вибраций может приводить к тому, что нанокристаллические кластеры увеличиваются в размерах, сливаются и образуют кристаллические стенки между которыми находятся аморфные островки. Доля кристаллической фазы увеличивается, что подтверждается появлением рефлексов на электронограммах и дифракционных максимумов при больших углах на рентгенограммах. Однако виброкристаллизация происходит локально и большая часть образца остается аморфной. Предполагается, что для полной кристаллизации необходимо увеличить длительность механических вибраций.

Работа выполнена в рамках совместного проекта РФФИ (№18-58-00023-Бел-а) – БРФФИ (№Т18Р-288) с использованием оборудования ресурсных центров «Рентгенодифракционные методы исследования» и «Нанотехнологии» СПбГУ.

ЭФФЕКТ СТАБИЛИЗАЦИИ МАРТЕНСИТА В СПЛАВЕ Ti-50.0Ni ПОСЛЕ ОХЛАЖДЕНИЯ ПОД НАГРУЗКОЙ

Иванова А.Б., Япарова Е.Н., Реснина Н.Н., Беляев С.П.
Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург, Россия,
E-mail: alezandraivanova@mail.ru

Ранее было показано, что предварительное деформирование в мартенситном состоянии смещает температуры обратного мартенситного перехода при последующем нагревании на десятки градусов по сравнению с температурами фазового перехода в недеформированном сплаве или с температурами обратного превращения при втором нагреве. Было предположено, что это явление связано с тем, что в процесс деформирования за счет переориентации мартенситной фазы повреждаются межмартенситные границы. Это препятствует обратному движению межфазных границ при нагревании, поэтому необходимо перегреть сплав, чтобы инициировать обратное превращение. Вместе с тем, ориентированный мартенсит может появляться не только за счет переориентации неориентированного мартенсита при деформировании в мартенситной фазе, но и при охлаждении через температурный интервал прямого перехода под нагрузкой. В процессе охлаждения кристаллы ориентированного мартенсита могут возникать как напрямую из аустенитной B2 фазы, так и при дополнительной переориентации неориентированных кристаллов, которые возникли при охлаждении. В связи с этим возникает вопрос о том, будет ли проявляться эффект стабилизации мартенсита после деформирования сплава TiNi за счет охлаждения под напряжением. Решению этого вопроса посвящено данное исследование.

Плоские образцы (толщина 0,5мм, длина и ширина рабочей части 40 мм и 3,8 мм) сплава Ti – 50,0 ат. % Ni, закаленные от 900 ^{o}C, устанавливали в стандартные захваты испытательной машины “Lloyd 30k Plus”, нагревали до температуры 150 ^{o}C, при которой сплав находился в аустенитной фазе, нагружали напряжением от 30 до 400 МПа, охлаждали под нагрузкой до комнатной температуры, при которой сплав находился в мартенситной фазе, разгружали и подвергали циклу “нагрев до 200 ^{o}C, охлаждение до 20 ^{o}C, нагрев до 150 ^{o}C”, чтобы исследовать изменение деформации при первом нагреве и при втором нагреве. Дополнительно, некоторые из образцов после деформации путем охлаждения под нагрузкой и разгрузки извлекали из испытательной машины, и вырезали из них образцы размером 3x3 мм, которые помещали в камеру дифференциального сканирующего калориметра, где нагревали, охлаждали и нагревали по той же схеме, что и при измерении деформации, для того, чтобы исследовать мартенситные переходы.

Полученные данные показали, что в образцах, которые были предварительно деформированы за счет охлаждения под нагрузкой, наблюдается эффект стабилизации мартенсита. Установлено, что эффект стабилизации мартенсита по-разному проявляется для температур начала ($A_н$) и окончания ($A_к$) обратного перехода. Так, температура $A_н$ увеличивается на 10 ^{o}C при возрастании остаточной деформации до 5 % и далее не меняется, а температура $A_к$ возрастает на 40 ^{o}C. Таким образом, можно заключить, что способ предварительного деформирования не влияет на смещение температуры $A_к$ и оказывает заметное воздействие на смещение температуры $A_н$.

Работа выполнена при поддержке Российского Научного Фонда (грант № 18-19-00226).

ЭФФЕКТ СТАБИЛИЗАЦИИ МАРТЕНСИТА В СПЛАВЕ Ti – 51.0.%Ni С B2 → B19’ ИЛИ B2→R→B19’ ПЕРЕХОДАМИ

Рахимов Т.М.[1], Беляев С.П.[1], Реснина Н.Н.[1], Андреев В.А.[2,3]
[1]Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург, Россия
[2]ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ», Москва, Россия
[3]Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва, Россия
E-mail: moldybizkit@mail.ru

Целью работы явилось исследование эффекта стабилизации мартенсита в сплаве Ti – 51.0 ат. %Ni, испытывающем различные мартенситные переходы. В качестве объектов исследования использовали проволочные образцы диаметром 1,5мм, которые были подвергнуты двум термообработкам: закалке от 900 ^{o}C 10 минут в воде и закалке от 900 ^{o}C в воде и отжигу при температуре 450^{o}C течение 2-х часов. После закалки образцы испытывали одностадийное превращение из кубической B2 фазы в моноклинную B19’ при охлаждении и обратный переход при нагревании. После закалки и отжига образцы при охлаждении испытывали превращение из B2 фазы в B19’ фазу через образование промежуточной R фазы. Вне зависимости от того, какое превращение испытывает сплав, образцы были продеформированы от 1 до 7 % при температуре -35 ^{o}C, при которой все образцы находились в B19’ фазе. Для этого, образцы устанавливали в специальные захваты испытательной машины “Shimadzu 50kN-AG”, охлаждали до температуры -70 ^{o}C, чтобы перевести весь объем сплава в мартенситное B19’ состояние, нагревали до температуры -35^{o}C, при которой сохранялась B19’ фаза и растягивали до заданной деформации при постоянной температуре. После этого образцы разгружали, нагревали до 100^{o}C, чтобы исследовать эффект памяти формы и охлаждали до -70 ^{o}C и нагревали до 100^{o}C, чтобы изучить эффект обратимой памяти формы. Свыше 7 % образцы не деформировали, поскольку отожженные образцы разрушались. В экспериментах одновременно измеряли изменение деформации, напряжения, температуры и электросопротивления.

Результаты показали, что диаграммы деформирования образцов зависят от того каким путем при охлаждении была получена B19’ фаза. В закаленных образцах, напряжение переориентации мартенситной B19’ фазы было выше, чем в отожженных, однако длина площадки переориентации на диаграммах деформирования, была больше, чем в отожженных. Исследование эффекта стабилизации мартенсита показало, что чем меньше напряжение, которое было достигнуто при деформировании, тем меньше величина эффекта стабилизации мартенсита. Если деформация не превосходила 4 %, то величина эффекта стабилизации мартенсита была меньше в отожженных образцах. Если деформация превосходила 4 %, то величина эффекта стабилизации мартенсита была меньше в закаленных образцах. Высказано предположение о том, что это может быть связано с тем, что структура B19’ фазы, зависит от того, каким путем эта фаза была получена при охлаждении.

Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда (грант № 18-19-00226)

СПЛАВЫ С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ, ПОЛУЧЕННЫЕ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ

Реснина Н.Н.[1], Беляев С.П.[1], Palani I.A.[2]
[1]*Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург, Россия,*
[2] *Indian Institute of Technology Indore, Simrol, India*
E-mail: resnat@mail.ru

Сплавы с памятью формы на основе TiNi находят широкое применение в различных отраслях техники и медицины благодаря своей уникальной способности восстанавливать значительную неупругую деформацию при нагревании или разгрузке, генерировать высокие напряжения и совершать преобразование тепловой энергии в механическую. Одной из важных проблем, которая препятствует расширению границ применения сплавов с памятью формы и сдерживает внедрение этих материалов, является трудоемкость изготовления деталей и сложных элементов. Это обусловлено такими причинами как дороговизна исходного сырья, трудность механической обработки деталей, большой расход материала. В связи с этим использование аддитивных технологий для изготовления деталей из сплавов с памятью формы на основе TiNi является весьма перспективным. Однако до внедрения этого метода в технологические процессы необходимо изучить какое изменение происходит со структурой и свойствами образцов, полученных методами аддитивных технологий, по сравнению со свойствами исходного материала. В настоящей работе представлен обзор используемых аддитивных методов производства изделий из сплавов памятью формы и проанализированы их достоинства и недостатки.

Аддитивные технологии можно условно разделить на технологии обработки источником энергии локальных участков некоторого материала (Bed deposition), например, слоя порошка, и технологии прямого послойного синтеза (Direct deposition), в которых из модельного материала, например, проволоки непосредственно формируется необходимая деталь. Большинство изделий получено методами «Bed deposition». Вместе с тем, использование прямых методов является экономически более выгодным, во-первых, потому что проволока из никелида титана дешевле порошка, а, во-вторых, для прямых методов послойного синтеза необходимо количество проволоки равное количеству изготавливаемой детали, тогда как при использовании «Bed deposition» технологий количество порошка должно в несколько раз превышать объем изготавливаемой детали. В связи со сказанным, особый интерес представляет использование метода WAAM (wire arc additive manufacturing), в котором сплавление слоев проволоки происходит методом локальной дуговой сварки. Однако работ, в которых исследованы структура и свойства образцов, полученных этим методом, и сравнение свойств этих изделий со свойствами исходной проволоки, используемой для производства, крайне мало, что не позволяет выявить достоинства этого метода по сравнению с методами лазерного селективного спекания и плавления.

Работа выполнена в рамках совместно проекта RSF-DST при поддержке Российского Научного Фонда (грант № 19-49-02014)

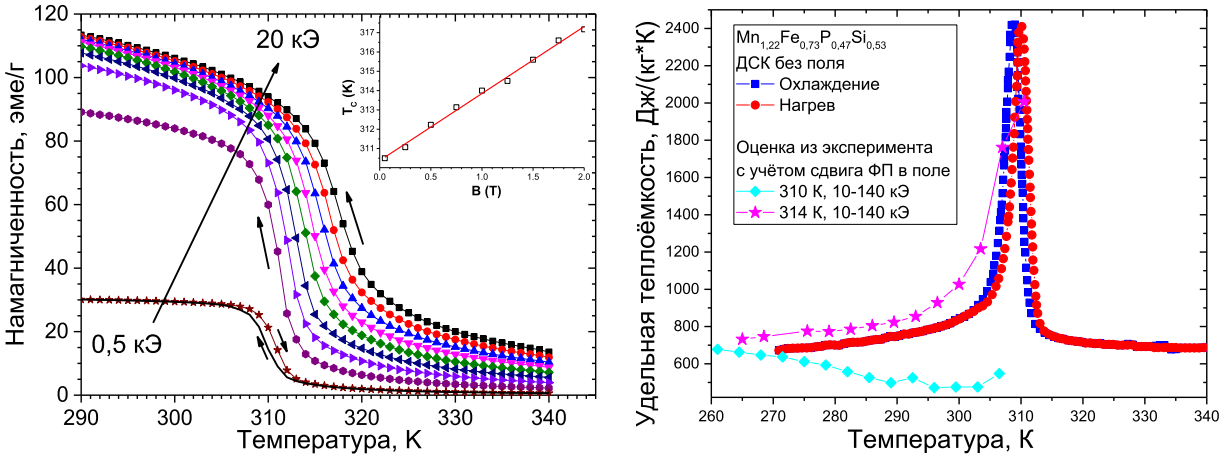
МАГНИТНЫЙ ФАЗОВЫЙ ПЕРЕХОД В СПЛАВЕ $(MN,FE)_2(P,SI)$

Каманцев А.П., Коледов В.В., Шавров В.Г.
ИРЭ им. В.А. Котельникова РАН, Москва, Россия, kaman4@gmail.com

Соединения на основе Mn представляют большую группу магнитокалорических материалов с потенциалом для использования в технологии магнитного охлаждения. Подробный обзор свойств соединений на основе Mn был представлен в [1]. В 2002 году, были представлены новые соединения Mn-Fe-P-As [2]. Данные сплавы обладают кристаллической структурой типа Fe_2P пространственной группы $P\bar{6}2m$ [2]. Регулируя соотношение P/As, точку Кюри T_C в них можно изменять в широком диапазоне температур от 150 до 335 К, например, $MnFeP_{0.5}As_{0.5}$ имеет T_C = 280 К и изменение магнитной энтропии ΔS = 25 Дж/(кг·К) в поле 20 кЭ [3]. Небольшое изменение в соотношении P/As значительно сдвигает точку Кюри и уменьшает ΔS, например, в $MnFeP_{0.45}As_{0.55}$ [4]: T_C = 306 К и ΔS = 13 Дж/(кг·К) в 20 кЭ. Другой интересной группой соединений на основе Mn являются сплавы Mn-Fe-P-Si [5]. Они демонстрируют магнитокалорическое поведение аналогичное Mn-Fe-P-As, однако, их главное преимущество состоит в отсутствии токсичных элементов (As) в их составе.

Образец $Mn_{1.22}Fe_{0.73}P_{0.47}Si_{0.53}$ был получен методом твердофазной реакции [6]. Исходные компоненты сплава размалывались в течение 10 часов, затем спрессовывались в таблетки, которые запаивались в кварцевые ампулы в атмосфере аргона под давлением 200 мбар. Термообработка проводилась при 1373 К в течение 40 часов с последующей закалкой в воду. Перед проведением измерений образцы 5 раз нагревались/охлаждались, т.е. проводилось термоциклирование через фазовый переход (ФП). Измерения намагниченности выполнялись на вибрационном магнитометре Quantum Design (рис. 1а). Эксперименты по дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) в нулевом магнитном поле проводились на коммерческой установке TA Q2000 (рис. 1б).

На рис. 1а представлена намагниченность образца в зависимости от температуры в магнитных полях от 0,5 до 20 кЭ. Сдвиг температуры ФП по полю равен $\sigma = dT/dH$ = 0,35 К/кЭ, а точка Кюри при нагреве T_C = 313 К в низком поле. Полная ширина гистерезиса на половине максимума пика теплоемкости в нулевом магнитном поле составляет 3,0 К (рис. 1б). Интегрируя пик теплоёмкости на полувысоте получаем, что скрытая теплота ФП в $Mn_{1.22}Fe_{0.73}P_{0.47}Si_{0.53}$ составляет λ = 5800 Дж/кг.



(а) (б)

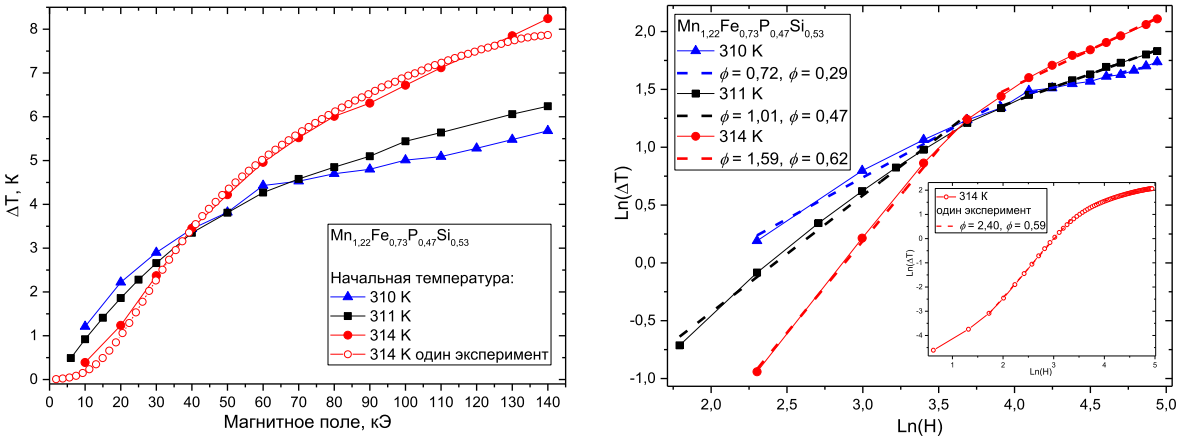
Рисунок 1 - а) Намагниченность образца $Mn_{1.22}Fe_{0.73}P_{0.47}Si_{0.53}$ в зависимости от температуры (при нагреве, кроме H = 0,5 кЭ) в различных магнитных полях (0,5 кЭ, а затем от 2,5 до 20 кЭ с шагом 2,5 кЭ), на вставке показана зависимость температуры ФП от поля (масса образца 2 мг). б) Удельная теплоёмкость образца $Mn_{1.22}Fe_{0.73}P_{0.47}Si_{0.53}$, полученная методом ДСК (масса образца 30 мг), на вставке результат оценки удельной теплоёмкости из экспериментальных данных в магнитном поле.

Исследования магнитокалорического эффекта (МКЭ) проводились в полях Биттеровском магнита до 140 кЭ в Лаборатории сильных магнитных полей и низких температур, г. Вроцлав, Польша. Эксперименты по одновременному измерению адиабатического изменения температуры ΔT и изотермического тепла ΔQ в магнитном поле проводились по методике, описанной в [7]. Скорость изменения магнитного поля составляла 2 кЭ/сек. Температура измерялась при помощи платиновых терморезисторов PT-1000. Перед экспериментом была измерена кривая релаксации, и постоянная времени составила ~ 800 сек, что значительно больше, чем длительность включения/выключения магнитного поля. На образце 1 массой m_1 = 2,340 г измерялся ΔT-эффект. Образец 2 массой m_2 = 0,231 г приклеивался к вольфрамовому блоку массой m_b = 10,451 г (m_b/m_2 = 45,2). Расчёт ΔQ-эффекта проводился по формуле

$$\Delta Q = -\frac{m_b}{m_2} \cdot C_b \cdot \Delta T_b , \qquad (1)$$

где ΔT_b - изменения температуры блока, C_b - удельная теплоемкость блока.

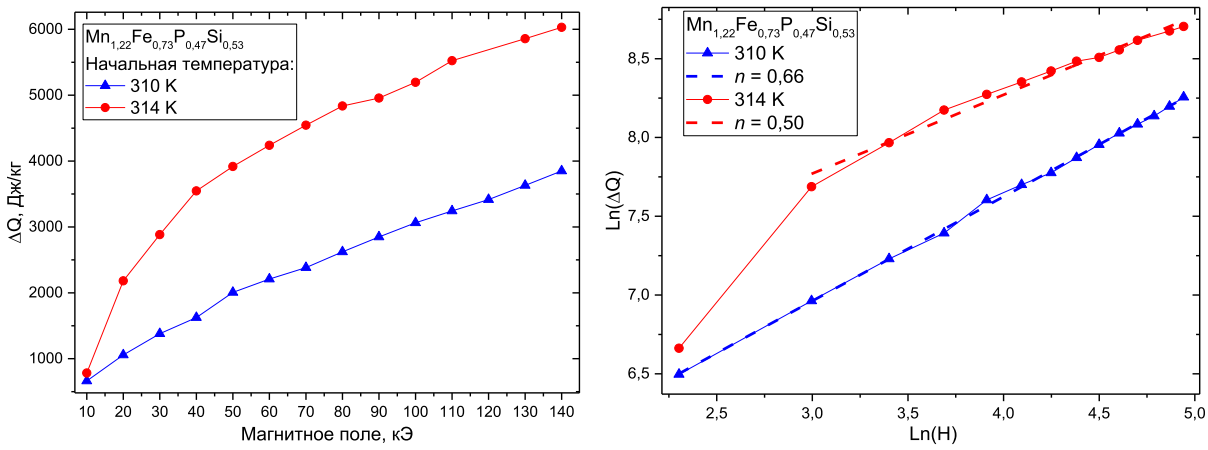
Максимальное значение адиабатического МКЭ, полученного на образце $Mn_{1.22}Fe_{0.73}P_{0.47}Si_{0.53}$, составляет ΔT = 8,2 K в поле H = 140 кЭ при T_0 = 314 K (рис. 2а) [8]. Теоретически вблизи точки Кюри $\Delta T \sim H^{2/3}$ [9]. Для проверки этого соотношения зависимости $\Delta T(H)$ были построены в логарифмических координатах (рис. 2б), и на них можно выделить два линейных участка: 10-40 кЭ и 50-140 кЭ. На участке 10-40 кЭ по наклону прямой получены значения показателя степени зависимости ΔT от H: φ = 0,72 .. 1,59 и φ = 2,40 в отдельном эксперименте. На участке 50-140 кЭ получено: φ = 0,29 .. 0,62 и φ = 0,59 в отдельном эксперименте (рис. 2б). Таким образом, закон 2/3 для $Mn_{1.22}Fe_{0.73}P_{0.47}Si_{0.53}$ приближённо выполняется лишь при T_0 = 314 K в полях от 50 кЭ. Это объясняется тем, что $Mn_{1.22}Fe_{0.73}P_{0.47}Si_{0.53}$ в точке Кюри демонстрирует ФП 1-го рода (рис. 1б) с довольно узким гистерезисом, а закон 2/3 выводился для ФП 2-го рода [9].



(а) (б)

Рисунок 2 - а) Адиабатическое изменение температуры ΔT в $Mn_{1.22}Fe_{0.73}P_{0.47}Si_{0.53}$ в зависимости от магнитного поля при разных начальных температурах. б) Зависимость ΔT от магнитного поля в логарифмических координатах. Во вставке – отдельный эксперимент в логарифмических координатах.

Максимальное значение квазиизотермического МКЭ, полученное на $Mn_{1.22}Fe_{0.73}P_{0.47}Si_{0.53}$, составляет ΔQ = –6030 Дж/кг в поле H = 140 кЭ при T_0 = 314 K (рис 3а). Учитывая, что диссипативные эффекты в эксперименте слабы и $\Delta Q = \Delta S \cdot T$, можно считать, что $\Delta Q \sim H^n$. Построим зависимости $\Delta Q(H)$ в логарифмических координатах для определения n (рис 3б). Показатели степени оказались следующие n(310 K) = 0,66 и n(314 K) = 0,50. В работе [10] показано, что по теории среднего поля в сплавах с редкоземельными элементами в точке Кюри $\Delta S \sim \Delta T \sim H^{2/3}$, однако там же отмечается, что для зонных магнетиков будет выполняться соотношение $\Delta S \sim H^{1/2}$, как в Ni [11]. Таким образом, ΔQ в $Mn_{1.22}Fe_{0.73}P_{0.47}Si_{0.53}$ при температуре ниже ФП подчиняется закону 2/3 как магнетики из редкоземельных элементов, а немного выше ФП – закону 1/2, что типично для зонных магнетиков.



(а) (б)

Рисунок 3 - а) Изотермическое тепло ΔQ (по модулю) переданное из образца $Mn_{1.22}Fe_{0.73}P_{0.47}Si_{0.53}$ в вольфрамовый блок в зависимости от магнитного поля при разных начальных температурах, и б) то же в логарифмических координатах.

Одновременное измерение ΔT и ΔQ - эффектов позволяет провести оценку для удельной теплоёмкости $Mn_{1.22}Fe_{0.73}P_{0.47}Si_{0.53}$ вблизи ФП по формуле

$$\tilde{C} \approx -\frac{\Delta Q}{\Delta T}. \qquad (2)$$

Рассчитанные значения $\tilde{C}$ (с учётом сдвига ФП в магнитном поле σ = 0,35 К/кЭ) представлены на рис. 1б. Значения $\tilde{C}$, полученные из данных для T_0 = 314 К, с хорошей точностью (10-15%) ложатся на кривую удельной теплоёмкости образца в нулевом поле, снятую методом ДСК. Значения $\tilde{C}$, полученные из данных для T_0 = 310 К, не ложатся на кривую ДСК. Это объясняется тем, что при 310 К образец находится в переходной области между ФМ и ПМ фазами, поэтому ΔQ-эффект при включении магнитного поля возникает за счёт лишь магнитного упорядочения, а пик на кривой ДСК возникает вследствие перестройки структуры кристаллической решетки.

Таким образом, подробная расшифровка магнитокалорических свойств может быть использована для получения более фундаментальных характеристик ФП.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, проект № 18 – 08 – 01434.

Литература

[1] Brück E. et al. //International journal of refrigeration. – 2008. – Т. 31. – № 5. – С. 763-770.
[2] Tegus O. et al. //Nature. – 2002. – Т. 415. – №. 6868. – С. 150.
[3] Brück E. et al. //Physica B: Condensed Matter. – 2003. – Т. 327. – №. 2-4. – С. 431-437.
[4] Brück E. et al. //Journal of magnetism and magnetic materials. – 2005. – Т. 290. – С. 8-13.
[5] Dung N. H. et al. //Applied Physics Letters. – 2011. – Т. 99. – №. 9. – С. 092511.
[6] Yibole H. et al. //Journal of Physics D: Applied Physics. – 2014. – Т. 47. – № 7. – С. 075002.
[7] Kamantsev A.P. et al. // Journal of Applied Physics. – 2015. – V. 117. – №. 16. – P. 163903.
[8] Guillou F. et al. // IEEE Transactions on Magnetics. – 2015. – V. 51. – №. 11. – P. 2503904.
[9] Белов К. П. Магнитотепловые явления в редкоземельных магнетиках. – Наука, 1990.
[10] Oesterreicher H., Parker F.T. //Journal of Applied Physics. – 1984. – Т. 55. – №. 12. – С. 4334-4338.
[11] Kouvel J.S. et al. //Physical Review. – 1964. – Т. 136. – №. 6A. – С. A1626.

ПОРОШКОВАЯ ТЕХНОЛОГИЯ ПОЛУЧЕНИЯ СПЛАВОВ Ti-Nb-Ta, Ti-Nb-Zr МЕДИЦИНСКОГО НАЗНАЧЕНИЯ

Юдин С.Н.[1,2], Касимцев А.В.[1,2], Володько С.С.[2], Алимов И.А.[2]
[1] *ООО «Метсинтез», г. Тула, Россия, metsintez@yandex.ru*
[2] *Тульский государственный университет, г. Тула, Россия*

Сплавы систем Ti-Nb-Ta, Ti-Nb-Zr обладают эффектом памяти формы, сверхупругостью, низким модулем Юнга и состоят только из биологических совместимых с человеческим телом элементов [1, 2]. Всё это делает указанные системы основной для создания материалов медицинского назначения. Благоприятное сочетание механических и функциональных свойств показывают сплавы Ti-22Nb-6Ta и Ti-22Nb-6Zr % ат. (Ti-31,1-16,5Ta и Ti-33,8-9,1Zr % масс.).

На данный момент основной технологией получения рассматриваемых материалов является литьё. Поскольку сплавы состоят из элементов с разной плотностью, высокой химической активностью и тугоплавкостью, то металлургический процесс производства значительно усложнён. Кроме того, при выплавке такие параметры, как скорость охлаждения расплава и однородность распределения компонентов в слитке плохо поддаются контролю, что ведёт к невоспроизводимости результатов при изготовлении. Для преодоления описанных трудностей предлагается использовать методы порошковой металлургии, базирующиеся на двух основных операциях: металлотермический (гидридно-кальциевый) синтез порошка требуемого состава и последующая его консолидация. На рисунке 1 представлена схема разрабатываемой технологии получения порошковых сплавов систем Ti-Nb-Ta, Ti-Nb-Zr.



Рисунок 1 – Технологическая схема получения сплавов систем Ti-Nb-Ta, Ti-Nb-Zr консолидацей гидридно-кальциевого порошка

Гидридно-кальциевым методом при температуре синтеза 1200 °С было изготовлено по 12 кг каждого сплава Ti-22Nb-6Ta и Ti-22Nb-6Zr [3]. Химический состав порошков показан в таблице 1. Согласно рентгенофазовому анализу, порошки имели структуру типа A2 на основе *β*-титана.

Таблица 1 – Химический состав сплавов Ti-22Nb-6Ta и Ti-22Nb-6Zr, синтезированных гидридно-кальциевым методом

Сплав	% массовый						
	Ti	Nb	Ta	Zr	Fe	Ni	Ca
Ti-22Nb-6Ta	основа	30,1	17,4	-	0,08	0,3	0,43
Ti-22Nb-6Zr		33,2	-	8,7	0,07	0,2	0,40

Используя различные методы консолидации, можно получать заготовки как в пористом, так и беспористом состояниях. Как видно из рисунка 1, операция консолидации состоит из двух этапов: холодное гидростатическое прессование + вакуумное спекание при 1600 °С и горячего изостатического прессования (ГИП)

спечённых образцов при температуре 920 °С под давлением 150 МПа. Основные научные и технологические особенности консолидации гидридно-кальциевых порошков сплавов Ti-22Nb-6Ta и Ti-22Nb-6Zr достаточно полно изложены в работе [4].

После прессования и вакуумного спекания получали цилиндрические заготовки диаметром ~36 мм, длиной 200 мм, массой около 1100 г. На рисунке 2 демонстрируется типичный внешний вид спечённого материала. ГИП предварительно спечённых образцов позволяет довести их остаточную пористость до уровня П <1 %.

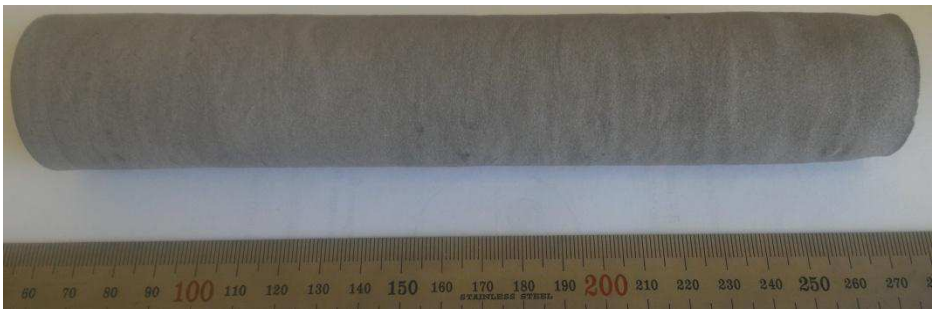


Рисунок 2 – Внешний вид заготовок сплавов Ti-22Nb-6Ta (П = 16 %) и Ti-22Nb-6Zr (П = 8 %), полученных вакуумным спеканием гидридно-кальциевых порошков

Примеси внедрения оказывают значительное влияние на свойства титановых сплавов. В таблице 2 сведены данные о содержании O, N, C и H в консолидированных образцах Ti-22Nb-6Ta и Ti-22Nb-6Zr. Откуда видно, что материал, получаемый по разрабатываемой порошковой технологии (рисунок 1), отличается относительно низким уровнем концентраций примесей.

Таблица 2 – Содержание примесей внедрения в консолидированных сплавах Ti-22Nb-6Ta и Ti-22Nb-6Zr

Сплав	Состояние	% массовый			
		O	N	C	H
Ti-22Nb-6Ta	спечённый	0,22	0,09	0,12	0,02
	после ГИП				
Ti-22Nb-6Zr	спечённый	0,22	0,03	0,12	0,03
	после ГИП				

На рисунке 3 представлены результаты оценки механических свойств при испытании образцов (ГОСТ 1497-84) на одноосное растяжение при комнатной температуре на машине Zwick Z250. Скорость деформирования задавали на уроне 10^{-3} $с^{-1}$. Деформацию контролировали контактным экстензометром. Образцы на растяжение готовили в соответствии с ГОСТ 1497-84. За результат принимали среднее из трёх испытаний.

Из рисунка 3 видно, что создание пористой структуры является эффективным способом уменьшения модуля Юнга при сохранении достаточной прочности. В беспористом состоянии сплавы имеют довольно близкие механические свойства.

Механическая прочность ($\sigma_{0,2}$) и модуль Юнга пористых заготовок сравнимы со свойствами литого интерметаллида TiNi (ТУ 1-809-253-80), применяемого в качестве имплантов.

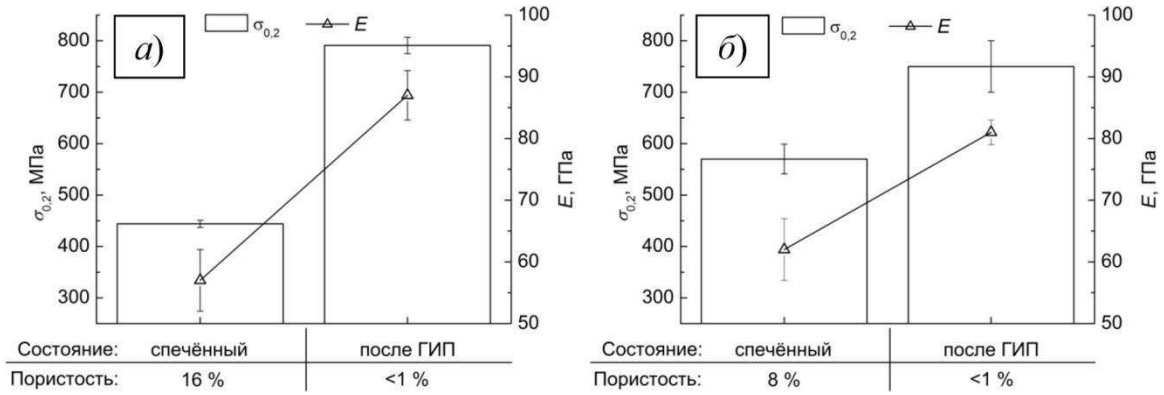


Рисунок 3 – Механические свойства на растяжение консолидированных сплавов Ti-22Nb-6Ta (*а*) и Ti-22Nb-6Zr (*б*)

Таким образом, показано, что по порошковой технологии: гидридно-кальциевый синтез + консолидация возможно получать качественные сплавы систем Ti-Nb-Ta, Ti-Nb-Zr, имеющие структуру *β*-Ti, однородный химический состав и относительно низкую концентрацию примесей внедрения (O, N, C, H). Консолидированные заготовки отличаются высокой прочностью и малым модулем Юнга, что важно для медицинских материалов.

Список использованных источников

1. Kim H.Y., Fu J., Tobe H., Kim J.I., Miyazaki S. Crystal Structure, Transformation Strain, and Superelastic Property of Ti-Nb-Zr and Ti-Nb-Ta Alloys // Shape memory and Superelasticity. – 2015. – Vol. 1. - №2. – P. 107 – 116.
2. Biesiekierski A., Wang J., Gepreel M. A.-H., Wen C. A new look at biomedical Ti-based shape memory alloys // Acta Biomaterialia. – 2012. – Vol. 8. – P. 1661 – 1669.
3. Касимцев А.В., Шуйцев А.В., Юдин С.Н., Левинский Ю.В., Свиридова Т.А., Алпатов А.В., Новосветлова Е.Э. Гидридно-кальциевый синтез порошков сплавов на основе системы Ti-Nb // Металлы. – 2017. - №5. – С. 52 – 63.
4. Kasimtsev A.V., Yudin S.N., Volodko S.S., Alpatov A.V. Powder technology for manufacturing compact blanks of Ti – Nb – Ta, Ti – Nb – Zr alloys // Non-ferrous Metals. – 2018. – Vol. 45. - №2. – P. 29 – 36.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СПЛАВА $Ti_{28}Ni_{52}Hf_{20}$

Володько С.С.[1], Юдин С.Н.[1,2], Касимцев А.В.[2]
[1] *Тульский государственный университет, Тула, Россия, volodko.sv@yandex.ru*
[2] *ООО Метсинтез, Тула, Россия, metsintez@tula.net*

Использование сплавов TiNiHf с высокотемпературным эффектом памяти формы в авиации и ядерной энергетике предъявляет высокие требования не только к уровню функциональных, но и механических свойств. Известно, что тройные сплавы, такие как TiNiHf, работают при повышенных температурах. При этом в них, как правило, развивается термоупругое мартенситное превращение, при котором происходит смена фазового состава. Такие механические характеристики как предел прочности и предел текучести являются структурночувствительными, поэтому находясь в той или иной аллотропической модификации сплав может демонстрировать различное механическое поведение. С этой целью в работе проведены испытания на сжатие никель-обогащенного сплава $Ti_{28}Ni_{52}Hf_{20}$ в различных структурных состояниях.

Исходная заготовка была получена по порошковой технологии, включающей гидридно-кальциевый синтез порошка и дальнейшую его консолидацию путем прессования, спекания и горячего изостатического прессования. Механические испытания по схеме сжатия проводили на образцах цилиндрической формы, вырезанных из исходной заготовки. Прочностные характеристики на сжатие определяли в мартенситной области при комнатной температуре, в двухфазной области (240 °С) и в аустенитной области (370 °С). Образцы для испытаний при комнатной температуре имели размеры d = 6 мм, l = 10 мм, для испытаний при повышенной температуре – d = 1,5 мм, l = 3 мм. Температуры деформации были выбраны, ориентируясь на температуры мартенситных превращений, определенных при помощи дифференциальной сканирующей калориметрии (таблица 1).

Таблица 1 – Температуры прямого и обратного мартенситного превращения

M_s, °С	M_f, °С	As, °С	A_f, °С	$(A_f - M_s)$
270	148	168	317	47

На рисунке 1 показаны кривые напряжение-деформация, где деформация оценивалась по ходу траверсы и носит лишь качественный характер. Механические характеристики суммированы и представлены в таблице 2. При комнатной температуре наблюдается один предел текучести, который соответствует пределу текучести мартенсита. При повышенных температурах, когда материал находится в двухфазном и аустенитном состоянии, помимо предела текучести, наблюдается площадка текучести σ_{Ms}. Напряжение σ_{Ms} на кривых 2 и 3 (рисунок 1) соответствует критическому напряжению, при котором происходит образование мартенсита деформации.

Стоит отметить увеличение предела текучести в двухфазной области, которое, по-видимому, связано с возникновением мартенсита деформации и его влиянием на упругое поведение материала. С увеличение температуры испытаний предел прочности на сжатие снижается. Однако при температуре 370 °С сохраняет довольно высокие значения, при этом по ходу кривых качественно можно сказать, что пластические свойства повышаются относительно комнатной температуры.

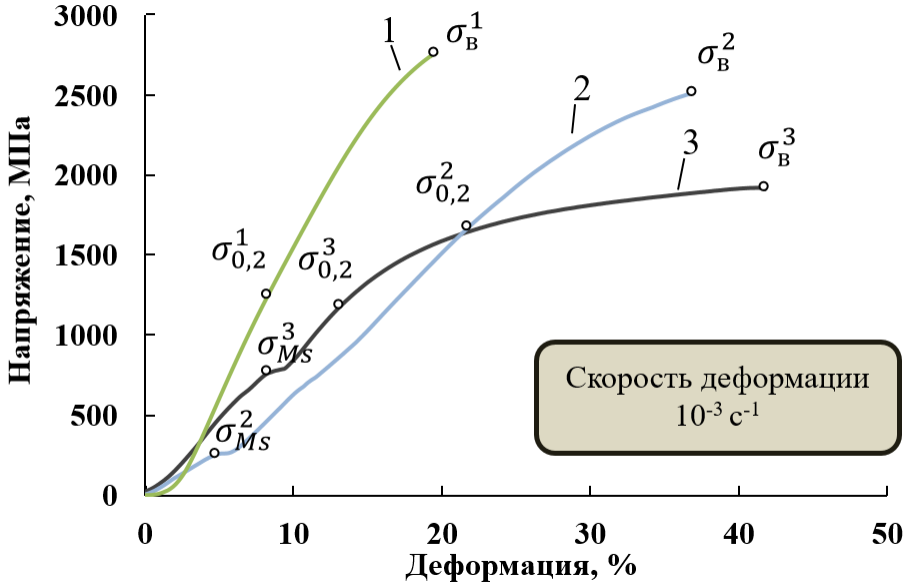


Рисунок 1 - Кривые напряжение-деформация при сжатии сплава $Ti_{27,5}Ni_{51,8}Hf_{20,7}$. Температура испытаний: 1 – 25 °С; 2 – 240 °С; 3 – 370 °С

Таблица 2 – Механические свойства на сжатие порошкового сплава

Температура испытаний, °С	$\sigma_{0,2}$, МПа	$\sigma_в$, МПа	σ_{Ms}
25	1250	2760	-
240	1680	2520	260
370	1160	1940	760

Таким образом, порошковый сплав $Ti_{28}Ni_{52}Hf_{20}$ обладает высоким уровнем прочностных свойств на сжатие в мартенситном, аустенит + мартенсит и аустенитном состояниях.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ, № 18-03-00451 А.

ВЛИЯНИЕ ДИСПЕРСНОСТИ НЕКОГЕРЕНТНЫХ УПРОЧНЯЮЩИХ ЧАСТИЦ НА ДЕФОРМАЦИОННОЕ УПРОЧНЕНИЕ ДИСПЕРСНО-УПРОЧНЕННЫХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ АЛЮМИНИЯ

Данейко О.И., Ковалевская Т.А.
Томский государственный архитектурно-строительный университет,
г. Томск, Россия, E -mail: olya_dan@mail.ru

Создание материалов все более сложного фазового и компонентного состава, обладающих уникальными свойствами, является неуклонной тенденцией технологии конструкционных материалов. Целенаправленное управление прочностными и пластическими свойствами, как и выявление оптимальных структурных состояний конструкционных дисперсно-упрочненных материалов невозможны без выяснения механизмов формирования высокой прочности при деформации. Эффективным путем исследования процесса пластической деформации служит сочетание реального физического эксперимента с математическим моделированием и вычислительным экспериментом. Моделирование позволяет описать процесс пластической деформации в соответствии с сопутствующими ему и реализующими его структурными превращениями.

Целью настоящей работы является исследование пластического поведения материала с алюминиевой матрицей и упрочняющими некогерентными частицами различной дисперсности при разных температурах. Для исследования использовалась математическая модель пластической деформации дисперсно-упрочнённых материалов с ГЦК-матрицей и некогерентными недеформируемыми частицами. Предполагалось, что частицы упрочняющей фазы имеют сферическую форму и равномерно распределены в матрице.

Модель включает уравнения баланса деформационных линейных (сдвигообразующие дислокации, призматические петли вакансионного и межузельного типа, дислокационные диполи вакансионного и межузельного типа) и точечных (межузельные атомы, моновакансии и бивакансии) дефектов с учетом их генерации, аннигиляции и трансформации в процессе пластической деформации. Система дифференциальных уравнений, описывающих процессы накопления линейных и точечных дефектов, имеет общий вид [1–3]:

$$\frac{d\rho_k}{da} = \mathrm{G}(\delta, \Lambda_p, \tau_{\mathrm{dyn}}, D) + \mathrm{R}(\rho_k, \dot{a}),$$

где ρ_k – плотность дефекта какого-либо типа; *a* – деформация сдвига; $\dot{a}$ – скорость деформации; G – генерация (появление и размножение) и R – релаксация (аннигиляция и трансформация) какого-либо дефекта; δ – диаметр упрочняющих частиц; Λ_p – расстояние между частицами; τ_{dyn} – напряжение, избыточное над статическим сопротивлением движению дислокаций; *D* – диаметр зоны сдвига. Каждый параметр модели имеет физический смысл и может быть вычислен из физических соображений (или указаны пределы его изменения) [4, 5].

Предполагалось, что формирование дислокационных диполей начинается при достижении в материале критической плотности дислокаций [5], определяемой масштабными характеристиками упрочняющей фазы (размером частиц, расстоянием между центрами частиц). Внешнее воздействие на материал задается уравнением или системой уравнений, имеющих различную структуру в зависимости от физического воздействия, которое является причиной деформации.

В модели учтены основные механизмы генерации и аннигиляции деформационных дефектов [5]. В уравнениях баланса дислокаций учтена аннигиляция винтовых дислокаций поперечным скольжением, невинтовых – переползанием за счет осаждения на них точечных дефектов. Функции, описывающие скорость генерации и аннигиляции деформационных дефектов, получены на основе анализа механизмов формирования зоны кристаллографического сдвига в дисперсно-упрочненных материалах [5].

С использованием математической модели пластической деформации дисперсно-упрочненных материалов с ГЦК-матрицей и некогерентной упрочняющей фазой проведено исследование влияния температуры деформации на кривые деформационного упрочнения и кинетику составляющих дефектной подсистемы при разных сочетаниях масштабных характеристик упрочняющей фазы.

Показано, что в широком спектре температур деформации с увеличением размера частиц или уменьшением расстояния между ними напряжение течения возрастает. Для деформационного упрочнения гетерофазных сплавов характерно существование двух стадий, разделенных критической плотностью дислокаций, при превышении которой начинается формирование дислокационных диполей, вследствие чего увеличивается общая плотность дислокаций и значительно увеличивается упрочнение материала. При увеличении расстояния между упрочняющими частицами критическая плотность дислокаций в материале достигается при меньшей степени деформации и, следовательно, дислокационные диполи в таких сплавах формируются на более ранних стадиях деформации. Скорость накопления дислокационных диполей значительно выше в материалах с малым расстоянием между упрочняющими частицами. Поэтому может сложиться ситуация при некоторой степени деформации, когда в материале с меньшей объемной долей частиц напряжение течения будет более высоким, чем в сплаве с большей объемной долей. При высоких температурах дислокационные диполи не формируются, что является одной из причин слабого деформационного упрочнения материала.

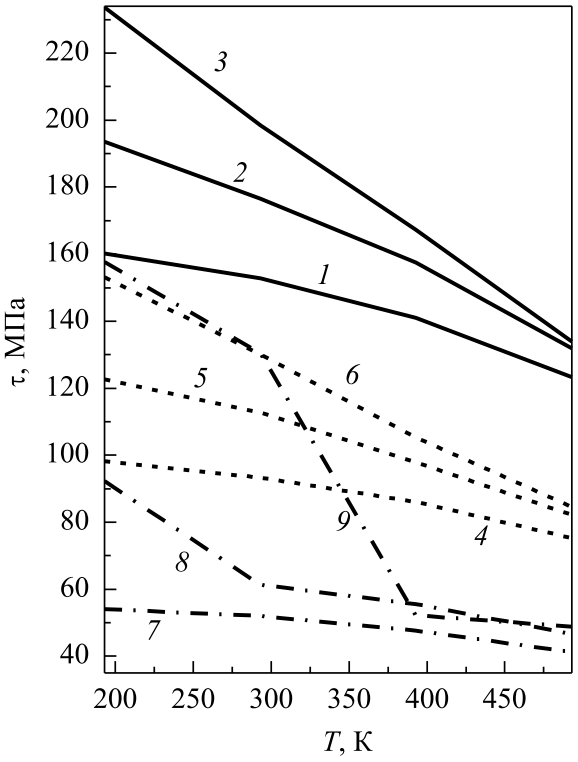


Рисунок 1 - Температурная зависимость напряжения течения. Объёмная доля упрочняющей фазы 0.1 %. Диаметр частиц, нм: кр. *1-3* – 10, кр. *4-6* – 20, кр. *7-9* – 50. Степень деформации: кр. *1, 4, 7* – 0.05; кр. *2, 5, 8* – 0.1; кр. *3, 6, 9* – 0.2

Наблюдается уменьшение напряжения течения с увеличением температуры деформации (рис. 1). Отсутствие диполей в составе дислокационной структуры приводит к монотонному уменьшению напряжения течения при возрастании температуры деформации (рис. 1, кр. *1-7*). Напряжение течения увеличивается при уменьшении размера частиц в пределах одной объёмной доли упрочняющей фазы.

Появление дипольных структур в составе дислокационного ансамбля дисперсно-упрочнённого сплава с размером частиц δ = 50 нм при низких температурах нарушает монотонную последовательность уменьшения напряжения течения с ростом размера наночастиц (рис. 1, кр. *9*). Вместе с тем, формирование дипольных дислокационных конфигураций в материалах является причиной наличия областей сильной температурной чувствительности на кривых температурной зависимости напряжения течения (рис. 1, кр. *8*, *9*).

Температурная зависимость напряжения течения при малых степенях деформации (рис. 1, кр. *1, 4, 7*) менее выражена, чем при больших деформациях. При высоких температурах значимый вклад в аннигиляционные процессы в дислокационной подсистеме вносят термодинамически равновесные точечные дефекты, что приводит к заметному снижению напряжения течения. Наиболее сильно

температурная зависимость напряжения течения выражена при низких температурах деформации. Это обусловлено тем, что при увеличении температуры всё больше точечных дефектов становятся подвижными и включаются в аннигиляционные процессы

Обнаружен диапазон температур для материалов с разным сочетанием масштабных характеристик упрочняющей фазы, в котором наблюдается термическая стабильность напряжения течения. Выявлены области сильной температурной зависимости напряжения течения.

Показано, что в материалах с наноразмерными частицами дислокационные диполи не образуются на протяжении всего процесса пластической деформации в условиях постоянной скорости деформации в широком спектре температур вплоть до высоких степеней деформации. Таким образом, дислокационная структура материалов, упрочненных наноразмерными частицами, включает в себя наряду со сдвигообразующими дислокациями призматические петли вакансионного и межузельного типа.

Таким образом, в настоящей работе показано, что размер упрочняющих частиц является определяющим параметром для величины напряжения течения дисперсно-упрочнённых сплавов при разных температурах деформации. Наблюдается монотонное уменьшение напряжения течения с ростом температуры деформации. В докритической области плотностей дислокаций увеличение размера частиц упрочняющей фазы (при фиксированной объёмной доле упрочняющей фазы) снижает напряжение течения. С появлением дипольных конфигураций в составе дислокационного ансамбля значительно увеличивается плотность дислокаций и напряжение течения соответствующих материалов, что влечёт за собой нарушение монотонного снижения напряжения течения с ростом размера упрочняющих частиц.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Daneyko O.I., Kovalevskaya T.A., Kolupaeva S.N., Kulaeva N.A., Semenov M.E. Influence of the temperature and strain rate on the evolution of the dislocation structure of a dispersion-hardened material with FCC matrix // Russian Physics Journal. – 2012. – V. 54. – No. 9. – pp. 989-993.
2. Данейко О.И., Ковалевская Т.А., Колупаева С.Н., Семёнов М.Е., Мелкозёрова Н.А. Влияние скорости деформации на деформационное упрочнение и эволюцию дефектной подсистемы в гетерофазных материалах с ГЦК-матрицей // Изв. вузов. Физика. – 2009. – Т. 52. – № 9-2. – С.125-131.
3. Кулаева Н.А., Данейко О.И., Ковалевская Т.А., Старенченко В.А. Влияние масштабных характеристик упрочняющей фазы со сверхструктурой $L1_2$ на эволюцию дислокационных диполей в процессе пластической деформации // Вестник Тамбовского университета. Серия: Естественные и технические науки. – 2016. – Т. 21. – № 3. – С. 1089-1092.
4. Matvienko O., Daneyko O., Kovalevskaya T. Mathematical modeling of nanodispersed hardening of FCC materials / Acta Metallurgica Sinica (English Letters). – 2018. – Vol. 31. – Issue (12). – pp. 1297-1304.
5. Ковалевская Т.А., Виноградова И.В., Попов Л.Е. Математическое моделирование пластической деформации гетерофазных сплавов. – Томск: Изд-во Том. ун-та, 1992. – 168 с.

МАТЕМАТИЧЕСКОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ ДИСПЕРСНО-УПРОЧНЕННЫХ ГЦК-СПЛАВОВ С НЕКОГЕРЕНТНЫМИ НЕДЕФОРМИРУЕМЫМИ ЧАСТИЦАМИ

Ковалевская Т.А, Данейко О.И.
Томский государственный архитектурно-строительный университет, г. Томск, Россия, E-mail: takov47@mail.ru

Применение композитов на основе металлической матрицы, упрочнённой дисперсными частицами второй фазы, остаётся по-прежнему актуальным в разных областях промышленности и военной техники. Металлические дисперсно-упрочненные материалы обладают наилучшим соотношением между прочностью и пластичностью. Варьируя состав матрицы и наполнителя, можно получить материалы с требуемым набором свойств. Математическое моделирование позволяет варьировать характеристики дисперсно-упрочнённого материала и воздействия на него в широких пределах, что практически невозможно сделать экспериментально. Современные методы математического моделирования позволяют прогнозировать пластическое поведение дисперсно-упрочненного материала, исследовать механизмы пластической деформации, определяющие прочностные и пластические свойства материала.

Дисперсные частицы упрочняющей фазы оказывают сопротивление движению дислокаций при нагружении материала. Чем сильнее это сопротивление, тем выше прочность. Эффективность упрочнения зависит от вида частиц, их размера, формы, объемной концентрации, а также от равномерности распределения в матрице. В данной работе исследуется материал с ГЦК-матрицей и некогерентными недеформируемыми сферическими частицами упрочняющей фазы. Разработана математическая модель, в основе которой лежит атомно-дислокационная интерпретация концепции упрочнения и отдыха, каждому элементу деформационной дефектной структуры соответствует дифференциальное уравнение баланса этого дефекта. В модели учтены релаксационные и аннигиляционные процессы, связанные с генерацией точечных дефектов. В уравнениях баланса сдвигообразующих дислокаций учтена аннигиляция винтовых дислокаций поперечным скольжением, невинтовых – переползанием за счет осаждения на них точечных дефектов. Учтено, что при росте призматических дислокационных петель и увеличении плеча дислокационных диполей они теряют устойчивость и по дальнейшему поведению становятся аналогичными сдвигообразующим дислокациям.

Показано, что для гетерофазных материалов с недеформируемыми частицами существует некоторая критическая плотность дислокаций ρ_c, определяемая масштабными характеристиками упрочняющей фазы, при превышении которой качественно изменяется характер дефектной структуры зоны сдвига, и в связи с этим и количество уравнений в модели [1]. Модель представляет собой систему дифференциальных уравнений баланса деформационных дефектов различного типа, которая включает шесть или восемь уравнений в зависимости от интервала плотностей дислокаций. В условиях докритической плотности дислокаций ($\rho < \rho_c$) основными элементами деформационной дефектной структуры являются сдвигообразующие дислокации (их плотность обозначим ρ_m) и призматические петли межузельного (ρ_P^i) и вакансионного (ρ_P^v) типа. В закритической области ($\rho > \rho_c$) к ним добавляются межузельные (ρ_d^i) и вакансионные (ρ_d^v) дипольные дислокационные конфигурации. Модель также включает уравнение, связывающее скорость деформации $\dot{a}$ с дефектностью материала и приложенным воздействием. Таким образом, система уравнений баланса элементов деформационной дефектной среды может быть записана в виде [2]:

$$\frac{d\rho_m}{da} = (1-\omega_s P_{as})\frac{F}{Db} - \frac{2b}{\dot{a}}((1-\omega_s)\rho_m^2 \min(r_a, \rho_m^{-1/2})(c_{2v}Q_{2v} + c_{1v}Q_{1v} + c_iQ_i) +$$

$$+\alpha\sqrt{\rho}(\rho_p^v(c_{1v}Q_{1v} + c_{2v}Q_{2v}) + \rho_p^i c_iQ_i) + \frac{1}{r_a}(\rho_d^i c_iQ_i + \rho_d^v(c_{1v}Q_{1v} + c_{2v}Q_{2v}))),$$

$$\frac{d\rho_p^i}{da} = \frac{<\chi>\delta}{2\Lambda_p^2 b} - \frac{2\alpha}{\dot{a}}\sqrt{\rho}\rho_p^i b(2c_{2v}Q_{2v} + c_iQ_i + 2c_{1v}Q_{1v}),$$

$$\frac{d\rho_p^v}{da} = \frac{<\chi>\delta}{2\Lambda_p^2 b} - \frac{2\alpha}{\dot{a}}\sqrt{\rho}\rho_p^v b(c_{2v}Q_{2v} + 2c_iQ_i + c_{1v}Q_{1v}),$$

$$\frac{d\rho_d^v}{da} = \frac{1}{\Lambda_p b} - \frac{2b}{\dot{a}r_a}\rho_d^v(c_{2v}Q_{2v} + c_iQ_i + c_{1v}Q_{1v}),$$

$$\frac{d\rho_d^i}{da} = \frac{1}{\Lambda_p b} - \frac{2b}{\dot{a}r_a}\rho_d^i(c_{2v}Q_{2v} + c_iQ_i + c_{1v}Q_{1v}),$$

$$\frac{dc_i}{da} = q\frac{\tau_{dyn}}{G} - \frac{c_i}{\dot{a}}[((1-\omega_s)\rho_m + \rho_p + \rho_d)b^2Q_i + Q_{1v}c_{1v} + Q_{2v}c_{2v} + Q_i(c_{1v} + c_{2v})],$$

$$\frac{dc_{1v}}{da} = \frac{q\tau_{dyn}}{6G} - \frac{1}{\dot{a}}[(((1-\omega_s)\rho_m + \rho_p + \rho_d)b^2 + c_i + c_{1v})Q_{1v}c_{1v} + Q_ic_ic_{1v} - (Q_{2v} + Q_i)c_i c_{2v}],$$

$$\frac{dc_{2v}}{da} = \frac{5q\tau_{dyn}}{6G} - \frac{1}{\dot{a}}[(((1-\omega_s)\rho_m + \rho_p + \rho_d)b^2 + c_i)Q_{2v}c_{2v} + Q_ic_ic_{2v} - Q_{1v}c_{1v}^2].$$

$$\dot{a} = \frac{8}{\pi}\frac{v_D B\beta_r^{1/2}}{\xi^{1/6}F(1-\beta_r)}\frac{\tau^3(((1-\beta_r)\rho_m + \rho_p + \rho_d)(\tau-\tau_a))^{1/3}}{G^{4/3}b^{1/3}(\tau^2 - G^2b^2\xi\beta_r\rho_m)\rho_m^{1/2}}\exp[-\frac{0{,}2Gb^3 - (\tau-\tau_a)\Lambda b^2}{kT}].$$

Здесь a – деформация сдвига; D – диаметр зоны сдвига; F – параметр, определяемый формой дислокационных петель и их распределением в зоне сдвига; b – модуль вектора Бюргерса; ω_s – доля винтовых дислокаций; r_a – критический радиус захвата; P_{as} – вероятность аннигиляции винтовых дислокаций; τ_{dyn} – напряжение, избыточное над статическим сопротивлением движению дислокаций; Q_j – кинетический коэффициент; ν_D – частота Дебая; k – постоянная Больцмана; T – температура деформирования; $<\chi>$ – средняя величина параметра, характеризующего геометрию дислокаций на частицах; Λ_p – расстояние между частицами второй фазы, δ – размер частиц; c_i, c_{1v}, c_{2v} – концентрация межузельных атомов, моновакансий и бивакансий соответственно; q – параметр, определяющий интенсивность генерации точечных дефектов; G – модуль сдвига; B – параметр, определяемый вероятностью образования дислокационных барьеров, ограничивающих зону сдвига; ρ – плотность дислокаций; ξ – множитель Смоллмэна; τ – сдвиговое напряжение; Λ – длина свободного дислокационного сегмента; β_r – доля реагирующих дислокаций леса.

Проведено исследование влияния масштабных характеристик упрочняющей фазы, внешнего воздействия, температуры, скорости деформации на кривые деформационного упрочнения и эволюцию составляющих деформационной дефектной подсистемы ГЦК-монокристаллов дисперсно-упрочненных материалов в условиях деформации с постоянной скоростью деформирования. Выявлено, что увеличение расстояний между частицами и уменьшение размеров частиц существенно снижают плотность всех типов дислокаций, достигаемую в процессе деформации, и уменьшают деформационное упрочнение материала.

Вид кривой температурной зависимости напряжения течения существенно не отличается для материалов с разной матрицей (рис. 1), при этом чем выше модуль сдвига матрицы, тем большие напряжения возникают в материале (рис. 1, кривые *7-9*).

Существуют области сильной и слабой температурной и скоростной зависимости на кривой напряжения течения. Наиболее сильно температурная зависимость напряжения течения выражена при низких температурах деформации за счет вовлечения в аннигиляционные процессы всё большего числа деформационных точечных дефектов и при высоких (близких к температуре плавления) температурах за счёт термодинамически равновесных точечных дефектов.

Скоростная чувствительность обусловлена, прежде всего, тем, что с ростом температуры интенсивность аннигиляционных процессов существенно повышается благодаря увеличивающейся подвижности бивакансий и вакансий, что особенно заметно при малой скорости деформации, так как аннигиляционные процессы успевают осуществиться в полной мере. Скоростная зависимость напряжения течения особо выражена при высоких температурах за счет аннигиляционных процессов с участием термодинамически равновесных точечных дефектов (рис. 1, *а*, *б*, *в*). В целом вид температурной и скоростной зависимости для дисперсно-упрочненных материалов с различной ГЦК-матрицей аналогичен, но со смещением по температурам.

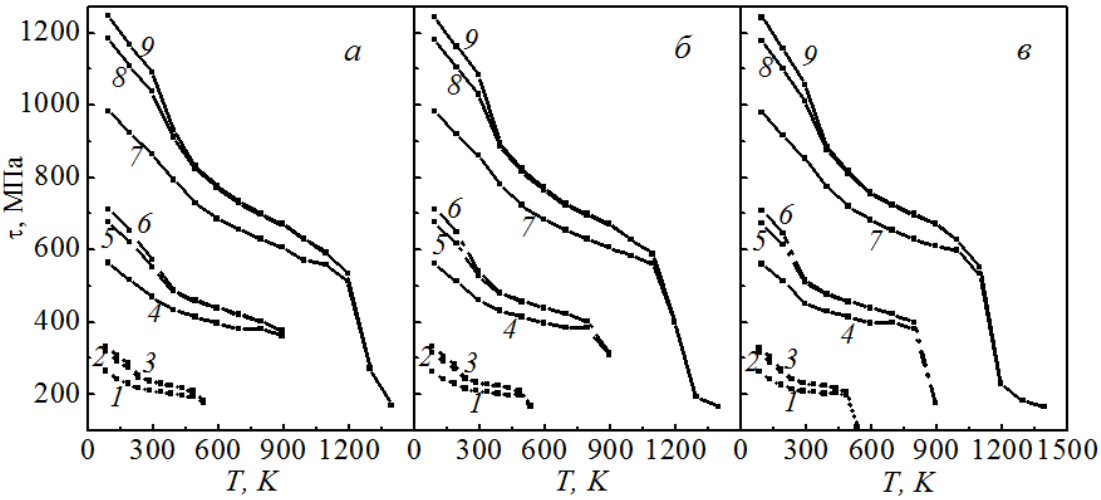


Рисунок 1 - Температурная зависимость напряжения течения для дисперсно-упрочненного материала на основе: *1-3* – алюминия, *4-6* – меди, *7-9* – никеля. Скорость деформации, $с^{-1}$: *а* – 10^{-2}, *б* – 10^{-3}, *в* – 10^{-4}. Степень деформации: *1*, *4*, *7* – 0,1; *2*, *5*, *8* – 0,3; *3*, *6*, *9* – 0,5.

При более глубокой деформации (*а* = 0,5) температурная и скоростная зависимости более выражены (рис. 1, кривые *3*, *6*, *9*). При высоких температурах скоростная чувствительность обусловлена аннигиляционными процессами с участием термодинамически равновесных точечных дефектов, которые при малой скорости деформации успевают осуществиться в большей мере. При средних температурах аннигиляционные процессы осуществляются за счет деформационных точечных дефектов – бивакансий и моновакансий, которые становятся подвижней с повышением температуры.

Список литературы

1. Ковалевская Т.А., Виноградова И.В., Попов Л.Е. Математическое моделирование пластической деформации гетерофазных сплавов. – Томск: Изд-во Том. ун-та, 1992. – 168 с.

2. Данейко О.И., Ковалевская Т.А., Колупаева С.Н., Семёнов М.Е., Мелкозёрова Н.А. Влияние скорости деформации на деформационное упрочнение и эволюцию дефектной подсистемы в гетерофазных материалах с ГЦК-матрицей // Изв. вузов. Физика. – 2009. – Т. 52. – № 9-2. – С.125-131.

ИССЛЕДОВАНИЕ НАПРЯЖЕНИЙ В КОМПОЗИТАХ ВСЛЕДСТВИЕ РАЗНОСТИ КОЭФФИЦИЕНТОВ ТЕРМИЧЕСКОГО РАСШИРЕНИЯ МАТРИЦЫ И УПРОЧНЯЮЩЕЙ ЧАСТИЦЫ

Матвиенко О.В.[1,2]

[1]*Национальный исследовательский Томский государственный университет Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36, 634050*

[2]*Томский государственный архитектурно-строительный университет Россия, г. Томск, пл. Соляная, 3, 634002, E-mail: matvolegv@mail.ru*

Исследование механического поведения композитов при резком изменении температуры является важной задачей при изучении вопроса о прочностных характеристиках данного класса материалов. Известно, что при тепловом нагружении нанокомпозита возникают термонапряжения. Их появление обусловлено различными свойствами материала матрицы и упрочняющих частиц.

Рассмотрим напряженно-деформированное состояние сферической частицы радиусом δ, окруженной матрицей в форме сферы радиусом R, возникающее в результате изменения температуры системы. Коэффициенты линейного температурного расширения материалов полагаются различными.

Уравнение равновесия упругой среды в сферических координатах в предположении сферической симметрии может быть записано в виде:

$$\frac{\partial \sigma_{rr}}{\partial r} + \frac{2\sigma_{rr} - \sigma_{\varphi\varphi} - \sigma_{\theta\theta}}{r} = 0. \qquad (1)$$

Связь между напряжениями σ_{ij} и деформациями ε_{ij}, выражающую обобщенный закон Гука, в условиях неизотермичности согласно гипотезе фон Неймана имеет вид:

$$\sigma_{ij} = \lambda \varepsilon_{kk} \delta_{ij} + 2\mu\varepsilon_{ij} - 3K\alpha\Delta T\delta_{ij}, \qquad (2)$$

где λ, μ – коэффициенты Ламе, K – модуль объемной деформации, α – коэффициент линейного температурного расширения, ΔT – изменение температуры, δ_{ij} – символ Кронекера.

Компоненты тензора деформации в условиях сферической симметрии имеют вид:

$$\varepsilon_{rr} = \frac{\partial u}{\partial r},\ \varepsilon_{\varphi\varphi} = \frac{u}{r},\ \varepsilon_{\theta\theta} = \frac{u}{r},\ \varepsilon_{r\varphi} = 0,\ \varepsilon_{r\theta} = 0,\ \varepsilon_{\varphi\theta} = 0. \qquad (3)$$

Подставляя в уравнение равновесия напряжения, выраженные через перемещения, получим

$$\frac{\partial}{\partial r}\left[\frac{1}{r^2}\frac{\partial}{\partial r}\left(ur^2\right)\right] = 0. \qquad (4)$$

Сначала проведем интегрирование уравнения (4) для сферической частицы для следующих граничных условий:

$$r = 0: \quad u = 0, \qquad r = \delta: \quad u = U. \qquad (5)$$

В результате несложных вычислений получим поле перемещений в частице:

$$u = U\frac{r}{\delta}. \qquad (6)$$

Поле напряжений в частице с использованием обобщенного закона Гука имеет вид:

$$\sigma_{rr} = \left(3\lambda_p + 2\mu_p\right)\frac{U}{\delta} - 3K_p\alpha_p\Delta T, \qquad (7)$$

$$\sigma_{\varphi\varphi} = \left(3\lambda_p + 2\mu_p\right)\frac{U}{\delta} - 3K_p\alpha_p\Delta T, \qquad (8)$$

$$\sigma_{\theta\theta} = \left(3\lambda_p + 2\mu_p\right)\frac{U}{\delta} - 3K_p\alpha_p\Delta T. \qquad (9)$$

Проинтегрируем теперь уравнение (4) для матрицы с учетом выполнения следующих граничных условий:

$$r=\delta: \quad u=U, \qquad r=R: \quad u=V. \tag{10}$$

Поле перемещения материала матрицы может быть определено как:

$$u=\frac{U\delta^2-VR^2}{\delta^3-R^3}r+\frac{UR-V\delta}{R^3-\delta^3}\frac{R^2\delta^2}{r^2}. \tag{11}$$

С использованием обобщенного закона Гука определим поле напряжений в матрице:

$$\sigma_{rr}=(\lambda_m+2\mu_m)\frac{\partial u_r}{\partial r}+2\lambda_m\frac{u_r}{r}-3K_m\alpha_m\Delta T, \tag{12}$$

$$\sigma_{\varphi\varphi}=2(\lambda_m+\mu_m)\frac{u_r}{r}+\lambda_m\frac{\partial u_r}{\partial r}-3K_m\alpha_m\Delta T, \tag{13}$$

$$\sigma_{\theta\theta}=2(\lambda_m+\mu_m)\frac{u_r}{r}+\lambda_m\frac{\partial u_r}{\partial r}-3K_m\alpha_m\Delta T. \tag{14}$$

С учетом соотношений (11) уравнение (12) может быть приведено к виду:

$$\sigma_{rr}=(3\lambda_m+2\mu_m)\left(\frac{U\delta^2-VR^2}{\delta^3-R^3}\right)+4\mu_m\frac{UR-V\delta}{\delta^3-R^3}\frac{R^2\delta^2}{r^3}-3K_m\alpha_m\Delta T. \tag{15}$$

Определим теперь параметры U и V. Напряжения на внешней границе матрицы в предположении $\delta<<R$ с учетом известной формулы $K=\left(\lambda+\frac{2}{3}\mu\right)$ могут быть оценены как:

$$\sigma_{rr}=3K_m\left(\frac{V}{R}\right)-3K_m\alpha_m\Delta T. \tag{17}$$

Пусть на внешней границе ($r=R$) к матрице приложено изотропное поле давления: ($\sigma_{rr}=-p$). Тогда константа интегрирования может быть определена как:

$$V=\left(\alpha_m\Delta T-\frac{p}{3K_m}\right)R. \tag{18}$$

Параметр U определим из условия непрерывности напряжений на границе между частицей и матрицей: $\sigma_{rr}\big|_-=\sigma_{rr}\big|_+$. В результате получим

$$U=\frac{VR^2\delta(3K_m+4\mu_m)+3(K_p\alpha_p\Delta T-3K_m\alpha_m\Delta T)\delta(R^3-\delta^3)}{3K_m\delta^3+4\mu_mR^3+3K_p(R^3-\delta^3)}. \tag{19}$$

Перейдем к анализу результатов. Основные расчеты выполнены для следующих параметров: $\alpha_m=2.3\cdot10^{-5}\,\text{К}^{-1}$, $\alpha_p=-8\cdot10^{-6}\,\text{К}^{-1}$, Модуль упругости матрицы – 70 ГПа, Модуль упругости частиц – 99ГПа, Модуль сдвига матрицы – 27 ГПа, Модуль сдвига частиц – 38. Размер частиц полагался равным $\delta=100$ нм, характерный размер исследуемой области - $R=1000\delta$. Внешнее давление полагалось равным $p=0$.

На рис. 1 представлено изменение по радиальной координате нормального напряжения σ_{rr} в частице и матрице. Вследствие различия упругих свойств формируется область положительных (растягивающих) напряжений. Максимальные значения напряжения наблюдаются в материале частицы, где они имеют постоянные значения. В материале матрицы по мере удаления от границы раздела эти напряжения достаточно резко ослабевают и на расстоянии порядка 5δ становятся пренебрежимо малыми.

Рис. 2 иллюстрирует радиальное распределение касательного напряжения $\sigma_{\varphi\varphi}$. В частице эти напряжения имеют постоянные положительные значения. связанные с ее растяжением вследствие воздействия на нее матрицы. На границе между частицей и матрицей происходит резкий скачок напряжений. При этом в матрице напряжения принимают отрицательные значения, то есть становятся сжимающими. По мере удаления от границы раздела касательные напряжения, также как и нормальные, резко убывают и на расстоянии порядка 5δ становятся пренебрежимо малыми.

Отметим, что вследствие сферической симметрии касательные напряжения $\sigma_{\varphi\varphi} = \sigma_{\theta\theta}$.

Анализ влияния температурного перепада на напряженное состояние позволяет сделать вывод, что с ростом ΔT происходит рост напряжений в частице и прилегающей к ней части матрицы. При этом в первом приближении величина возникающих напряжений оказывается пропорциональной ΔT.

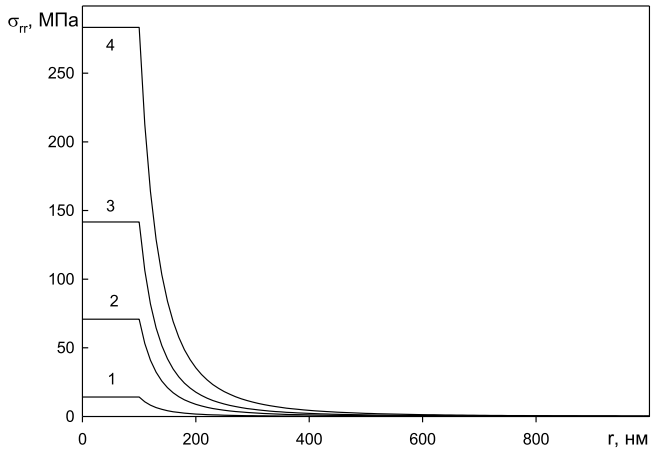


Рисунок 1 - Радиальное распределение нормального напряжения в частице и матрице для различных значений перепада температуры: 1 – $\Delta T = 10$К, 2 – 50, 3 – 100 , 4 – 200

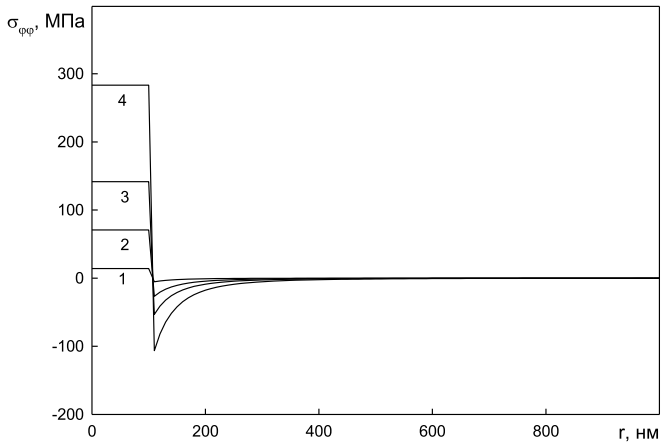


Рисунок 2 - Радиальное распределение касательных напряжений в частице и матрице для различных значений перепада температуры: 1 – $\Delta T = 10$К, 2 – 50, 3 – 100 , 4 – 200

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Мохначевский В.И., Кошелев П.Ф. Механические свойства композитных материалов при низких температурах. *Машиноведение*. 1983, №6, С.88-96.

2. Ковтанюк Л. В., Мурашкин Е. В. Формирование полей остаточных напряжений у одиночных сферических включений в идеальной упругопластической среде. *Изв. РАН. Механика твердого тела.* 2009. № 1. С. 94–104.

3. Матвиенко О.В., Данейко О.И., Ковалевская Т.А. Напряжённо-деформируемое состояние нагруженной трубы из сплава, упрочнённого некогерентными наночастицами. *Изв. вузов. Физика*. 2017. Т. 60. № 4. С. 7-13.

УПРУГОПЛАСТИЧЕСКАЯ ДЕФОРМАЦИЯ ТРУБЫ ИЗ ДИСПЕРСНО-УПРОЧНЁННОГО АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА, НАГРУЖЕННОЙ ВНЕШНИМ И ВНУТРЕННИМ ДАВЛЕНИЕМ

Матвиенко О.В.[1,2], Данейко О.И.[2], Ковалевская Т.А.[2]

[1]Национальный исследовательский Томский государственный университет, г. Томск, Россия

[2]Томский государственный архитектурно-строительный университет, г. Томск, Россия, E-mail: matvolegv@mail.ru

Повышение прочностных свойств конструкционных материалов является важнейшей задачей в машиностроении. Одним из перспективных направлений в материаловедении в настоящее время является создание дисперсно-упрочнённых материалов и использование их в машиностроении, энергетике, автомобилестроении, авиационной и космической промышленности.

Дисперсно-упрочненные сплавы представляют собой материал, в матрице которого равномерно распределены мелкодисперсные субмикронные и наноразмерные частицы другого вещества. В таких материалах большую часть нагрузки принимает на себя матрица, в которой благодаря большому количеству практически не растворяющихся в ней частиц второй фазы создается структура, сопротивляющаяся пластической деформации [1]. Особый интерес представляют композиты на основе алюминия, упрочненные наноразмерными частицами.

В современной энергетике в качестве элементов теплообменных аппаратов широко применяются трубы, которые в процессе эксплуатации оказываются нагруженными внутренним и внешним давлением. Для определения надежности работы теплообменных аппаратов необходима информация о напряжениях и деформациях, возникающих в стенках теплообменных труб в результате приложенного давления [2].

Рассмотрим напряженно-деформированное состояние трубы из дисперсно-упрочнённого алюминиевого сплава, нагруженной равномерным внутренним p_{in} и внешним p_{ex} давлением (рис. 1).

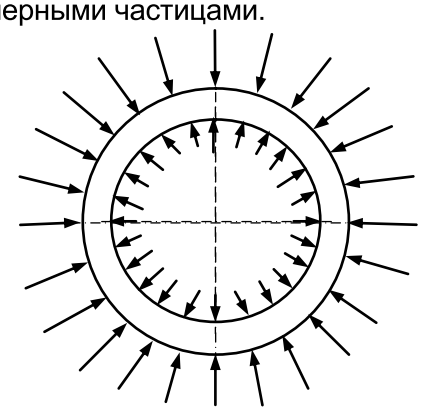


Рисунок 1 - Схема деформирования трубы

Для описания температурной зависимости модуля сдвига матрицы *G* можно использовать формулу Белла:

$$G = \begin{cases} G_0 & \text{при} \quad T < 0.06T_{\text{M}}, \\ \mathrm{G}_1\left(1 - \dfrac{T}{2T_{\text{M}}}\right) & \text{при} \quad 0.06T_{\text{M}} < T < 0.57T_{\text{M}}. \end{cases} \qquad (1)$$

Здесь $T_{\text{M}} = 933\,\text{К}$ – температура плавления, $G_0 = 35.017\,\text{МПа}$, $G_1 = 36.1\,\text{МПа}$ – параметры, характеризующие упругие свойства алюминия.

Зависимость предельного напряжения сдвига от степени деформации дисперсно-упрочнённого алюминиевого сплава, полученная в результате численных расчетов уравнений баланса элементов деформационной дефектной среды [3], имеет вид:

$$\tau_s = \tau_0 + \tau_1 \frac{(a - \tau_0/G)}{(a_1 - \tau_0/G) + a}, \qquad (2)$$

где τ_0, τ_1, a_1 – параметры, определяющие свойства материала, значения которых для различных размеров упрочняющих частиц δ, а также расстояний между частицами Λ_p представлены в табл. 1.

Таблица 1 - Параметры в зависимости (1).

Параметры	$T = 293$ К	$T = 393$ К	$T = 493$ К
$\Lambda_p = 100$ нм $\delta = 10$ нм	$\tau_0 = 81.08$ МПа $\tau_1 = 139.94$ МПа $a_1 = 0.0437$	$\tau_0 = 77.06$ МПа $\tau_1 = 99.29$ МПа $a_1 = 0.0244$	$\tau_0 = 68.83$ МПа $\tau_1 = 69.87$ МПа $a_1 = 0.0151$
$\Lambda_p = 200$ нм $\delta = 20$ нм	$\tau_0 = 43.13$ МПа $\tau_1 = 110.13$ МПа $a_1 = 0.0548$	$\tau_0 = 40.73$ МПа $\tau_1 = 71.86$ МПа $a_1 = 0.0264$	$\tau_0 = 36.26$ МПа $\tau_1 = 52.02$ МПа $a_1 = 0.0167$

Известно, что поперечные сечения длинной трубы, удаленные от торцов в случае приложения нагрузки в радиальном направлении, будут оставаться плоскими. С учетом осевой симметрии уравнение равновесия, описывающее баланс напряжений в радиальном направлении, примет вид:

$$\frac{\partial \sigma_{\text{пг}}}{\partial r} + \frac{\sigma_{\text{пг}} - \sigma_{\varphi\varphi}}{r} = 0. \qquad (3)$$

Уравнение (3) содержит две неизвестные величины: компоненты тензора напряжений σ_{rr} и $\sigma_{\varphi\varphi}$. Дополнительное соотношение для упругой деформации можно получить с помощью уравнения совместности напряжений, которое в случае плоской осесимметричной задачи имеет вид:

$$\frac{\partial}{\partial r}\left(r \frac{\partial}{\partial r}\left(\sigma_{\text{пг}} + \sigma_{\varphi\varphi}\right)\right) = 0. \qquad (4)$$

При пластической деформации упрочняющейся среды дополнительным условием, связывающим компоненты тензора напряжений, является условие пластического упрочнения [2]:

$$\left|\sigma_{\text{пг}} - \sigma_{\varphi\varphi}\right| = \tau_s(a). \qquad (5)$$

Решение уравнения равновесия (3) вместе с уравнением совместности напряжений (4) позволяет определить напряжения в стенках трубы в упругой области ($R_{\text{pl}} \le r \le R_{\text{ex}}$, R_{pl} – радиальная координата границы между зонами упругого и пластического деформирования) с помощью следующих зависимостей:

$$\sigma_{\text{пг}} = \frac{p_{\text{in}} R_{\text{in}}^2}{R_{\text{ex}}^2 - R_{\text{in}}^2}\left(1 - \frac{R_{\text{ex}}^2}{r^2}\right) - \frac{p_{\text{ex}} R_{\text{ex}}^2}{R_{\text{ex}}^2 - R_{\text{in}}^2}\left(1 - \frac{R_{\text{in}}^2}{r^2}\right),$$

$$\sigma_{\varphi\varphi} = \frac{p_{\text{in}} R_{\text{in}}^2}{R_{\text{ex}}^2 - R_{\text{in}}^2}\left(1 + \frac{R_{\text{ex}}^2}{r^2}\right) - \frac{p_{\text{ex}} R_{\text{ex}}^2}{R_{\text{ex}}^2 - R_{\text{in}}^2}\left(1 + \frac{R_{\text{in}}^2}{r^2}\right).$$

Распределение напряжений в пластической области ($R_{\text{in}} \le r \le R_{\text{pl}}$) с учетом условия (5) имеет вид:

$$\sigma_{\text{пг}} = -p_{\text{in}} - \text{sign}\left(p_{\text{ex}} - p_{\text{in}}\right)\left[\left(\tau_0 + 2\tau_1\right)\ln\left(\frac{r}{R_{\text{in}}}\right) + \tau_1\left(1 + \frac{1}{2}\frac{\tau_0}{G a_2}\right)\ln\left(\frac{\tau_0 R_{\text{ex}}^2 + a_2 R_{\text{in}}^2}{\tau_0 R_{\text{ex}}^2 + a_2 G r^2}\right)\right],$$

$$\sigma_{\varphi\varphi} = \sigma_{\text{пг}} - \tau_0 \text{sign}\left(p_{\text{ex}} - p_{\text{in}}\right)\left(1 + \frac{\tau_1\left(R_{\text{ex}}^2 - r^2\right)}{a_2 G r^2 + \tau_0 R_{\text{ex}}^2}\right).$$

Деформация стенок трубы является упругой, если величина приложенного давления меньше предела упругого сопротивления:

$$\Delta p_{\text{el}} = \left|p_{\text{ex}} - p_{\text{in}}\right| < \frac{\tau_0}{2}\left(1 - \frac{R_{\text{in}}^2}{R_{\text{ex}}^2}\right).$$

Когда величина приложенного давления достигает предела пластического сопротивления трубы, весь материал по толщине трубы перейдёт в пластическое состояние. Таким образом, предел пластического сопротивления равен

$$\Delta p_{\text{pl}} = \left| p_{\text{ex}} - p_{\text{in}} \right| = \left(\tau_0 + 2\tau_1\right)\ln\left(\frac{R_{\text{ex}}}{R_{\text{in}}}\right) + \tau_1\left(1 + \frac{1}{2}\frac{\tau_0}{Ga_2}\right)\ln\left(\frac{\tau_0 R_{\text{ex}}^2 + Ga_2 R_{\text{in}}^2}{\left(\tau_0 + Ga_2\right)R_{\text{ex}}^2}\right).$$

Максимальные деформации возникают вблизи внутренней стенки трубы, в области максимальных сжимающих напряжений. Деформация материала уменьшается по мере приближения к внешней стенке трубы. На границе раздела между зоной упругой и пластической деформации степень деформации определяется максимальной величиной упругой деформации, т.е. $a = \tau_0 / G$. С увеличением размеров частиц наблюдается рост предела упругого и пластического сопротивления трубы, тем более значительный, чем меньше расстояние между частицами (при одной и той же объемной доле). Для малой объемной доли упрочняющих частиц различие значения предела упругого и пластического сопротивления мало. Это означает, что при незначительном увеличении Δp большая часть стенки трубы перейдет в пластическое состояние. Влияние температуры деформации на прочностные свойства материала иллюстрирует рис. 2. С ростом температуры материал становится более пластичным. Это приводит к уменьшению пределов упругого и пластического сопротивления.

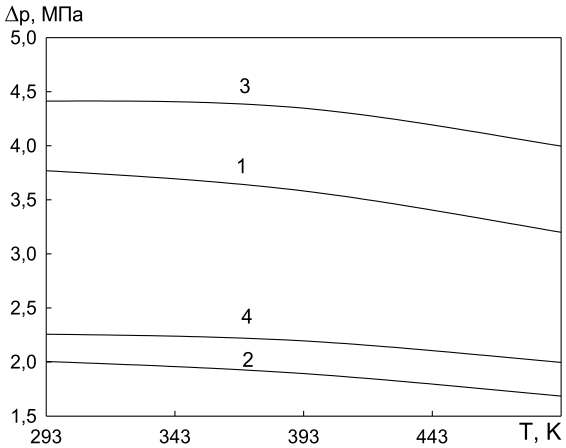


Рисунок 2 - Предел упругого (кривые 1, 2) и пластического (кривые 3, 4) сопротивления; Λ_p = 100 нм, δ = 10 нм (кривые 1, 3), Λ_p = 200 нм, δ = 20 нм (кривые 2, 4).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Новые материалы. Под научной редакцией Ю. С. Карабасова – М: МИССИС – 2002 – 736 с.

2. Матвиенко О.В., Данейко О.И., Ковалевская Т.А. Исследование пластической деформации толстостенной трубы из сплава, упрочненного некогерентными наночастицами // Изв. вузов. Физика. – 2017. – Т. 60. – № 2. – С. 35-45.

3. Daneyko O.I., Kovalevskaya T.A., Kolupaeva S.N., Kulaeva N.A., Semenov M.E. Influence of the temperature and strain rate on the evolution of the dislocation structure of a dispersion-hardened material with FCC matrix // Russian Physics Journal. – 2012. – V. 54. – No. 9. – pp. 989-993.

ОСОБЕННОСТИ СИНТЕЗА И МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ КОМПОЗИЦИОННОГО МУЛЬТИФЕРРОИКА (1 - x)$BiFeO_3$ - x$ScMnO_3$.

Вальков В.И.[1], Михайлов В.И.[1], Довгий В.Т.[2], Кравченко З.Ф.[1], Кулик Н.Н.[3], Боднарук А.В.[3]

[1]Донецкий физико-технический институт им.А.А. Галкина, Украина.
[2] Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАНУ, г. Киев, Украина
[3]Институт физики НАНУ, г. Киев, Украина
e-mail: mikhaylovv55@gmail.com, vladimirdovgii@gmail.com

Среди мультиферроиков наиболее интересным является $BiFeO_3$. В последние годы появилось много работ по системам твердых растворов на основе $BiFeO_3$ [1-3]. Интерес к данной тематике обусловлен с одной стороны фундаментальными свойствами мультиферроиков, с другой стороны ожидаются практические применения, такие как сенсорная техника, спинтроника, логические устройства .

$BiFeO_3$ и $ScMnO_3$ являются мультиферроиками 1-го типа и антиферромагнетиками. В этих мультиферроиках сегнетоэлектричество проявляется при более высоких температурах, чем магнетизм. Спонтанная поляризация P часто достигает порядка 10-100 μC/cm^2 (в пленках). Например, в пленке $BiFeO_3$ (T_{FE} ~1100 K, T_N=643 K вдоль оси [111] P~90 μC/cm^2, а в $ScMnO_3$ (T_{FE} ~914 K, T_N ~ 90 K), а P~ 5μC/cm^2. Связь между магнетизмом и сегнетоэлектричеством в этих материалах довольно слабая.

Нами исследовались системы твердых растворов, которые в качестве вторых компонентов к $BiFeO_3$ содержат гексагональные манганиты hex-$RMnO_3$. Структурные изменения в твердых растворах $BiFeO_3$ – $YMnO_3$ достаточно подробно описаны в работе [2], а магнитные и диэлектрические свойства этих твердых растворов в [3]. Для твердых растворов $BiFeO_3$ – $ScMnO_3$ данных значительно меньше .

В настоящей работе проведены исследования магнитных свойств системы твердых растворов (керамик) состава (1-x)$BiFeO_3$ – x$ScMnO_3$. Цель работы – выяснить особенности магнитного упорядочения в зависимости от концентрации x $ScMnO_3$.

Получение образцов

Образцы керамик состава (1-x)$BiFeO_3$ – x$ScMnO_3$ с x= 0; 0.1; 0.2; 0.25; 0.3; 0.35; 0.4 были получены по нитратной технологи, как и (1-x)$BiFeO_3$ – x$YMnO_3$ [3] . Исходными веществами для получения данного состава служили нитраты висмута, железа, скандия и марганца. Стехиометрические количества растворенных в воде нитратов подвергали выпариванию до сухих солей. Полученный продукт для разложения нитратов нагревали при температуре 200 - 600 °C. После перетирки полученного продукта были спрессованы таблетки Ø 8 и толщиной d =1.5 мм для каждого значения x.

В отличие от метода получения образцов состава (1-x)$BiFeO_3$ – x$YMnO_3$, которые отжигались при температуре T =1000 °C 18 часов, таблетки (1-x)$BiFeO_3$ – x$ScMnO_3$ подвергали отжигу при T = 800 °C 10 минут на воздухе. При температуре отжига 1000°C в течение 10 часов они теряли ферромагнитные свойства.

Результаты

Запись петель перемагничивания производилась по одной схеме при T=300 K с помощью вибрационного магнитометра LDJ-9500 в магнитном поле 0 ÷ ±0.25 T. Петли магнитного гистерезиса - результаты измерений M(H) для керамических образцов (1-x)$BiFeO_3$ – x$ScMnO_3$ (0.1≤x≤0.4) представлены на рис.1 .

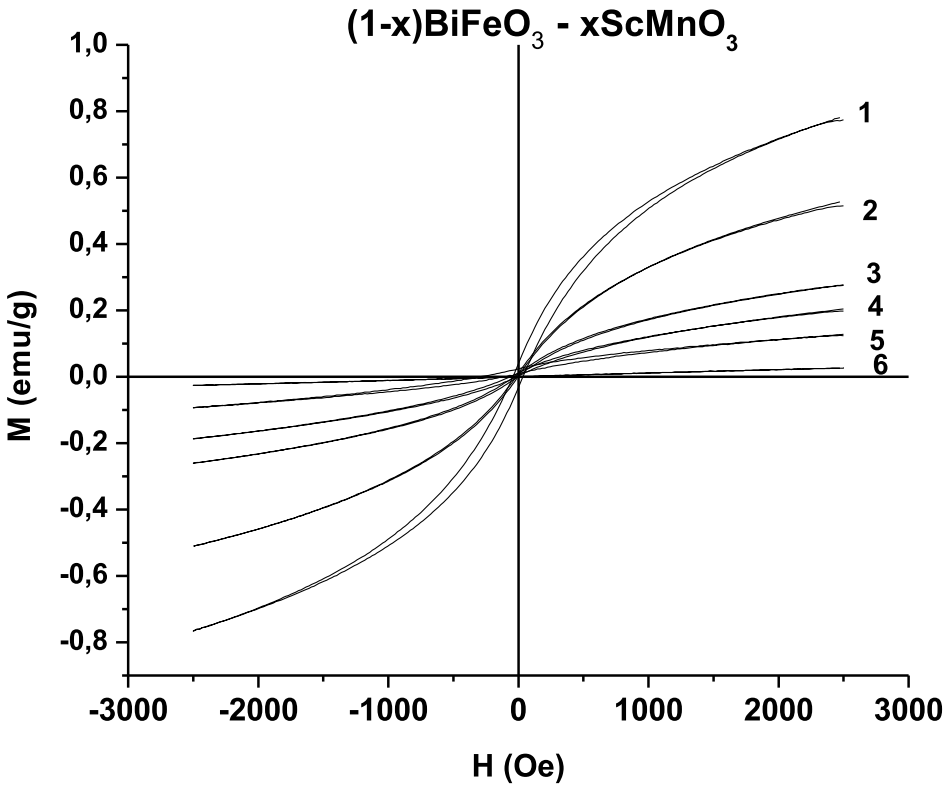


Рисунок 1 - Петли магнитного гистерезиса, измеренные с помощью магнитометра LDJ-9500 при T= 300K для образцов системы (1-x)$BiFeO_3$ - x$ScMnO_3$: 1- x=0.2; 2- x=0.25; 3- x=0.3 ; 4- x=0.35; 5- x=0.4 и 6- x=0.1.

Характер петель перемагничивания (рис.1) свидетельствует о том, что твердые растворы (1-x)$BiFeO_3$ - x$ScMnO_3$ при комнатной температуре проявляют ферромагнитные свойства. На рис.1 видно, что из всех составов (1-x)$BiFeO_3$ - x$ScMnO_3$, где $0.1 \le x \le 0.4$, максимальной намагниченности достигает образец с x=0.2. Далее по мере убывания M(2.5 кЭ) идут x=0.25, x=0.3, x=0.35, x=0.4 и x=0.1.

По ширине петель магнитного гистерезиса (рис. 2) можно сделать вывод, что составы (1-x)$BiFeO_3$ - x$ScMnO_3$ ($0.2 \le x \le 0.35$) – ферромагнетики, чувствительные к слабому магнитному полю. Видно, что ширина петли гистерезиса зависит от x. Для x=0.25 она минимальна, для x=0.2 петля шире. Петля гистерезиса для x=0.4 имеет наибольшую ширину, соответственно, поле коэрцитивности $H_C \approx 90$ Oe. Для x=0.35 $H_C \approx$ 40 Oe, x=0.3 $H_C \approx 15$ Oe, x=0.25 $H_C \approx 7.5$ Oe и для x=0.2 $H_C \approx 50$ Oe. Для x=0.1 ширина петли гистерезиса графически не определяется.

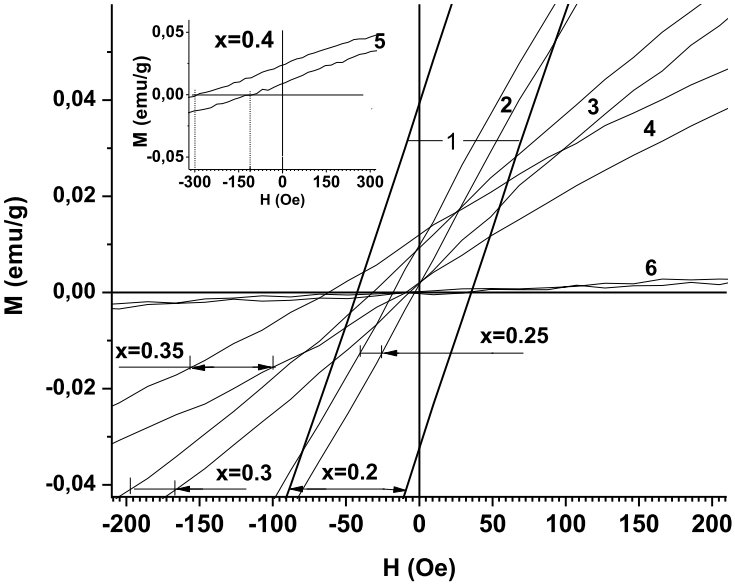


Рисунок 2 - Определение ширины петель магнитного гистере-зиса (по оси H) для образцов системы (1-x)$BiFeO_3$ - x$ScMnO_3$: 1- x=0.2; 2- x=0.25; 3- x=0.3 ; 4- x=0.35; 5- x=0.4 и 6- x=0.1 (фрагмент петли гистерезиса для x=0.4 представлен на вставке).

Заключение

Анализ кривых M(H) (рис.1) позволяет сделать вывод, что в этой системе твердых растворов (1-x)$BiFeO_3$ – x$ScMnO_3$ в диапазоне концентраций 0.1<x<0.4 при комнатной температуре наблюдается ферромагнитное упорядочение. Причем в большей степени при x=0.2 и в меньшей при x=0.1.

Максимальная намагниченность наблюдалась у образца с x = 0.2, а минимальная у образца с x = 0.1. Несимметричность петель магнитного гистерезиса относительно H=0 (особенно для x=0.4) свидетельствует о том, что кроме ферромагнитной фазы в твердых растворах (1-x)$BiFeO_3$ – x$ScMnO_3$ присутствует и антиферромагнитная фаза. За магнитное упорядочение в (1-x)$BiFeO_3$ – x$ScMnO_3$ отвечают как взаимодействие Дзялошинского, так и суперобменные взаимодействия Fe-O-Fe, Fe-O-Mn и Mn-O-Mn.

Поле коэрцитивности для (1-x)$BiFeO_3$ – x$ScMnO_3$ различно и изменяется в пределах от H_c ~ 7.5 Oe (x=0.25) до 90 Oe (x=0.4). Это свойство отличает (1-x)$BiFeO_3$ – x$ScMnO_3$ (0≤x≤0.4) от твердых растворов (1-x)$BiFeO_3$ - x$YMnO_3$ (0.1 <x< 0.4) [3].

В перспективе, используя пленочную технологию, из этих материалов можно создавать магнитоэлектрические преобразователи или память, хранящую и записывающую информацию без использования больших электрических токов.

Список литературы

1. *Пятаков А.П., Звездин А.К.* Магнитоэлектрические материалы и мультиферроики // Успехи Физических Наук. - 2012, т.182, № 6, с.593-620.

2. *Назаренко А.В., А.Г. Разумная, М.Ф. Куприянов и др.* Особенности структурных состояний в твердых растворах $BiFeO_3$ –$YMnO_3$ // Физика твердого тела. – 2011, т.53, вып.8, с.1523-1525.

3. *Михайлов В.И., Довгий В.Т., Линник А.И., Кравченко З.Ф. и др.* Магнитные и диэлектрические свойства твердых растворов (1-x) $BiFeO_3$ –x$YMnO_3$ // Физика и техника высоких давлений. – 2018, т.28, № 2, с.52-59.

РАСПРЕДЕЛЕННОЕ ФОКУСИРОВАНИЕ ЛАЗЕРНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ И ВОЗМОЖНОСТИ ЕГО ПРИМЕНЕНИЯ

Галинский М.К.
Донецкий Физико-Технический Институт им. А.А. Галкина, Донецк, Украина
fenix102030405@gmail.com

В индустрии для лазерной резки необходимо точно выдерживать расстояние между фокусирующей линзой и разрезаемым материалом [1]. Кроме того, для лазерной резки существенен вопрос влияния поведения удаляемого расплава на качество среза и скорость резки [2]. Линзы с распределенным фокусированием позволят уменьшить необходимую точность в расстоянии между фокусирующей линзой и разрезаемым материалом и уменьшить объем удаляемого при лазерной резке материала.

Неконтактные лазерные скальпели используют сфокусированный лазерный луч [3]. Но для работы с ними также необходимо строго выдерживать расстояние между фокусирующей линзой и разрезаемой тканью. Чтобы облегчить работу с данными скальпелями можно создать фокусирование, при котором разрез будет идти в некотором сегменте длиной несколько сантиметров, как при использовании обычного металлического скальпеля. Распределенное фокусирование также будет полезно в информационных технологиях.

Линзы, фокусирующие свет в точку, сейчас лишь упрощенная модель, хотя мы часто стараемся делать линзы для объективов, лазерных скальпелей, резаков, граверов и т.д. как можно ближе к такой модели. Но уже в лазерных пинцетах используется луч Бесселя [4,5]. Этот луч образуют пропусканием лазерного луча через аксикон [6] и он является лишь частным случаем распределенного фокусирования.

В отличие от классической модели линзы, линза с распределенным фокусированием должна собирать лучи не в один фокус, а в бесконечное множество фокусов на отрезке – распределять фокус. Отсюда и название «распределенное фокусирование».

Распределенному фокусированию в лучевой и волновой оптике оптике посвящены, например, работы [7,8].

Цель – описание и расчет линз с распределенным фокусированием. Необходимо, чтобы конечные уравнения позволяли получить описание структуры линзы, исходя из требуемых характеристик распределенного фокусирования, например, длина лезвия, распределение мощности и т.д..

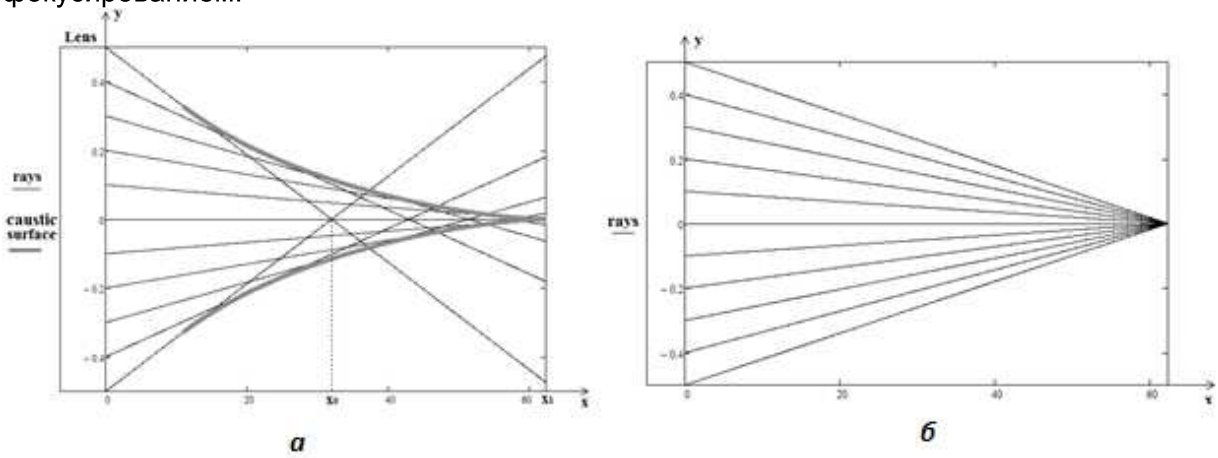
Пусть x_0 и x_1 – концы отрезка, на котором фокусируется лазерный луч (вкратце будет называться), $L = x_1 - x_0$ – длина лезвия. Пусть также $f(x)$ в – функция распределения мощности на лезвии – то есть мощность излучения, проходящая через единицу длины лезвия. Тогда:

$$f(x) = \pm 2\pi W(y)\, y \frac{\partial y}{\partial x},$$

где $W(y)$ – профиль интенсивности падающего на линзу излучения, y – радиус элементарного кольца линзы толщиной dy и фокусным расстоянием x. Знак в уравнении указывает на увеличение или уменьшение фокусного расстояния элементарного кольца с увеличением его радиуса. Оптимальным для лазерной резки металла или тканей пациента является случай знака «–».

Ход лучей при оптимальном для резки типе распределенного фокусирования схематически показан на Рис. 1а. Линза на Рис. 1а,б схематически изображена плоской пластинкой, так как, например, градиентную линзу, можно выполнить именно плоской. Для сравнения на Рис. 1б приведено схематическое изображение хода лучей при точечном фокусировании. Как показал проведенный расчет, объем удаляемого при резке материала при распределенном фокусировании расположен в области между лезвием и каустической поверхностью (обозначены на Рис. 1а), которая значительно

меньше соответствующего объема, удаляемого при резке с точечным фокусированием.



а *б*

Рисунок 1 а - Схематическое изображение линзы и хода лучей в оптимальном для лазерной резки типе распределенного фокусирования. *б* Схематическое изображение линзы и хода лучей при точечном фокусировании. Длины на графиках указаны в сантиметрах

Анализ потенциальной эффективности применения в лазерной резке распределенного фокусирования по сравнению с точечным показал, что при длине лезвия 30 см с началом лезвия на расстоянии в 32 см от линзы, мощность оптического излучения можно понизить на 77.5%, по сравнению с применением линзы с точечным фокусированием с фокусным расстоянием 62 см. Также применение линзы с распределенным фокусированием позволит уменьшить объем удаляемого при резке материала в данном примере на 64.5%.

Литература

1. Robert H.T., Dell K.A., Leo A., Manufacturing processes reference guide. Industrial Press Inc., 1994.

2. Ozaki H., Quang M., Kawakami H., et al. Real-time Observation of Laser Cutting Fronts by X-ray Transsmition // Journal of Materials Processing Technology. 2016. Vol. 237. p. 181–187.

3. Sliney D.H., Trokel S.L. Medical laser and their safe use. New York: Springer-Verlag Inc., 1993.

4. Garces-Chavez V., McGloin D., Melville H., et al. Simultaneous micromanipulation in multiple planes using a self-reconstructing light beam // Letter to Nature. – Nature, 2002, №419. p. 145-147.

5. Mitri F.G., Li R.X., Guo L.X., Ding C.Y. Optical tractor Bessel polarized beams // Journal of Quantitative Spectroscopy & Radiative Transfer. 2017. V. 187. p. 97-115.

6. Пятницкий Л.Н., Коробкин В.В. Волновые пучки с компенсированной дифракцией и протяженные плазменные каналы // Труды института общей физики. 2000. №57. с. 59-114.

7. Галинский М.К. Распределенное фокусирование лазерного излучения. Лучевая оптика // Вестник Луганского национального университета имени Владимира Даля. 2017. №2(4). с. 152-156.

8. Галинский М.К., Румянцев В.В. Формирование трехмерной интерференционной картины излучения лазерного источника // Физика и техника высоких давлений. 2018. №4. с. 114-121.

ВЛИЯНИЕ РЕЖИМОВ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА ХАРАКТЕР РАЗРУШЕНИЯ ВЫСОКОПРОЧНОЙ СТАЛИ КЛАССА ПРОЧНОСТИ 690

Батасов А.В., Коджаспиров Г.Е.
Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого,
г. Санкт-Петербург, Россия, gkodzhaspirov@gmail.com

Введение. Большегрузные строительные автомобили-самосвалы работают, в основном, на крупных стройках в различных географических регионах страны, что и определяет их условия эксплуатации [1]. Карьерные самосвалы предназначены для работы в различных климатических условиях эксплуатации (при температуре окружающего воздуха от -50 до +50 градусов) [2].

Важнейшей характеристикой при оценке способности конструкционных сталей для эксплуатации в условиях низких температур является определение ударной вязкости при низких климатических температурах [3,4].

Разработка новых экономно-легированных высокопрочных хладостойких сталей для производства листового проката, предназначенного для изготовления кузовов, платформ и других ответственных сварных несущих узлов большегрузных автомобилей с пониженным углеродным эквивалентом и хорошей свариваемостью, является актуальной и своевременной задачей.

Цель работы: изучение процессов структурообразования, протекающих при термической обработке высокопрочной экономно-легированной хладостойкой стали, предназначенной для изготовления кузовов и платформ большегрузных автомобилей.

Задачи: 1. Исследование влияния режимов закалки и отпуска на механические свойства стали; 2. Исследование структуры и излома стали после термической обработки методами оптической металлографии и растровой микроскопии; 3. Разработка рекомендаций по оптимальным режимам термической обработки для получения высокого уровня механических свойств стали типа 09ХГН2МД.

Материалы и методики. В качестве материала для исследования была выбрана низкоуглеродистая высокопрочная экономно-легированная хладостойкая свариваемая сталь типа 09ХГН2МД, с гарантированным пределом текучести не ниже 690 МПа. Углеродный эквивалент стали, отвечающий за свариваемость, составлял: Сэкв=0,51.

Для проведения исследования вырезали образцы из горячекатаных листов толщиной 12 мм.

Исследования структуры металла проводили на образцах после закалки от температуры 950°С в воду и последующий отпуск в течение 180 минут при температурах 570, 630 и 690 °С.

Механические испытания стали на растяжение проводили в соответствии с требованиями, предъявляемыми к данной продукции: ГОСТ 1497–84, а на ударный изгиб - по ГОСТ 9454–78 при температуре –70°С.

Результаты исследования. Механические свойства стали 09ХГН2МД после закали и после закалки и отпуска приведены в таблице 1.

Таблица 1 - Механические свойства стали 690 после закалки от 950°С и после отпуска

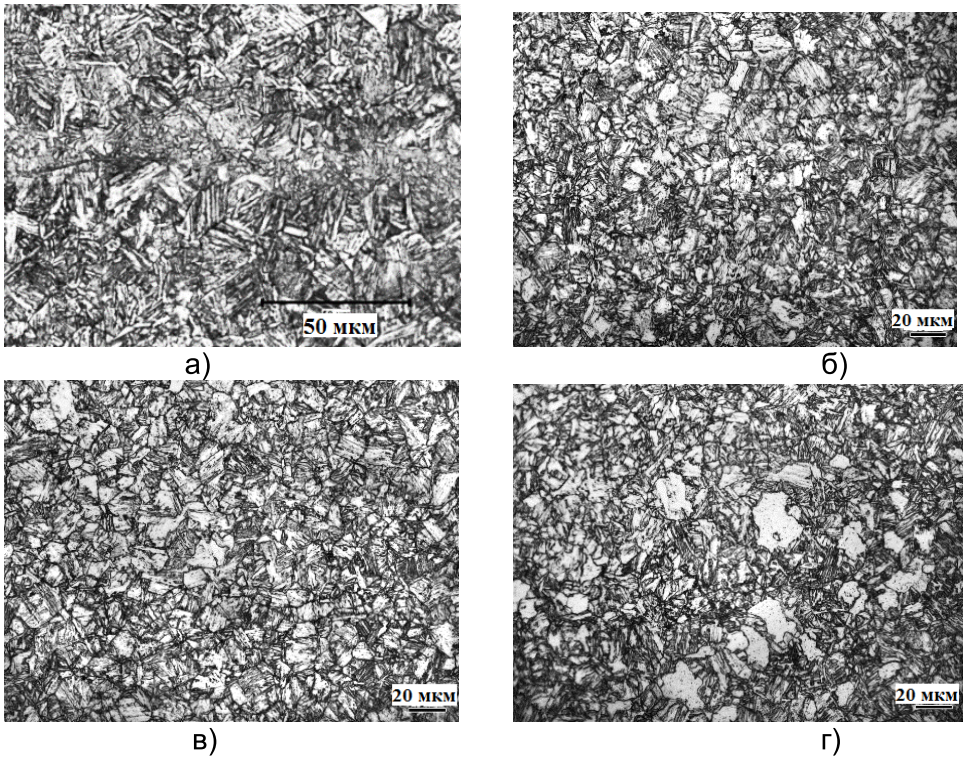
Состояние	$\sigma_{0,2}$, МПа	$\sigma_в$, МПа	δ_5, %	KCV^{-70}, Дж/см^2
После закалки от 950°С	826,8	1023,4	13,8	54,1
Т отпуска, °С				
570	729,2	793,1	18,5	142,3
630	741,8	790,6	19,2	171,6
690	523,1	622,3	25,3	271,1

В таблице 2 приведены требования, предъявляемые к стали класса прочности 690.

Таблица 2 - Требования, предъявляемые к стали 09ХГН2МД

Условный предел текучести, МПа	Временное сопротивление, МПа	Относительное удлинение, %	Ударная вязкость KCV^{-70}, Дж/см^2
не менее 690	770-940	не менее 13	не менее 35

Результаты механических испытаний свидетельствуют, что наилучшее сочетание механических свойств и ударной вязкости при -70^{0}С соответствует закалке с отпуском при 570°С. Микроструктура стали после закалки и отпуска приведена на рис. 1. После закалки от температуры 950°С в стали 09ХГН2МД формируется равномерная бейнитно-мартенситная структура (рис.1, а) в соотношении 50:50, со средним размером аустенитного зерна 12 мкм.



а) б)

в) г)

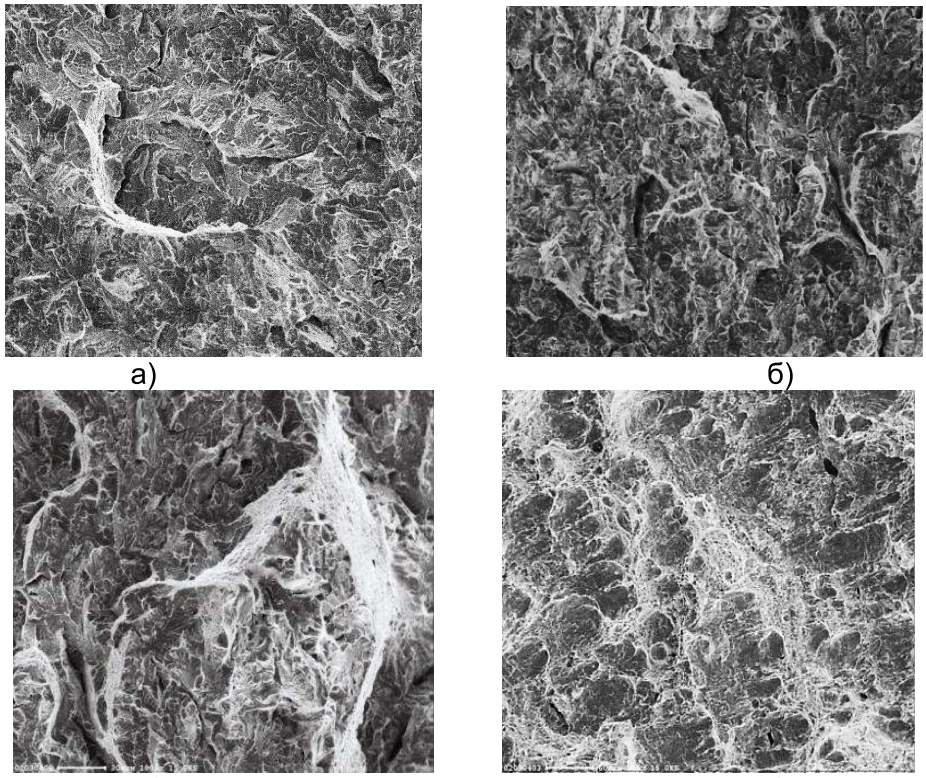
Рисунок 1 - Микроструктура исследуемой стали после закалки от 950°С (а), закалки и отпуска при 570°С (б), 630°С (в) и 690°С (г), х500

С увеличением температуры отпуска в структуре стали наблюдается увеличение светлых областей - α-фазы (рис. 1, б-г), что сопровождается снижением предела текучести и ростом ударной вязкости.

Структурные изменения при отпуске существенно влияют и на характер разрушения образцов после испытаний на ударный изгиб. Рассмотрим влияние отпуска на характер разрушения ударных образцов испытанных при температуре -70°С. На рис. 2 приведены фрактограммы образцов испытанных на ударный изгиб после закалки 950°С и закалки и отпуска, полученных с помощью растрового электронного микроскопа.

При закалке с 950°С большую часть поверхности изломов образцов Шарпи, испытанных при температуре -70°С, представляет хрупкое транскристаллитное разрушение по типу микроскола.

После закалки от 950°С и отпуска при 570°С в изломах образцов не обнаружены области скола, хрупкое разрушение по телу зёрен проходит по типу квазискола и в меньшей степени микроскола. После отпуска 630°С образцы разрушаются вязко.



а) б) в) г)

Рисунок 2 - Характер разрушения ударных образцов после закалки с а) 950°С, закалки и отпуска при температурах: б) 570°С, в) 630°С, г) 690°С

Выводы. В стали 09ХГН2МД, формирование преимущественно бейнитно-мартенситной структуры с минимальным содержанием структурно свободного феррита и равномерно распределенными по объему упрочняющими выделениями мелкодисперсной карбидной фазы позволяет получить после закалки с последующим высокотемпературным отпуском значения предела текучести – не менее 690 МПа, временного сопротивления - не менее 770 МПа, ударной вязкости при температуре испытаний -70^{o}С – не менее 35 Дж/см^{2} .

С учетом требований, предъявляемых к стали 09ХГН2МД, рекомендуемым режимом термической обработки является - закалка от температуры 950°С с последующим отпуском при температуре 570°С, при этом значения ударной вязкости при температуре испытаний -70°С значительно превышают требования предъявляемые к данной стали.

ЛИТЕРАТУРА

1. Павленко П.Д. Методология разработки рациональных конструкций несущей системы и ходовой части большегрузных строительных автомобилей-самосвалов [Электронный ресурс] : дис. ... д-р техн. н. / П. Д. Павленко. − Набережные Челны, 2005. − Режим доступа: http://www.dissercat.com/content/metodologiya-razrabotki-ratsionalnykh-konstruktsii-nesushchei-sistemy-i-khodovoi-chasti-bols (16.10.2018).

2. EuroTech Machinery [Электронный ресурс] : [сайт]. − Жодино, 2018. − Режим доступа: http://www.belaz.by/catalog/products/dumptrucks/7530/ (16.10.2018).

3. Коджаспиров Г.Е., Лебедева Г.В., Коновалова И.А. Об оценке хладостойкости некоторых конструкционных сталей, используемых в тракторе «Кировец» В кн. «Повышение качества, надежности и долговечности изделий из конструкционных, жаропрочных, порошковых и инструментальных сталей и сплавов», Л., ЛДНТП, 1982, с.5-9.

4. Коджаспиров Г.Е., Алферов В.П., Воробьев Ю.П. Опыт объединения «Кировский завод» в повышении хладостойкости сталей для трактора «Кировец», Л., ЛДНТП, 1986, 28 с.

ИНДУКЦИОННАЯ ТЕРМОЦИКЛИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА, КАК СПОСОБ КОМПЛЕКСНОГО ПОВЫШЕНИЯ ЭКСПЛУАТАЦИОННЫХ СВОЙСТВ КОНСТРУКЦИОННЫХ УЛУЧШАЕМЫХ СТАЛЕЙ

Константинов В.М., Ткаченко Г.А.
Белорусский национальный технический университет
г.Минск, Республика Беларусь, vm.konstantinov@bntu.by

Одной из актуальных задач современного металловедения является повышение конструкционной прочности стальных изделий. Традиционные пути упрочнения в многом исчерпаны. Решение этой проблемы лежит в области применения новых методов обработки наряду с уже существующими способами термической и химико-термической обработки стали. К перспективным методам упрочнения можно отнести термоциклическую обработку металла (ТЦО). Под ТЦО в общем случае следует понимать процесс термического воздействия, который осуществляется с заданной периодичностью теплосмен и определенной скоростью.

Многочисленные исследования и практический опыт показали, что метод ТЦО является весьма эффективным для повышения прочности, пластичности, вязкости, контактной прочности и других механических свойств стали. Результаты исследований свидетельствуют о значительном повышении пластичности и вязкости стали при сохранении прочности: для среднеуглеродистой стали после ТЦО предел текучести повышается на 6…15 %, пластичность – на 10…20 %, ударная вязкость – на 75…110 % по сравнению с традиционной термической обработкой [1,2]. Повышение указанных характеристик после ТЦО обусловлено измельчением микроструктуры. Степень измельчения зависит от температурно-скоростных параметров циклической обработки.

Целью настоящей работы является изучение путей повышения эксплуатационных свойств изделий из конструкционных улучшаемых сталей за счет ранее установленных закономерностей структурообразования поверхности и сердцевины сталей при термоциклических режимах ТО и ХТО.

Основными параметрами термоциклической обработки, как правило, являются скорость нагрева и охлаждения, диапазон температур, в которых осуществляется процесс. Применительно к сталям циклический нагрев можно проводить с полной фазовой перекристаллизацией или с неполным превращением ферритоперлитной структуры в аустенит. Соответственно нагрев осуществляют до температур A_{C1} или A_{C3}. Традиционная термоциклическая обработка с печным нагревом направлена на измельчение зерна стали и не имеет ограничений по количеству циклов. Мелкодисперсное строение получают многократными фазовыми превращениями ферритоперлитной структуры в аустенит с последующим распадом в ферритокарбидную смесь. Ранее распространенное мнение, что чем больше количество превращений, тем выше дисперсность конечной структуры в последние годы претерпело изменения. Сейчас принято считать, что число теплосмен не должно быть более 5. В противном случае процессы рекристаллизации будут доминировать над процессами фазового наклепа и связанного с ним диспергирования структуры. Печное термоциклирование позволяет получить структуру 10-13 баллов за 6-8 циклов. Однако, этот процесс весьма длителен и энергоемкий. Он нашел определенное применние в промышленности, например применяют маятниковый отжиг для сфероидизации перлита инструментальных сталей.

Повысить интенсивность измельчения структуры и сократить продолжительность цикла обработки можно за счет скоростного индукционного нагрева. Известно, что чем выше скорость нагрева, тем мельче формируется аустенитное зерно, поэтому число циклов может быть сокращено. Немаловажным является условие сохранения мелкой структуры на

стадии охлаждения. Эта характеристика должна быть такой, чтобы исключать мартенситное, бейнитное превращение. Распад аустенита должен всегда завершаться образованием ферритокарбидной смеси. Слишком медленное охлаждение (большая садка) может привести к неравномерному увеличению зерен аустенита. Быстрое снижение температуры сохранит мелкозернистую структуру, но при этом фазовые напряжения, возникающие при индукционном нагреве, будут наследоваться, накапливаться от цикла к циклу. В результате мелкозернистая структура будет наклепана и металл упрочнится, что при определенных условиях может привести к снижению ударной вязкости.

Изучение процессов структурообразования в условиях циклического индукционного нагрева проводили образцах конструкционных сталей марок 40Х и 20. Предварительно все образцы были подвергнуты диффузионному отжигу с целью формирования крупнозернистой структуры.

Термоциклирование проводили с применением индукционного нагрева в режиме полной фазовой перекристаллизации. Скорость нагрева 30-40 °С/с и охлаждения в циклах составила 5 °С/с. Установлено, что индукционная ТЦО (4 и более циклов) измельчает перегретую структуру от 5 баллов до 9 (сталь 20) и 13 (сталь 40Х) баллов. Динамика измельчения зерна при термоциклировании с индукционным нагревом сложна и не определяется зависимостью 1 цикл = 1 балл структуры. Интенсивность измельчения определяется количеством карбидной составляющей. Структура низкоуглеродистых сталей измельчается медленно. Наиболее интенсивно процесс протекает в первых 2 циклах, где каждый цикл обеспечивает уменьшение структуры на 1-2 балла. Дальнейшая обработка уменьшает балл зерна менее интенсивно.

Авторские исследования позволили определить, что индукционная ТЦО в выбранном диапазоне скоростей нагрева и охлаждения имеет ограничение по числу циклов. Низкоуглеродистые и среднеуглеродистые стали не следует подвергать индукционному ТЦО свыше 4-6 циклов. Ограничение вызвано накоплением в структуре напряжений.

Таким образом было установлено, что термоциклирование от 4 и более циклов приводит к разнозернистости структуры (рисунок 1). Это явление обусловлено объемными полиморфными превращениями, вызывающими напряжения, накопление которых происходит от цикла к циклу. Накопление напряжений вызвано их не полной релаксацией в цикле нагрева и охлаждения.

Дополнительно от цикла к циклу накапливаются термические напряжения. Наличие термических напряжений обусловлено разностью температур по сечению образца, разностью коэффициента термического расширения фаз, скоростью нагрева и охлаждения.

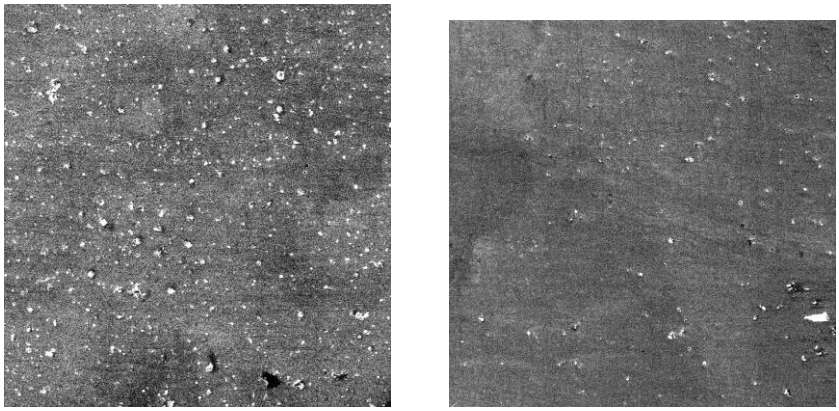


×100

Рисунок 1 – Микроструктура стали 40Х после восьми циклов ТЦО

Образование структуры с микронапряжениями подтверждает параметр решетки. При циклическом нагреве наблюдается тенденция к уменьшению параметра кристаллической решетки на 0,0003 Å в сравнении с отожженным образцом. Таким образом можно говорить о том, что зерна подвергаются микропластической деформации, степень которой зависит от количества циклов (фазовый наклеп). При многократной ТЦО (верхняя температура цикла постоянна) снижение температуры рекристаллизации отдельных зерен может привести не только к первичной, но и вторичной рекристаллизация. В структуре стали 40Х после 4 циклов (рисунок 1) на поверхности образца можно заметить укрупнение отдельных зерен перлита на фоне мелких зерен размером 10…16 мкм.

В работе было установлено, что циклический индукционный нагрев оказывает существенное влияние на количество избыточной цементитной фазы в диффузионных слоях. В результате после ТЦО площадь цементитной фазы в диффузионном слое заметно больше (4 цикла), нежели в слое после стационарного режима насыщения. Наименьший размер цементитных включений составил 2 мкм (рисунок 2). Факт активизации диффузионных процессов при термоциклической обработке хорошо известен. Однако, процессы интенсификации карбидообразования в диффузионном слое требуют дальнейших исследований. В результате мелкодисперсный цементит в прочной мартенситной матрице обеспечивает твердость диффузионному слою до 66…68 HRC. Известно, что высокая твердость, как правило, сопровождается падением ударной вязкости. Однако индукционный нагрев (до 4 циклов) обеспечивает ненапряженную мелкодисперсную структуру, которая хорошо сопротивляется ударным нагрузкам.



а; ×13 000 б; ×400

а - циклическая ТО, закалка; в – закалка, низкий отпуск

Рисунок 2 – Электронная сканирующая микроскопия диффузионного слоя стали 40Х

При проведении механических испытаний (ГОСТ 9454-78) было установлено, что ударная вязкость образцов сталей 40Х после нитроцементации, индукционного ТЦО, закалки и низкого отпуска повышается в 1,5 раза в сравнении обработкой без ТЦО. Излом стали получается фарфоровидный мелкокристаллический. Максимальная ударная вязкость была получена за 2-4 цикла нагрева. Это хорошо согласуется с литературными данными. Установлено [3,4], что дальнейшее термоциклирование проводить нецелесообразно. Измельчающее действие фазового наклепа в этом случае компенсируется активизацией рекристаллизационных процессов. Имею место начальные стадии собирательной и вторичной рекристаллизации. Это приводит к разнозернистости в структуре, что снижает механические характеристики.

Результатом описываемых структурных изменений при индукционной индукционная циклической термической обработке перед закалкой и низким отпуском является повышение ударной вязкости мартенситной структуры (сталь 40Х) до 225 Дж/см^2.

Выводы:

Индукционный циклический нагрев эффективно измельчает перегретую микроструктуру конструкционной улучшаемой стали. За 3-4 цикла можно получить зерно 12-14 баллов. При печном нагреве аналогичный результат получить за аналогичное число циклов крайне сложно.

Индукционный циклический нагрев после цементации позволяет увеличить число карбидной составляющей в диффузионном слое. Твердость слоя достигает 66…68 HRC.

При индукционной ТЦО число циклов не должно быть больше 4-6. В случае превышения количества теплосмен возможно проявление разнозернистости структуры.

Литература:

1. Федюкин, В.К. Термоциклическая обработка металлов и деталей машин / В.К. Федюкин, М.Е. Смагоринский. – Л.: Знание, 1989. – 241 с.

2. Забелин, С.Ф. Основы технологии и кинетической теории процессов диффузионного насыщения сталей в условиях термоциклического воздействия на материал : дис. … д-ра техн. наук : 05.16.01 / С.Ф. Забелин. – Чита. 2004. – 254 л.

3. Константинов, В.М. Циклическое воздействие индукционных токов на конструкционную сталь при цементации / Константинов В.М., Ткаченко Г.А. // Энергоэффективные : материалы Междунар. молодежного форума, 19-23 сентября 2011 г. / ГЭТУ «ЛЭТИ», Спб. – С. 21-25

4. Ткаченко, Г.А. Конструкционная прочность и структурообразование углеродистых сталей при термоциклической обработке / Ткаченко Г.А. // Респб. Межведом. сб. научн. тр. Металлургия / БНТУ. – 2011. – Вып. 33. Ч 2. – С. 119 – 133.

НЕКОТОРЫЕ ПОСТУЛАТЫ ФИЗИКИ ПРОЧНОСТИ, КОТОРЫЕ ТРЕБУЮТ СВОЕГО ПЕРЕОСМЫСЛЕНИЯ

Глезер А.М.
НИТУ «МИСиС»; ГНЦ»ЦНИИчермет им.И.П. Бардина; Москва, Россия;
a.glezer@mail.ru

В докладе предпринята попытка по-новому взглянуть на некоторые, казалось бы, очевидные постулаты физики прочности и пластичности материалов, которые *a priori* активно используются в многочисленных исследованиях. Здесь мы попытаемся лишь сформулировать некоторые из них, а их некорректность с позиций современного материаловедения будет рассмотрена в представленном докладе.

Итак, постулаты, требующие переосмысления:

- ЧЕМ ПРОЧНЕЕ МАТЕРИАЛ, ТЕМ ОН МЕНЕЕ ПЛАСТИЧНЫЙ И, НАОБОРОТ, ЧЕМ ПЛАСТИЧНЕЕ МАТЕРИАЛ, ТЕМ ОН МЕНЕЕ ПРОЧНЫЙ.

- УПРОЧНЕНИЕ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ ВСЕГДА ОПРЕДЕЛЯ-ЕТСЯ АДДИТИВНЫМИ ВКЛАДАМИ ТВЕРДОРАСТВОРНОГО, ЗЕРНОГРАНИЧНОГО, ДИСПЕРСИОННОГО И ДИСЛОКАЦИОННОГО ВКЛАДОВ В ОБЩЕЕ УПРОЧНЕНИЕ.

- ДИСПЕРСИОННОЕ УПРОЧНЕНИЕ ТЕМ ЭФФЕКТИВНЕЕ, ЧЕМ МЕНЬШЕ РАЗМЕР УПРОЧНЯ.ЩИХ ЧАСТИЦ ВТОРОЙ ФАЗЫ.

- ПЛОТНОСТЬ ДИСЛОКАЦИЙ НА МЕТАЛЛОГРАФИЧЕСКИХ (ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКИХ) ИЗОБРАЖЕНИЯХ СТРУКТУРЫ ПРОДЕФОРМИРО-ВАННЫХ МАТЕРИАЛОВ ВСЕГДА ОДНОЗНАЧНО ОПРЕДЕЛЯЕТ СТЕПЕНЬ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ.

- В ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛАХ ВСЕГДА ВЫПОЛНЯЕТСЯ СООТНОШЕНИЕ ХОЛЛА-ПЕТЧА.

- ИЗМЕРЯЯ МАКРОСКОПИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ТВЕРДЫХ ТЕЛ, И В ЧАСТНОС ТИ ИХ ТЕМПЕРАТУРНУЮ и СКОРОСТНУЮ ЗАВИСИМОСТИ, МОЖНО ОДНОЗНАЧНО СУДИТЬ ОБ ОСОБЕННОСТЯХ ЭЛЕМЕНТАРНЫХ (ДИСЛОКА-ЦИОННЫХ) АКТОВ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ.

- С ПОМОЩЬЮ ИЗУЧЕНИЯ СТРУКТУРЫ ДО ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ МОЖНО СУДИТЬ О МЕХАНИЧЕСКОМ ПОВЕДЕНИИ МАТЕРИАЛА.

- АМОРФНЫЕ СПЛАВЫ НЕ ИМЕЮТ ЖЕСТКОЙ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ РЕШЕТ-КИ, ХАРАКТЕРИЗУЮТСЯ НИЗКИМИ МОДУЛЯМИ УПРУГОСТИ И НЕ СОДЕРЖАТ ДИСЛОКАЦИОННЫХ ДЕФЕКТОВ, ПОЭТОМУ ОНИ ОБЛАДАЮТ НИЗКОЙ ПРОЧНОСТЬЮ И ХРУПКОСТЬЮ.

- НИЗКОТЕМПЕРАТУРНАЯ ПЛАСТИЧЕСКАЯ ДЕФОРМАЦИЯ ВСЕГДА РАЗРУШАЕТ АТОМНЫЙ ДАЛЬНИЙ ПОРЯДОК (СВЕРХСТРУКТУРУ) В ТВЕРДОМ РАСТВОРЕ.

Исследование выполнено в рамках Государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (2017/113 № 2097) и по гранту РФФИ № 18-02-00398.

ОСОБЕННОСТИ ПОВЕДЕНИЯ СВЕРХСТРУКТУРЫ Fe_3Al ПРИ ДЕФОРМАЦИИ В КАМЕРЕ БРИДЖМЕНА

Глезер А.М., Тимшин И.А., Щетинин И.В.
НИТУ «МИСиС», Москва, Россия; a.glezer@mail.ru

Доклад посвящен изучению вопроса о том, существуют ли принципиальные отличия в характере изменения степени дальнего порядка в сверхструктурах под воздействием обычных и мегапластических деформаций в области относительно низких температур. В работе изучалось поведение параметров дальнего порядка по типу DO_3 в сплаве Fe-24 ат. % Al, состав которого был близок к стехиометрическому составу A_3B, после деформационных обработок кручением под высоким квазигидростатическим давлением (КВД) при комнатной температуре в камере Бриджмена.

В упорядоченном сплаве Fe- 24 ат.% Al нами обнаружено неизвестное ранее «странное» явление частичного восстановления первоначально полностью разрушенного КВД пластической деформацией дальнего порядка по типу $D0_3$. Показано, что установленный эффект обусловлен протеканием в процессе КВД низкотемпературной динамической рекристаллизации, при которой в рекристаллизованных зернах в результате кратковременного нагрева формируется высокотемпературное двухфазное состояние A2+B2. При больших величинах мегапластической деформации в соответствии с законами неравновесной термодинамики в сплаве формируется стационарное состояние, включающее в себя «двухфазную смесь» деформационных фрагментов и рекристаллизованных зерен с усредненной по всему кристаллу степенью дальнего порядка 0.24-0.26 по типу B2 [1]..

Установлено влияние больших пластических деформаций при комнатной температуре в камере Бриджмена на удельную намагниченность насыщения сплава Fe-24 ат. % Al, упорядоченного по типу DO_3. Установлено, что кручение под высоким давлением приводит при определенных параметрах деформации к полному подавлению в сплаве дальнего порядка и к соответствующему росту удельной намагниченности насыщения на 11 % относительно равновесного состояния. Предложена теоретическая модель, которая качественно описывает обнаруженное явление.

Исследование выполнено в рамках Государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (2017/113 № 2097) и по гранту РФФИ № 18-02-00398.

Литература

1. Glezer A.M., Timshin I.A. et al // J. Alloys & Comp. 744 (2018) 791-796.

ВЛИЯНИЕ ВНЕШНИХ ВОЗДЕЙСТВИЙ НА ПРОЧНОСТЬ И ПЛАСТИЧНОСТЬ АМОРФНЫХ СПЛАВОВ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДАМИ ЗАКАЛКИ ИЗ РАСПЛАВА И БОЛЬШИХ ПЛАСТИЧЕСКИХ ДЕФОРМАЦИЙ

Блинова Е.Н., Пермякова И.Е., Филиппова В.П., Шурыгина Н.А.
ГНЦ РФ «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина», Москва, Россия, blinova_en@rambler.ru

Структура аморфных металлических сплавов является состоянием, далеким от термодинамического равновесия в области температур существенно ниже точки плавления твердого тела. В этой связи проблема температурно – временной стабильности (ТВС) аморфного состояния и соответствующих уникальных физико – механических свойств является в настоящее время актуальной проблемой современного материаловедения. При термических и других дестабилизирующих воздействиях в аморфных сплавах, полученных закалкой из жидкого состояния или методом больших пластических деформаций, происходит резкое снижение их способности к пластическому течению и, как следствие этого, катастрофическое охрупчивание. В связи с вышесказанным представляет безусловный интерес выяснение физически обоснованного критерия перехода аморфных сплавов из пластичного состояния в хрупкое особенно в климатическом интервале температур.

Проведенные нами детальные исследования механического поведения аморфных сплавов на основе железа, кобальта и титана показали, что практически все изученные композиции становятся полностью или частично хрупкими при комнатной температуре по достижении определенной критической температуры предварительного отжига Тх, которая всегда находилась в пределах устойчивости аморфного состояния. Подобное явление перехода аморфных сплавов из пластичного состояния в хрупкое известно как отпускная хрупкость аморфных сплавов. Именно отпускная хрупкость в значительной мере существенно ограничивает температурный интервал практического использования и/или режимов термической обработки промышленных сплавов, полученных закалкой из жидкого состояния или деформационным воздействием. Ранее для сильно неравновесных аморфных сплавов мы использовали метод построения диаграмм термо-временной стабильности. К сожалению, метод построения диаграмм термо-временной стабильности корректен только в области относительно высоких температур, близких к температуре стеклования, при относительно малых временных интервалах. По этой причине его нельзя применять для прогнозирования деградации механических свойств в климатическом (ниже 400 К) интервале температур отжига при очень длительных (месяцы и, возможно, годы) временах воздействий.

В связи с этим мы предприняли попытку создать физически обоснованные методы оценки временной стабильности механических свойств аморфных сплавов, полученных методом больших пластических деформаций, до момента наступления их перехода в хрупкое состояние в климатическом интервале температур. Все эксперименты проводились на пяти изготовленных ранее аморфных сплавах. Часть образцов после закалки из расплава или после большой пластической деформации в камере Бриджмена (4 полных оборота подвижного бойка камеры Бриджмена) подвергалась вылеживанию при комнатной температуре в течение длительного времени (до 8000 час.) или изотермическому отжигу в вакууме при 333, 393 и 453 К в течение 1, 5, 10 и 100 час. Механические испытания образцов проводились при комнатной температуре путем измерения микротвердости и трехточечного изгиба по методикам, специально разработанным для образцов аморфных сплавов. Контроль за возможным изменением химического состава приповерхностных областей образцов в процессе термической обработки, деформации и вылеживания осуществлялся методом оже – спектроскопии (микроскоп JAMP-1000). Анализ концентрационных профилей для различных элементов по глубине ленточных образцов после закалки из расплава, длительного вылеживания при комнатной температуре и после различных режимов термической обработки показал, что изменение механических свойств, включая вязко – хрупкий переход, никак не связан с окислением или каким – либо иным локальным изменением химического состава поверхности образцов.

Критерий вязко – хрупкого перехода был подвергнут нами тщательной экспериментальной проверке. Сплавы пяти различных композиций отжигались при таких температурно – временных параметрах, которые приводили или не приводили бы к охрупчиванию ленточных образцов при их испытаниях на трехточечный изгиб. Одними из эффективных методов получения информации о физических и структурных параметрах аморфных сплавов являются методы дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК). Он позволяет исследовать эволюцию тепловыделения релаксационного спектра (РС) в зависимости от интенсивности и характера дестабилизирующих воздействий, в частности, после термовременных воздействий на аморфные сплавы. Термодинамический подход дает общее направление эволюции аморфных сплавов как системы, находящейся в состоянии метастабильного равновесия, без детализации реализующих ее конкретных микроскопических механизмов: РС- критерий стабильности аморфного состояния. Интегральной характеристикой отклонения аморфных сплавов от состояния термодинамического равновесия является тепловыделение релаксационного спектра (РС). Рассмотрим процесс эволюции РС в ходе изохронных отжигов при увеличении температуры последних, сопоставляя его с изменением механических свойств аморфных сплавов для двухуровневой системы. Рассмотрение проводилось в предположении, что на атомном уровне процесс структурной релаксации заключается в перераспределении атомов между двумя энергетическими уровнями за счет перехода частиц через разделяющий их потенциальный барьер и что спектральная плотность тепловыделения РС является аддитивной суммой элементарных двухуровневых переходов Существуют различные методы определения энергий активаций по тепловыделению РС. Один из них основывается на смещении пика тепловыделения РС при варьировании скорости нагрева. Релаксационные спектры исследовались методом ДСК при скорости нагрева 20 град/мин.

В процессе проведенных исследований нами разработаны два независимых критерия температурно-временной стабильности аморфных и аморфно-нанокристаллических сплавов, полученных методом деформационного воздействия, которые основаны на анализе склонности сплавов к отпускному охрупчиванию и на анализе спектров тепловой релаксации. Проведен сопоставительный анализ достоверности и воспроизводимости предложенных независимых критериев температурно-временной стабильности сплавов, полученных методов деформационной аморфизации. На основании разработанных критериев проведено сравнение температурно-временной стабильности аморфных сплавов на основе Fe и Ti, полученных методом закалки из расплава и методом больших пластических деформаций. Установлены экспериментальные предпосылки для создания теоретической модели влияния дестабилизирующих воздействий на структуру и механические свойства аморфных и аморфно-нанокристаллических сплавов, полученных методом закалки из расплава и больших пластических деформаций.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского Фонда Фундаментальных Исследований (грант 17-08-01193).

ВЛИЯНИЕ ПОСТОЯННОГО МАГНИТНОГО ПОЛЯ НА НИЗКОТЕМПЕРАТУРНУЮ ДЕФОРМАЦИЮ СОСТАРЕННЫХ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ

Малашенко В.В.[1,2], Малашенко Т.И.[3]
[1]*Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина, Донецк, Украина*
E-mail: malashenko@fti.dn.ua
[2]*Донецкий национальный университет, Донецк, Украина*
[3]*Донецкий национальный технический университет, Донецк, Украина*

Механические свойства кристаллов (пластичность, прочность и т.д.) в значительной степени определяются зарождением и перемещением по кристаллу дислокаций, а также их взаимодействием с другими структурными дефектами [1]. Медленно движущиеся дислокации преодолевают встречающиеся на их пути потенциальные барьеры, созданные кристаллическими дефектами, с помощью термических флуктуаций. Если же кинетическая энергия движущейся дислокации превосходит высоту потенциального барьера, дислокация преодолевает его без помощи термических флуктуаций, совершая надбарьерное скольжение. Это так называемая динамическая область скоростей. Надбарьерное движение дислокаций реализуется при высокоскоростной деформации либо при деформации в области низких температур. Механизм диссипации при динамическом взаимодействии со структурными дефектами заключается в необратимом переходе кинетической энергии дислокации в энергию ее изгибных колебаний в плоскости скольжения [2-5]. Этот механизм весьма чувствителен к виду спектра дислокационных колебаний. При определенных условиях на скоростной зависимости предела текучести металлов и сплавов появляется участок с отрицательным наклоном, что приводит к возникновению динамической неустойчивости дислокационного движения и является одной из причин возникновения скачков пластической деформации. В настоящей работе показано, что при низкотемпературной деформации такие скачки могут быть подавлены наложением постоянного магнитного поля.

Магнитное поле является важным фактором, способным существенно влиять на движение дислокаций в динамической области, а, следовательно, и на механические свойства функциональных материалов, в том числе и немагнитных [6]. Влияние магнитного может проявляться, в частности, и при деформировании немагнитных металлов и сплавов в области низких температур (T< 25 К). При таких температурах фононные и магнонные механизмы теряют свою эффективность, и одним из доминирующих механизмов диссипации в металлах становится торможение дислокаций электронами проводимости. В работах [7, 8] было показано, что приложение сильного магнитного поля увеличивает силу электронного торможения в нормальных металлах примерно в $\omega_H\tau$ раз (ω_H – циклотронная частота, τ – время свободного пробега электронов). Существует, однако, еще один температурнонезависимый механизм диссипации дислокационной энергии, роль которого возрастает в области низких температур – торможение дислокации структурными дефектами, в частности, примесями и зонами Гинье-Престона, образующимися в сплавах в результате искусственного или естественного старения [9]. При высокой концентрации структурных дефектов характер динамического движения дислокаций определяется конкуренцией торможения этими дефектами и электронного торможения. Исследование низкотемпературной деформации в постоянном магнитном поле позволяет понять некоторые специфические особенности деформационных процессов, в частности, природу возникновения скачков деформации, которые приводят к появлению сдвиговых полос на поверхности материала.

Пусть бесконечные краевые дислокации совершают скольжение в положительном направлении оси *OX* с постоянной скоростью v в кристалле, содержащем хаотически распределенные зоны Гинье-Престона. Линии дислокаций параллельны оси *OZ*, их векторы Бюргерса $\mathbf{b} = (b,\ 0,\ 0)$ одинаковы и параллельны оси

OX. Плоскость скольжения дислокаций совпадает с плоскостью *XOZ*. Положение *k*-ой дислокации определяется функцией

$$X_k(y=0,z,t) = vt + w_k(y=0,z,t) \quad (1)$$

Здесь $w_k(y=0,z,t)$ – случайная величина, описывающая изгибные колебания дислокации, возбужденные ее взаимодействием с хаотически распределенными дефектами. Среднее значение этой величины по длине дислокации и по хаотическому распределению дефектов равно нулю.

Зоны Гинье-Престона будем считать одинаковыми, имеющими радиус *R* и распределенными случайным образом в плоскостях параллельных плоскости скольжения дислокации *XOZ*. Такая ситуация реализуется, например, в алюминиево-медных сплавах, где зоны Гинье-Престона имеют форму пластинок моноатомной толщины [9].

Уравнение движения дислокации может быть представлено в следующем виде

$$m\left\{\frac{\partial^2 X}{\partial t^2} - c^2\frac{\partial^2 X}{\partial z^2}\right\} = b\left[\sigma_0 + \sigma_{xy}^d + \sigma_{xy}^G\right] - B_e\frac{\partial X}{\partial t} \quad (2)$$

где σ_{xy}^d – компонента тензора напряжений, создаваемых точечными дефектами на линии дислокации, σ_{xy}^G – компонента тензора напряжений, создаваемых на этой линии зонами Гинье-Престона, B_e – константа электронного торможения.

Здесь, как и в работах [2-5], будем считать выполненным условие $\left[B_e bv/(mc^2)\right] << 1$, позволяющее пренебречь влиянием константы B_e на силу торможения дислокации структурными дефектами.

Воспользовавшись методом, развитым в работах [2–5], силу динамического торможения движущейся краевой дислокации зонами Гинье-Престона вычислим по формуле

$$F_G = \frac{n_G b^2}{8\pi^2 m}\int d^3q\,|q_x|\cdot\left|\sigma_{xy}^G(\mathbf{q})\right|^2\delta(q_x^2v^2 - \omega^2(q_z)) \quad (3)$$

где $\omega(q_z)$ – спектр дислокационных колебаний, $\sigma_{xy}^G(\mathbf{q})$ – Фурье-образ компоненты тензора напряжений, созданных зонами Гинье-Престона, n_G – объемная концентрация этих зон.

Полная сила торможения дислокации точечными дефектами, зонами Гинье-Престона и электронами может быть представлена в виде суммы трех слагаемых

$$F = \frac{B_d v}{1+\frac{v^2}{v_0^2}} + \frac{\lambda_L}{v_L + v} + B_e v \quad (4)$$

Здесь B_d - константа динамического торможения дислокации атомами меди в алюминиево-медном сплаве.

Анализ полученного выражения показывает, что скоростная зависимость силы торможения дислокации может иметь два минимума и два максимума при выполнении следующих условий

$$B_d > B_e > B_d(b/R)^2 \quad (5)$$

График скоростной зависимости силы торможения при выполнении указанных условий имеет два участка с отрицательным наклоном, соответствующим снижению динамического предела текучести при повышении скорости пластической деформации. На этих участках возникает динамическая неустойчивость дислокационного движения, что приводит к появлению скачков пластической деформации. Меняя величину постоянного магнитного поля, можно менять величину константы электронного торможения, тем самым устраняя участки отрицательной скоростной зависимости и

подавляя вызванные ими скачки деформации. Величина критического магнитного поля, способного подавить эти деформационные скачки, определяется выражением

$$H_c = \frac{\alpha}{B_{el}(0)}\sqrt{n_0} \qquad (6)$$

Здесь n_0 – безразмерная концентрация атомов меди в сплаве, $B_{el}(0)$ – константа электронного торможения при нулевом магнитном поле, α – величина, определяемая упругими константами материала.

В работе [10] обнаружено влияние постоянного магнитного поля на неустойчивость пластического течения (эффект Портевена-Ле Шателье) в закаленных кристаллах NaCl : Eu при комнатных температурах. Действие магнитного поля приводит к уменьшению предела текучести, снижению вероятности возникновения и амплитуды скачков пластической деформации, а также к хаотизации распределения скачков по величине. Полосы сдвига на поверхности кристаллов, деформированных в магнитном поле, образуются вдвое реже по сравнению с кристаллами, деформированными в отсутствие поля.

Литература

1. Альшиц В. И. Динамическое торможение дислокаций / В. И. Альшиц, В. Л. Инденбом // УФН. – 1975. – Т. 115, № 1. – С. 3– 39.

2. В.Н. Варюхин, В.В. Малашенко. Динамические эффекты в дефектной системе кристалла // Известия РАН. Серия физическая. 2018.- Т. 82, № 9.- С. 37– 42.

3. Malashenko V.V. Dynamic drag of edge dislocation by circular prismatic loops and point defects / V.V. Malashenko // Physica B: Phys. Cond. Mat. 2009. V. 404, № 2. P. 3890–3892.

4. Малашенко В.В. Коллективное преодоление дислокациями точечных дефектов в динамической области / В.В. Малашенко // ФТТ. -2014.- Т. 56, № 8.- С. 1528–1530.

5. Малашенко В.В. Особенности динамики дислокаций в облученных металлах и сплавах с гигантской магнитострикцией / В.В. Малашенко // ПЖТФ. -2012.- Т. 38, № 19.- С. 61–65.

6. Альшиц В.И., Даринская Е.В., Колдаева М.В., Котовский Р.К., Петржик Е.А., Трончик П. Физическая кинетика движения дислокаций в немагнитных кристаллах: взгляд через магнитное окно // УФН.-2017.- Т. 187. –С. 327-341.

7. Гришин А.М., Канер Э.А., Фельдман Э.П. Электронное торможение дислокаций в магнитном поле // ЖЭТФ. – 1976. – Т. 70, № 4. – С. 1445–1462.

8. Vigueras E., A.A. Krokhin, T. J. McKrell, J. M. Galligan Broadening of the tilt-effect peak in the drag of dislocations in metals due to chaotic scattering of electrons // Phil. Mag. A. – 2001. – Vol. 81, № 1. – P. 137–144.

9. A.Yu. Stroev, O. I. Gorbatov, Yu. N. Gornostyrev, and P. A. Korzhavyi. Solid solution decomposition and Guinier-Preston zone formation in Al-Cu alloys: A kinetic theory with anisotropic interactions // Phys. Rev. Materials 2, 033603

10. Дунин-Барковский Л.Р., Моргунов Р.Б., Tanimoto Y. Влияние постоянного магнитного поля до 15 Т на эффект Портевена-Ле Шателье в кристаллах NaCl : Eu // ФТТ. 2005. – Т. 47, № 7.- С. 1241-1246.

ИФРАКРАСНАЯ ТЕРМОГРАФИЯ ТВЕРДОТЕЛЬНОГО ОХЛАЖДЕНИЯ НА ОСНОВЕ БЫСТРОЗАКАЛЁННЫХ ЛЕНТ СПЛАВА Ti_2NiCu С ЧАСТОТОЙ ЦИКЛОВ РАСТЯЖЕНИЯ- СЖАТИЯ ДО 40 ГЦ

Быбик М.С. [1], **Федотов С.Ю.**[2], **Морозов Е.В.**[1],**Коледов В.В.**[1], **Шавров В.Г.**[1], **Шеляков А.В.**[3]

1. *ИРЭ им. В.А. Котельникова РАН, Москва, Россия*
2. *МГУ им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия*
3. *НИЯУ МИФИ, Москва, Россия*

Аннотация: Работа посвящена экспериментальному изучению эластокалорического эффекта (ЭКЭ) в быстрозакалённых лентах сплава Ti_2NiCu методом инфракрасной термографии при периодическом воздействии растягивающей силы. Для исследования была создана установка, позволяющая исследовать ЭКЭ при частотах деформации вплоть до 40 Гц. Ожидается, что полученные результаты позволят приблизиться к пониманию кинетики процесса.

Ключевые слова: эластокалорический эффект, ИК-термография, аморфно-кристаллические сплавы, фазовые переходы, кинетика процесса, альтернативная энергетика.

В последние несколько лет вопросу создания и изучения новых функциональных материалов уделяется всё больше внимания со стороны научного сообщества. Изучаются и эффекты, возникающие в данных материалах при воздействии на них различных полей. Особый интерес представляют магнитокалорический, эластокалорический и электрокалорический эффекты. Они связаны с изменением температуры изучаемого образца под воздействием на него внешних полей различной природы: магнитного, поля механических напряжений, электрического. Все выше упомянутые эффекты изучаются с целью создания совершенно новой, безопасной и экологичной технологии сферы альтернативной твердотельной энергетики. Ожидается, что уже в ближайшие годы системы, основанные на более безопасной и экологичной технологии твердотельного охлаждения, займут свою нишу в сфере энергетики и постепенно начнут вытеснять классические системы охлаждения, основанные на едком и опасном не только для человека, но и для атмосферы Земли газе- фреоне. Данная работа посвящена эластокалорическому эффекту (ЭКЭ). На сегодняшний день уже опубликовано огромное количество работ по изучению данного явления. Так, например, показано, что величина эффекта в сплаве Ti_2NiCu составляет 9,4 К [1]. Также показано, что добавление в сплав TiNi меди повышает износостойкость образцов материала в сравнении со своими аналогами TiNi и TiNiCuCo [2,3]. Однако, и по сей день остаются неясными вопросы связанные с кинетикой фазового перехода, а так же нет данных о высокочастотных измерениях ЭКЭ.

Целью настоящего исследования было изучение ЭКЭ в быстрозакалённой ленте сплава Ti_2NiCu, с эффектом памяти формы (ЭПФ) методом инфракрасной термографии при периодическом воздействии вынуждающей силы при частоте растяжения/ сжатия до 40 Гц.

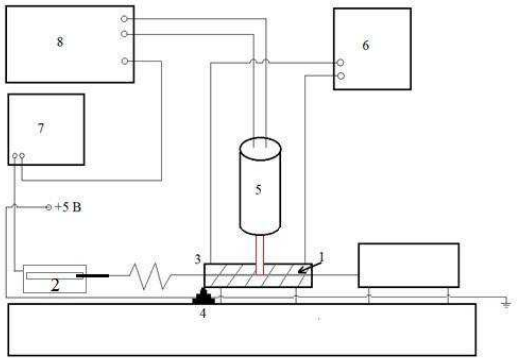
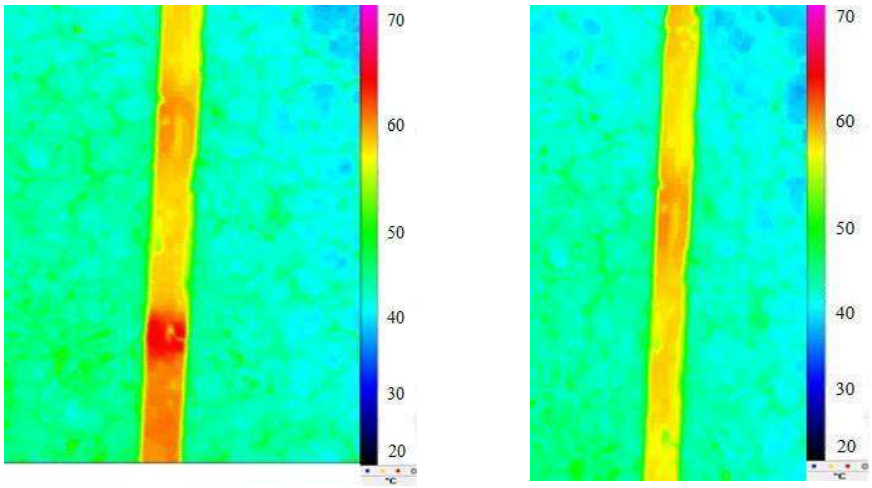


Рисунок1 - Схема экспериментальной установки для изучения ЭКЭ в быстрозакалённой ленте методом ИК- термографии

Изучение кинетики процесса началось с модификации установки, изложенной в работах [1,4]. Модификация главным образом заключается в изменении устройства, генерирующего механическую деформацию образца. Изначально применялся простой телескопический актюатор, однако, было принято решение отказаться от данного устройства в пользу системы эксцентрика с приводом. Полная переработка механического привода позволила добиться частот циклов растяжения- сжатия до 40 Гц, в отличие от предшественника, максимальная частота циклов растяжения- сжатия которой составляет всего 4 Гц. Также следует заметить, что новое устройство обеспечивает синусоидное механическое воздействие на образец, что позволяет обеспечить достаточно высокую степень адиабатичности при частотах выше 10 Гц. Помимо актюатора, нововведения коснулись и непосредственно измерительных приборов. Так, инфракрасный пирометр testo 845, применяемый в работе [1], был заменён инфракрасной камерой Flir SC- 7000 с волновым диапазоном измерений 3,7-4,8 мкм и частотой съёмки до 400 кадров в секунду. Для исследуемого диапазона температур погрешность прибора составляет ±1°С. Остальные узлы остановки остались неизменными. Более подробно данная установка описана в работе [5]. Схема установки представлена на рис.1.

В качестве исследуемых образцов были выбраны отрезки ленты сплава Ti_2NiCu с эффектом памяти формы, длиной 10 см, шириной 1,5 мм и толщиной 35 мкм.

В ходе проведения экспериментального изучения ЭКЭ в ленте сплава была получена высокая степень адиабатичности процесса, как и ожидалось при проектировании источника механических напряжений. С помощью ИК- термографии были подтверждены результаты в пределах погрешности, полученные методом пирометрической регистрации и измерения температуры. По результатам обработки ИК- термограмм величина эффекта в кристаллическом образце составляет 8,5 К.



(а) (б)

Рисунок 3 - Изображения поверхности образца ленты, полученные с помощью камеры Flir SC-7000: а- нагрев при деформации (растяжении), б- эффект накачки

Из изображений (рис.2 (а,б)) видно, что температура распределяется неоднородно по поверхности образца. По предварительным предположением это может быть связано с неоднородностью самого образца, возникающей при его изготовлении или отжиге, а также при зачернении его поверхности.

Заключение.

В заключение сформулируем основные итоги проведённой работы:

1) Экспериментальная установка для изучения ЭКЭ в быстрозакалённых лентах сплава Ti_2NiCu была модифицирована. Модификация позволяет проводить высокчастотные исследования, обеспечивает высокую степень адиабатичности при частоте циклов растяжения- сжатия порядка 40 Гц.

2) Для экспериментального изучения ЭКЭ в лентах применён метод высокоскоростной ИК- термографии. Получены и обработаны ИК- термограммы. Подтверждены данные о величине ЭКЭ в лентах, полученные пирометрическим методом. Показано, что величина ЭКЭ в лентах составляет 8,5 К, что, в пределах погрешности, соотносится с данными, полученными ранее. Также из ИК- изображений видна неоднородность распределения температуры на поверхности образца, которую можно объяснить наличием неоднородностей в структуре образца, а также замечен эффект накачки тепла.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 18-37-00481.

Литература

[1] *Федотов С.Ю., Морозов Е.В., Коледов В.В., Шавров В.Г.* «Исследование эластокалорического эффекта в быстрозакалённой ленте сплава Ti_2NiCu с эффектом памяти формы». Известия РАН, серия физическая, 2017 г., Т.81, №12.

[2] *H. Ossmer, C. Chluba, S. Kauffmann- Weiss, E. Quandt, M. Kohl*. TiNi- based films for elastocaloric microcooling. Fatigue life and device performance. APL Materials 4 (6), 2016.

[3] *C. Bechtold, C. Chluba, R. Lima de Miranda, and E. Quandt*. High cyclic stability of the elastocaloric effect in sputtered TiNiCu shape memory films. Applied Physics Letters, Vol. 101, Issue 9, 2012.

[4] *Федотов С.Ю., Морозов Е.В., Коледов В.В., Шавров В.Г., Шеляков А.В.* «Исследование эластокалорического эффекта в быстрозакалённой ленте сплава Ti_2NiCu для твердотельного охлаждения». Нелинейный мир, №2, т.15, 2017

ФАЗОВЫЙ ПЕРЕХОД СМАЧИВАНИЯ ГРАНИЦ ЗЕРЕН В ПРОМЫШЛЕННОМ СПЛАВЕ НА ОСНОВЕ СИСТЕМЫ MG-ZN - EZ33A

Цой К.В., Страумал А.Б.
Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Россия
key_tsoy@issp.ac.ru

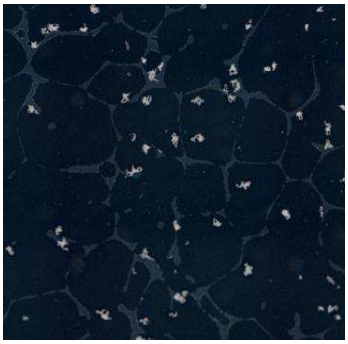
Сплав EZ33A – это сплав на основе системы Mg-Zn, который используется в авиационной и космической промышленности. Он задействован в литейных производствах, так как в литом состоянии данный сплав демонстрирует низкую микропористость, хорошую свариваемость, а также сопротивление ползучести до 250°C. Но при хороших показателях некоторых свойств он обладает низкой пластичностью при комнатной температуре. Это приводит к тому, что данный сплав с трудом или вообще не поддаётся механической обработке, что сильно ограничивает область его применения.

Высокую твердость данного сплава связывают в литературе с наличием прослоек интерметаллида (Mg, Zn)12RE на границах зерен после затвердевания всего объема жидкого сплава при отливке. Данные структуры имеют типичный вид структур после протекания фазового перехода смачивания на границах зерен. Однако, при исследовании процессов сварки данного сплава, структура сплава после сварки представляет частицы второй фазы в тройных стыках и чистые границы зерен. Это типичная структура без смачивания. Логично предположить, что структуры эти метастабильны, что дополнительно подтверждает необходимость исследование протекания фазового перехода смачивания в магниевом сплаве EZ33A.

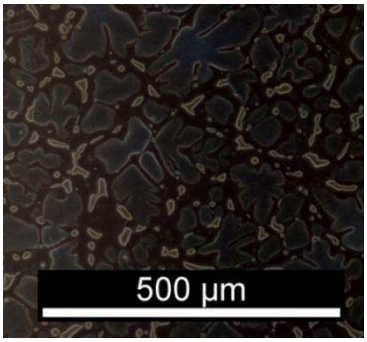
В сплаве EZ33A было показано протекание фазового перехода смачивания границ зерен второй жидкой фазой при температурах от 527˚C (смещенная в сторону высоких температур температура эвтектического превращения) до 580˚C. Были определены температуры начала и окончания фазового перехода смачивания. Доказано, что исходная структура литого сплава представляет собой условно закаленную структуру смачивания, которая соответствует температуре отжига между температурой начала и температурой окончания фазового перехода смачивания. Структура сплава выдержанная при температуре чуть выше температуры эвтектического превращения показывает количество второй фазы интерметаллида (Mg, Zn)12RE примерно в 2 раза меньшее, чем в исходном литом материале. При этом интерметаллидная фаза при стабилизации структуры в случае данного отжига собирается в частицы в тройных стыках или на границах зерен и покрывает значительно меньшую площадь границ зерен, чем в литой структуре. Следовательно, можно предположить, что для улучшения пластичности сплава EZ33A необходимо выдерживать его при температуре чуть выше температуры эвтектического превращения.

Также нами было подтверждено существование смачивания границ зерен Mg/Mg твердой итерметаллидной фазой при температурах ниже температуры эвтектического превращения. Подтверждение представлено на микрофотографиях (Рис. 1: а, б, в). Первая микрофотография (Рис. 1а) демонстрирует структуру исходного образца. Зерна окружены частицами, а иногда и прослойками на границах зерен второй фазы (Mg, Zn)12RE. На следующей фотографии показана структура образца, отожженного при 150˚C в течение 1884 часов (Рис. 1б). При рассмотрении можно приметить, что после отжига вторая фаза сконцентрирована только в тройных стыках (Рис. 1а). В случае с микрофотографией структуры образца после отжига в 350˚C (Рис. 1в), который длился 500 часов, также наблюдалась структура, где размер зерна

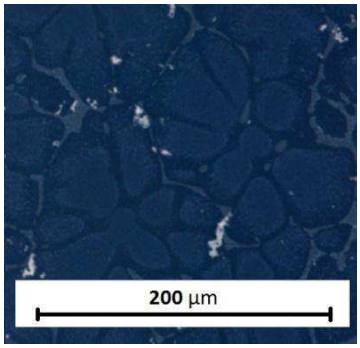
увеличился, а фаза (Mg, Zn)12RE расположилась в стыках и начала смачивать границы зерен.



а) Исходная структура



б) Структура после отжига в 150˚С (1884 h)



в) Структура после отжига в 350˚С (500 h)

Рисунок 1 – Твердофазное смачивание

МОДЕЛИРОВАНИЕ УСТАЛОСТНОГО РАЗРУШЕНИЯ СПЛАВОВ С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ НА ОСНОВЕ FeMn ПРИ ЦИКЛИЧЕСКИХ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКИХ НАГРУЖЕНИЯХ

Беляев Ф.С., Еврард М.Е., Волков А.Е.
Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург, Российская Федерация
f.belyaev@spbu.ru

Сплавы с памятью формы (СПФ) на основе железа, такие как сплавы FeMn с содержащем 17-18% Mn, а также сплавы FeMnSi, представляют большой интерес исследователей и инженеров в связи с их возможным применением в устройствах сейсмозащиты [1-5]. Одним из основных требований к таким устройствам является высокая усталостная прочность, так как землетрясения с большой магнитудой могут сопровождаться большими сейсмическими колебаниями.

Разработка устройств, использующих СПФ на основе FeMn, требует надежных средств расчета их деформации и оценки срока службы. В данной работе была построена микроструктурная модель описывающая деформационное поведение и усталостное разрушение этих сплавов и были проведены расчеты усталостного разрушения при различных циклических воздействиях. Модель достаточно подробна описана в [6, 7], здесь же представлены основные ее особенности.

В СПФ на основе FeMn происходит превращение кристаллографических решеток ГЦК↔ГПУ и для построения модели было необходимо учесть особенности данного превращения. Известно, что ГЦК ↔ГПУ мартенситное превращение осуществляется путем сдвига на вектор $1/6\langle 11\bar{2}\rangle_{ГЦК}$ в каждой второй плоскости $\{111\}_{ГЦК}$. Из-за наличия оси симметрии 3-го порядка в плоскости сдвига для каждой из четырех плоскостей $\{111\}_{ГЦК}$ (далее будем называть из зонами) существует три возможных вектора сдвига. Таким образом для СПФ на основе FeMn существует 3·4 = 12 возможных вариантов образования мартенсита.

Мартенситная фаза также имеет ось симметрии 3-го порядка на плоскости сдвига и благодаря этому возможны три направления сдвига при обратном превращении. Эта возможность многовариантного обратного превращения отличает данные СПФ от таких, в которых обратное превращение происходит единственным образом, например, от распространенного сплава TiNi. Многовариантность обратного превращения порождает особенности функциональных свойств этих СПФ, в частности, при термоциклировании под постоянным напряжением деформация может возрастать как при охлаждении, так и при нагреве.

Предполагается что рост мартенситных кристаллов при фазовой деформации сопровождается аккомодационной микропластической деформацией. Мера такой деформации, связанная с соответствующим вариантом мартенсита (*i*-м вариантом из *p*-й зоны), будем обозначать переменной ε_{pi}^{MP} и связывать с соответствующими плотностями ориентированных b_{pi} и рассеянных f_{pi} дефектов посредством следующих эволюционных уравнений:

$$\dot{b}_{pi} = \dot{\varepsilon}_{pi}^{MP} - \left(\frac{1}{\beta^*}\right)\left|b_{pi}\right|\dot{\varepsilon}_{pi}^{MP} H\left(b_{pi}\dot{\varepsilon}_{pi}^{MP}\right),$$

$$\dot{f}_{pi} = \left|\dot{\varepsilon}_{pi}^{MP}\right| + r\left(f_{pi} - f_0\right)\Phi_{pi} H\left(-\dot{\Phi}_{pi}\right),$$

где Φ_{pi} – меры мартенсита, полученные через *i*-е скольжение в *p*-й зоне, β^*, r, f_0 – материальные постоянные, H – функция Хевисайда.

Для описания разрушения модельного образца был взят деформационно-силовой критерий разрушения, предложенный в работе [8]:

$$k_1 \frac{tr(\sigma)}{3}\left(1 + k_2 \frac{b_{pi}}{\beta^*}\right) T_\sigma = \frac{\tau_F}{(1+p)},$$

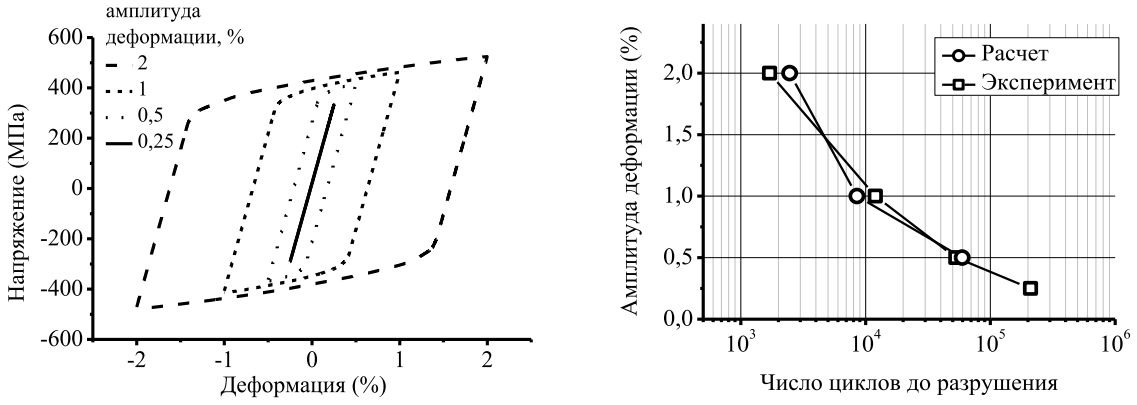
где T_σ – интенсивность тензора напряжений, τ_F – предел прочности материала, k_1, k_2 – материальные постоянные, p – поврежденность материала. В модели скорость роста поврежденности пропорциональна суммарной микропластической деформации в этом зерне:

$$\dot{p} = B \sum_{p,i} \left| \dot{\varepsilon}_{pi}^{MP} \right|.$$

где B – материальная постоянная.

Данный критерий реализует идеи, лежащие в основе критерия Мизеса и теории накопления повреждений Работнова – Качанова, и позволяет описывать разрушение как при циклических механических нагружениях, так и при циклических термомеханических воздействиях. Критерий учитывает следующие факты: гидростатическое давление препятствует разрушению, скопления ориентированных дефектов являются концентраторами внутренних напряжений и таким образом способствуют разрушению, накопление поврежденности материала вследствие микропластической деформации снижает прочность материала.

Построенная модель использовалась для расчета усталостного разрушения элементов из СПФ на основе FeMn при различных циклических нагружениях. На рис. 1 (а) представлены деформационные диаграммы для изотермического двустороннего деформирования (растяжение-сжатие) в мартенситном состоянии. Данный режим представляет наибольший интерес для разработки демпферов и изоляторов из СПФ на основе FeMn. Для этого режима были проведены расчеты усталостного разрушения при различных амплитудах деформации от 0.5% до 2%. Полученные расчетные результаты в сравнении с экспериментальными данными [5] представлены на рис. 1 (б). Результаты расчета хорошо согласуются с экспериментом.



(а) (б)

Рисунок 1 - Диаграмма деформация-напряжения (а) и число циклов до разрушения (б) эксперимент [5] и расчетные данные для изотермического двустороннего нагружения

Были проведены расчеты усталостного разрушения СПФ на основе FeMn за счет циклического изменения температуры. На рис. 2 представлена зависимость числа циклов до разрушения от действующего напряжения при термоциклировании через интервал мартенситных превращений под постоянной нагрузкой.

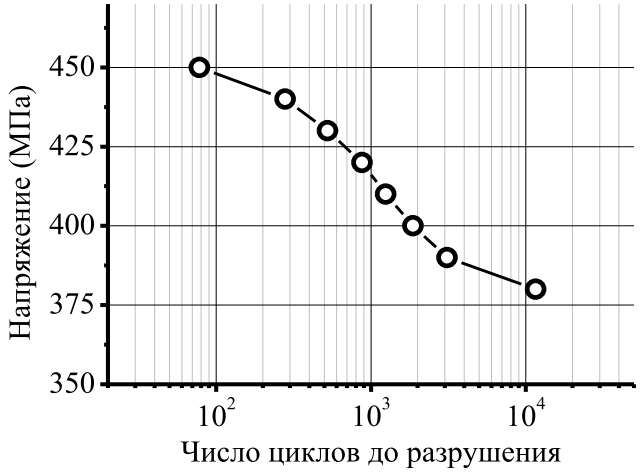


Рисунок 2 - Рассчитанное число циклов до разрушения в зависимости от действующего напряжения при термоциклировании

Таким образом, разработана модель механического поведения СПФ на основе FeMn, описывающая их основные функциональные свойства. Кроме того, показано что предложенный ранее деформационно-силовой критерий разрушения позволяет описывать усталостное разрушение и этих сплавов как при изотермических нагружениях, так и в условиях с циклически изменяющейся температурой. Расчетные значения числа циклов до разрушения при изотермическом двустороннем деформировании хорошо согласуются с экспериментальными данными.

Работа выполнена при поддержке РФФИ, грант №. 19-01-00685

Литература

[1] Ghafoori, E., Hosseini, E., Leinenbach, C., Michels, J., Motavalli, M., 2017. Fatigue behavior of a Fe-Mn-Si shape memory alloy used for prestressed strengthening. Materials and Design 133, 349–362.

[2] Sawaguchi, T., Kikuchi, T., Ogawa, K. et al., 2006. Development of prestressed concrete using Fe-Mn-Si-based shape memory alloys containing NbC. Materials Transactions 47, 580-583.

[3] Sawaguchi, T., Nikulin, I. Ogawa, K. et al., 2015. Designing Fe-Mn-Si alloys with improved low-cycle fatigue lives. Scripta Materialia 99, 49-52.

[4] Nikulin, I., Sawaguchi, T., Ogawa, K., Tsuzaki, K., 2015. Microstructure Evolution Associated with a Superior Low-Cycle Fatigue Resistance of the Fe-30Mn-4Si-2Al Alloy. Metallurgical and Materials Transactions A 46, 5103-5113.

[5] Nikulin, I., Sawaguchi, T., Kushibe, A., Inoue, Y., Otsuka, H., Tsuzaki, K., 2016, Effect of strain amplitude on the low-cycle fatigue behavior of a new Fe-15Mn-10Cr-8Ni-4Si seismic damping alloy. Int. J. of Fatigue 88, 132-141.

[6] Evard, M., Volkov, A., Belyaev, F., Ignatova, A., 2018. About the choice of Gibbs' potential for modelling of FCC → HCP transformation in FeMnSi-based shape memory alloys. AIP Conference Proceedings 1959, 070010.

[7] Fedor S. Belyaev, Margarita E. Evard, Aleksandr E. Volkov, 2018. Simulation of Fatigue Fracture of FeMn-based Shape Memory Alloys at Cyclic Mechanical Tests. Procedia Structural Integrity 13C, 988-993.

[8] Belyaev, F., Volkov, A., Evard, M., 2018. Microstructural modeling of fatigue fracture of shape memory alloys at thermomechanical cyclic loading. AIP Conference Proceedings 1959, 070003.

УСТАЛОСТНОЕ РАЗРУШЕНИЕ ВЫСОКОПРОЧНОЙ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ НА ОСНОВЕ FeMnSi ПРИ МЕХАНОЦИКЛИРОВАНИИ В МАРТЕНСИТНОМ СОСТОЯНИИ

Остропико Е.С.[1], Арутюнян А.Р.[1], Волков А.Е.[1], Евард М.Е.[1], Сагарадзе В.В.[2], Трофимов С.А.[1]

[1]Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург, Россия,
[2] Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения РАН, Екатеринбург, Россия
es-ostropiko@mail.ru

Среди функциональных материалов, претерпевающих мартенситные превращения, сплавы на основе FeMnSi занимают особое место благодаря присущему им эффекту памяти формы, доступной механической обработке (в отличие от TiNi и сплавов на его основе), а свойственный им широкий гистерезис превращения может быть полезен в специальных приложениях, требующих стабильности в большом интервале температур. Немаловажную роль играет и тот факт, что стоимость сплавов на основе железа и марганца существенно ниже стоимости сплавов TiNi. Вопросы экономии выходят на первый план, когда речь идет о массовом производстве или об изготовлении массивных изделий, таких, например, как демпферы и изоляторы вибрации, используемые для защиты зданий и сооружений от землетрясений.

Объектом исследования в настоящей работе является упрочненная частицами высокопрочная сталь на основе FeMnSi, содержащая 18% Mn, 2% Si, 2%V, 0,4% C (массовые проценты). Ранее было показано [1], что в таких сплавах формирование частиц карбида VC приводит к значительному увеличению предела текучести: до 728 МПа по сравнению со сплавами Fe – 0.20 C – 18 Mn – 2 Si – 1 V ($\sigma_{0.2}$ = 257 МПа) и Fe – 28 Mn – 6 Si ($\sigma_{0.2}$ = 496 МПа), в которых указанные карбиды либо не формируются, либо формируются в незначительных количествах. При этом исследуемая сталь демонстрирует довольно значительную пластичность (однородная деформация до разрушения δ = 14%), а благодаря создаваемым равномерно распределенными наночастицами VC напряжениям, восстанавливаемая при нагреве за счет эффекта памяти формы деформация составляет 1,4 % для закаленных образцов и 2,1 % для образцов после дополнительного отжига после закалки при 720°C в течение 3 часов.

В связи с возможностью применения данного материала в виброзащитных устройствах были исследованы его механические характеристики и усталостное поведение в мартенситном состоянии при циклическом нагружении от нулевого до заданного максимального значения напряжения σ_{max}. Исследовались образцы в состоянии поставки (закалка от 1150°C + отжиг в течение 12 часов при температуре 650°C) и после дополнительного отжига (3 часа при температуре 720°C). На рис. 1 приведены диаграммы деформирования при комнатной температуре (в мартенситном состоянии) для обеих термообработок. Видно, что дополнительный отжиг при 720°C, вызывая, согласно [1], частичное растворение наночастиц VC, приводит к снижению предела текучести и одновременному увеличению пластичности материала.

Циклические испытания выполняли на усталостной сервогидравлической испытательной машине Si-Plan SH-B. На рис. 2 приведены усталостные кривые для исходного и дополнительно отожженного образцов. В исходном образце (σ_{02} = 787 МПа) при σ_{max} = 800 МПа количество циклов до разрушения составляет примерно 20000. С уменьшением величины максимального напряжения до 500 МПа количество циклов до разрушения возрастает до 192000 –300000 циклов.

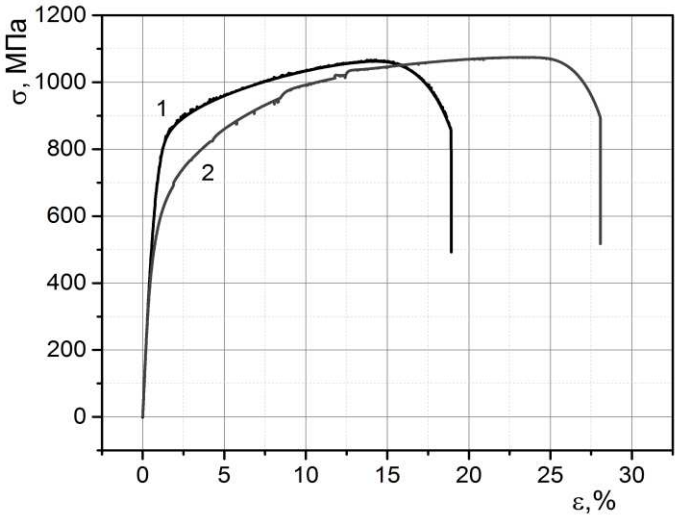


Рисунок 1 - Диаграммы деформирования стали 0.40 C – 18 Mn – 2 Si – 2 V при комнатной температуре. Образцы в состоянии поставки после закалки от 1150°C и отжига в течение 12 часов при температуре 650°C (1) и после дополнительного отжига при 720°C в течение 3 часов (2)

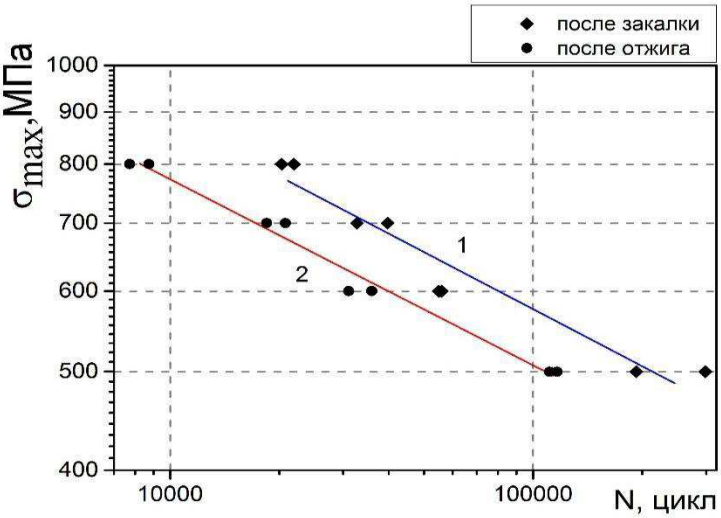


Рисунок 2 - Зависимость числа циклов до разрушения от максимальной величины напряжения σ_{max} в цикле. Образцы в состоянии поставки после закалки от 1150°C и отжига в течение 12 часов при температуре 650°C (1) и после дополнительного отжига при 720°C в течение 3 часов (2)

Дополнительно отожженный (разупрочненный) образец, для которого исследованные значения σ_{max} лежат, в основном, выше предела текучести, демонстрирует значительно худшие усталостные свойства: около 8000 циклов до разрушения при σ_{max} = 800 МПа и около 115000 циклов при σ_{max} = 500 МПа.

Работа выполнена при поддержке РФФИ, грант 19-01-00685.
При определении химического состава сплава и характеристических температур превращения использовано оборудование ресурсных центров СПбГУ «Методы анализа состава вещества» и «Термогравиметрические и калориметрические методы исследования» (http://researchpark.spbu.ru/)

Список литературы

1. V.V. Sagaradze, S.V. Afanas'ev, High-strength precipitation-hardening austenitic steels with shape memory effect, Materials Science Foundations, Vols. 81-82 (2015), pp. 575-599.

НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫЕ АЛЮМИНИЕВЫЕ КРИОКАТАНЫЕ ЛИСТЫ ИЗ СПЛАВА Д16 С УНИКАЛЬНЫМ КОМПЛЕКСОМ СВОЙСТВ

Крымский С.В., Ситдиков О.Ш., Автократова Е.В., Маркушев М.В.
Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, г. Уфа, Россия,
stkr_imsp@mail.ru

Разработка новых методов упрочнения металлов и сплавов за счет «пластического наноструктурирования» вызвала в последние годы заметный интерес к деформированию при криогенных температурах. Основанием послужил довольно значимый эффект упрочнения обрабатываемых материалов. Однако до сих пор не определены пределы их упрочнения, обеспечивающие наибольшую надежность и долговечность конструкций. Этот вопрос актуален для сплавов на различных основах, в том числе, и для сложнолегированных дисперсионно-твердеющих алюминиевых сплавов типа дуралюмин, широко используемых в различных отраслях промышленности, в том числе аэрокосмической.

Цель работы – оценить эффект обработки, совмещающей криогенную деформацию и упрочняющую термообработку, на структуру, статическую прочность, трещиностойкость и сопротивление межкристаллитной коррозии (МКК) алюминиевого сплава Д16.

В работе использовали промышленный горячепрессованый пруток ∅ 60 мм сплава Д16 стандартного химического состава (Al-4,4Cu-1,4Mg-0,7Mn, % вес.) с грубоволокнистой структурой. Заготовки в виде пластин толщиной 5 мм, вырезанные вдоль оси прессования, сначала нагревали до температуры 500 °С и закаливали в воду комнатной температуры для фиксации пересыщенного алюминиевого твердого раствора. Затем заготовки охлаждали и прокатывали с суммарной степенью деформации e~2 в изотермических условиях при температуре жидкого азота, после чего отжигали (старили) при температуре от комнатной до 190ºС. Для сравнения, криопрокатанный (КП) сплав также подвергали стандартным видам термического упрочнения по режимам Т и Т1 – перезакалке и последующему естественному и искусственному старению (ЕС и ИС) при комнатной и температуре 190ºС, 6 суток и 12 часов, соответственно.

Структуру и фазовый состав сплава анализировали методами оптической и просвечивающей электронной микроскопии (ОМ и ПЭМ). Микроструктуру изучали с помощью микроскопа Nikon L-150 на механически полированных и протравленных реактивом Келлера шлифах. Тонкую структуру исследовали в электронном микроскопе JEOL 2000EX на объектах, полученных струйной электрополировкой в 30% растворе азотной кислоты в метаноле. Механические испытания проводили при комнатной температуре на машине Instron 5982. Параметры статической прочности сплава при одноосном растяжении (условные пределы прочности и текучести ($\sigma_{0,2}$ и $\sigma_в$) и относительное удлинение (δ)) определяли на плоских образцах с рабочей частью 9x3x0,7 мм. Характеристики трещиностойкости (удельную работу зарождения и роста трещины ($A_з$ и $A_р$) и их сумму (A)) оценивали по методу Кана при внецентренном растяжении образцов толщиной 0,7 мм с боковым V-образным концентратором. Анизотропию механических свойств оценивали по результатам испытаний не менее трех долевых (ДП) и поперечных (ПД) образцов на точку. Испытания на сопротивление МКК проводили по ГОСТ 9.021-74. Образцы выдерживали в течение 24 часов в водном растворе, содержащем 3% NaCl и 1% HCl. Коррозионное поражение анализировали в направлении прессования/прокатки вдоль контактной поверхности – поперечного сечения прутка/листа.

Обнаружено, что криопрокатка и последующее естественное старение сплава в течение ~6 суток приводили к фиксированию уникально высокой прочности (вдоль направления прокатки $\sigma_{0,2}$ = 590 МПа, $\sigma_в$ = 640 МПа), сопровождаемой, однако, лишь удовлетворительной пластичностью (δ = 5,9 %) и низкой трещиностойкостью, в особенности, низким сопротивлением росту трещины ($A_з$ = 27 кДж/м^2, $A_р$ = 4 кДж/м^2). При этом глубина и интенсивность МКК (35 мкм и 14 %) чуть превышали уровни,

зафиксированные для исходного прутка. Такой результат был, прежде всего, достигнут за счет структурного упрочнения от формирования при криопрокатке развитой наноячеистой структуры (размер ячеек 100-200 нм) [1-3], а также, - за счет зонного распада предварительно пересыщенного алюминиевого раствора, активно протекавшего в сильнодеформированной матрице [2-4]. Искусственное же старение прокатанного сплава по серийному режиму Т1 привело к заметному его разупрочнению ($\sigma_{0,2}$ = 405 МПа, $\sigma_в$ = 465 МПа), причем практически до уровня, достигаемого лишь в результате дисперсионного твердения исходного полуфабриката. Причина - наложение и интенсивное протекание процессов распада твердого раствора, возврата и рекристаллизации деформационной структуры [3-6]. В результате, несколько неожиданным было зафиксировать тот факт, что эффект упрочнения сплава, обусловленный интенсивной низкотемпературной пластической деформацией, терялся даже при отжигах при температурах и длительностях, соответствующих стандартным режимам искусственного старения. Кроме того, несмотря на сильное разупрочнение, показатели пластичности и трещиностойкости прокатанного сплава повышались лишь незначительно (δ = 7 %, $A_з$ = 31 кДж/м^2, $A_р$ = 9 кДж/м^2), а сопротивление МКК, напротив, заметно ухудшалось (глубина и интенсивность 475 мкм и 88 %, соответственно). Таким образом, стандартное искусственное старение сводило на нет все усилия, направленные на повышение свойств сплава за счет деформационной обработки.

Таблица 1 - Механические свойства сплава Д16 при комнатной температуре

Состояние	**$\sigma_{0.2}$, МПа**	**$\sigma_в$, МПа**	**δ, %**	**A, кДж/м^2**	**$A_{ЗТ}$, кДж/м^2**	**$A_{РТ}$, кДж/м^2**
Т (З + ЕС)*	280/-	430/-	19,0/-	-	-	-
Т1 (З + ИС (190ºС, 12 ч))	390/-	440/-	7,0/-	-	-	-
КП + ЕС (6 суток)	590/505	640/540	5,9/2,0	31/16	27/13	4/3
КП + ИС (190ºС, 12 ч)	405/405	465/455	7,1/2,9	40/17	31/13	9/4
КП + Т	285/270	455/430	27,8/20,3	243/128	94/48	149/80
КП + Т1	375/365	465/450	12,0/8,6	138/46	90/28	48/18
КП + ИС (корр.)	610/510	665/550	10,4/3,1	60/23	42/18	18/5

* КП – криопрокатка, З – закалка, ЕС и ИС – естественное и искусственное старение

Исправить ситуацию позволила корректировка режимов искусственного старения криопрокатанного сплава. С ее помощью удалось не только значительно повысить параметры пластичности (δ = 10,4 %) и трещиностойкости ($A_з$ = 42 кДж/м^2, $A_р$ = 18 кДж/м^2), но и дополнительно его упрочнить ($\sigma_{0,2}$ = 610 МПа, $\sigma_в$ = 665 МПа), сохранив приемлемый уровень сопротивления МКК (глубина и интенсивность 50 мкм и 23 %, соответственно). То есть, придать сплаву уникальный комплекс механических свойств, определяющих его конструкционную прочность в условиях статического нагружения при комнатной температуре. Такой комплекс свойств обеспечивается сочетанием эффектов структурного упрочнения от криопрокатки и дисперсионного твердения от пост-деформационного старения. При этом, эффект достигается за счет искусственного старения при более низких температурах, чем при стандартной упрочняющей термообработке сплава на максимальную прочность. Дополнительное упрочнение крипрокатанного сплава обусловлено меньшей интенсивностью возврата структуры деформированной матрицы и преимущественно зонным распадом пересыщенного твердого раствора с формированием продуктов в виде нанометрических зон и пластинчатых частиц метастабильных фаз, равномерно распределенных на элементах дислокационной структуры.

Обращает на себя внимание также то, что сплав после криопрокатки и старения по скорректированному режиму, т.е. в состоянии, в котором он демонстрировал

уникально высокую прочность и наилучшее сочетание прочности и пластичности при одноосном растяжении, показал уровень обоих параметров трещиностойкости выше достигаемого после криопрокатки и старения по серийным режимам. Кроме того, сплав во всех состояниях, кроме состояния КП+Т, показал работу зарождения трещины значительно выше работы, затрачиваемой на ее распространение. Если принять во внимание абсолютные значения установленных параметров механического поведения, то можно заключить, что криопрокатанный сплав после искусственного старения по скорректированному режиму на фоне уникальной прочности обладает не просто удовлетворительной, а хорошей трещиностойкостью. А рассматривая демонстрируемый уровень свойств сплава в целом, можно говорить о том, что он обладает и уникальным балансом прочности, пластичности, трещиностойкости и сопротивления межкристаллитной коррозии.

Работа выполнена в рамках государственного задания ИПСМ РАН по теме «Интенсивно-деформированные алюминиевые сплавы: структура, технологические и эксплуатационные свойства», регистрационный номер АААА-А19-119021390107-8. Экспериментальные исследования выполнены на базе ЦКП ИПСМ РАН.

ЛИТЕРАТУРА

1. E. Avtokratova, S. Krymskiy, A. Mikhaylovskaya, O. Sitdikov, M. Markushev. Nanostructuring of 2XXX Aluminum Alloy Under Cryorolling to High Strains // Materials Science Forum, 2016, V. 838-839, P. 367-372;

2. Крымский С.В., Автократова Е.В., Ситдиков О.Ш., Михайловская А.В., Маркушев М.В.. Структура алюминиевого сплава Д16 криопрокатанного с различной степенью // Физика металлов и металловедение, 2015, Т. 116, № 7, С. 714-723;

3. Krymskiy S., Sitdikov O., Avtokratova E., Murashkin M., Markushev M. Strength of cryorolled commercial heat hardenable aluminum alloy with multilevel nanostructure// Reviews on Advanced Materials Science, 2012, V. 31, P. 145-150;

4. Автократова Е.В., Крымский С.В., Маркушев М.В., Ситдиков О.Ш. Особенности структуры алюминиевого сплава Д16, интенсивно деформированного при температуре жидкого азота // Письма о материалах, 2011, Т. 1, № 2, С. 92-95;

5. Крымский С.В., Ильясов Р.Р., Автократова Е.В., Ситдиков О.Ш., Маркушев М.В. Межкристаллитная коррозия криопрокатанного и состаренного алюминиевого сплава Д16 // Физикохимия поверхности и защита материалов, 2017, Т. 53, № 6, С. 646-655;

6. Markushev M.V., Krymskiy S.V., Ilyasov R.R., Avtokratova E.V., Khazgalieva A.A., Sitdikov O.Sh. Influence of Zr on intergranular corrosion of cast and cryorolled D16 aluminum alloy // Letters on materials, 2017, V. 7 (4), P. 447-451.

МЕТАЛЛОКЕРАМИЧЕСКИЕ НАГРЕВАТЕЛЬНЫЕ ПАСТЫ НА ОСНОВЕ КОМПОЗИТОВ ВЫСОКОЙ ПЛОТНОСТИ МОЩНОСТИ И НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО СПЕКАНИЯ

Говор Г.А., Вечер А.К., Янушкевич К.И., Ларин А.О.
ГНПО «НПЦ НАН Беларуси по материаловедению», г. Минск, Республика Беларусь ,
vetcher@physics.by

Введение

В ГО «НПЦ НАН Беларуси по материаловедению» разработана технология изготовления различных композиционных материалов на основе металлических порошков. В зависимости от основы и способа обработки возможно получить несколько классов материала:

-магнито-мягкие композиционные материалы – для применения в электродвигателях, в том числе линейных, генераторах, трансформаторах и других электротехнических изделиях, для изготовления широкополосных электромагнитных экранов;

-резистивные композиционные материалы – для изготовления электронагревательных элементов различной формы, мощности и конфигурации и резисторов;

-магнито-твердые композиционные материалы – для изготовления недорогих и высокоэффективных магнитов;

-магнитокалорические композиционные материалы – для изготовления рабочих элементов холодильных машин.

Композиционные резистивные материалы позволяют создавать широкий ряд электрокерамических нагревательных устройств любой мощности, форм и конфигураций, в т.ч. металлокерамические нагревательные пасты для изготовления пленочных электронагревателей.

Методика эксперимента и результаты

Для основы нагревательной пасты изготовлен высокорезистивный композиционный материал на основе порошков железа ASC. Размеры зерна порошков составляют менее 100 мкм. На основе изготовленных порошков и высокотемпературного силиконового лака разрабатывается технология изготовления пасты для нанесения на подложки. В качестве силиконового лака использовались лаки российского производства типа КО85, КО 815, силиконовый лак китайского производства и другие.

Для изготовления проводящей жидкости или пасты разработана и изготовлена установка по смешиванию компонентов порошка с силиконовым лаком. Перемешивание пасты проводилось в течение 10 часов.

Затем проводилось исследование процесса осаждения порошка с размерами частиц менее 100 мкм. Результат исследования показали, что скорость осаждения частиц с образованием 50% осадка составляла 2-3 часа, что является недостаточным для использования при изготовлении нагревательных элементов. Для снижения скорости осаждения использован силиконовый лак КО818, имеющий более высокое содержание твердофазной составляющей.

Проведены предварительные исследования по нанесению пасты на AL-подложку покрытую силиконовым лаком КО-85. Предварительно алюминиевые полосы покрывались слоем высокотемпературной краски Rust-Oleum с предельной допустимой температурой 1000С. Затем наносился один-два слоя силиконового лака, Производилась полимеризация лака с предварительной сушкой при 100С и последующем процессом полимеризации при 400С. Процедура по нанесения покрытий повторялась 2-3 раза. На рис.1 показаны пластины с покрытиями, подготовленные к нанесению полоски проводящего слоя. Сопротивление изоляции лакового покрытия в холодном состоянии при напряжении 2,5кВ превышает 3-5 Гом.

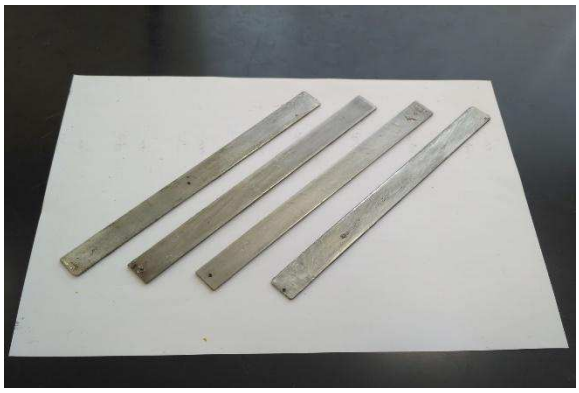


Рисунок 1 - Пластины с покрытиями, подготовленные к нанесению полоски проводящего слоя

Проводящий слой формировался из пасты на основе изолированного порошка карбонильного железа с размером частиц 2-3 микрона. Паста из железного порошка готовилась с добавлением спиртового раствора клея БФ-2. На подложку наносилась проводящая паста тощиной 10мк и шириной 5 мм.

После нанесения слоя проводящей пасты проводилась полимеризация слоя с предварительной сушкой при 200С и последующим спеканием при 400С.

После остывания пластины с проводящим слоем дополнительно покрывалась слоем лака КО-08К с последующей сушкой при 200С и полимеризацией при 400С

Внешний окончательный вид пластины с проводящим слоем, дополнительно покрытым лаком КО-08К, показан на рис.2.



Рисунок 2 - Окончательный вид пластины с пленочным нагревательным элементом

Испытание нагревательного элемента проводилось на установке с измерением температуры пластины. При мощности нагревателя 90 Вт температура пластины составила 230-240С.

Выводы. Проведенные испытания нагревательного элемента показали существенное преимущества предложенного решения нагревательных элементов. Принципиально новая технология с использованием недорогих материалов представляет собой законченную разработку.

Опытные образцы нагревательного элемента - длина 15см, ширина -0,4 см и толщина 0,01см при температуре нагрева 250С имеют удельное сопротивление 0,15-0,2 Ом.см (напряжение питания элемента 200В при токе 0,3А)

Сопротивление нагревательного элемента является функцией как геометрических размеров, так и удельного сопротивления нагревательной пленки и может изменяться в широких пределах от выше указанной величины.

В сравнении с толстопленочными нагревательными элементами компании Heatron (USA), разработанные нагревательные элементы имеют ряд преимуществ:

1. В качестве материала для пленочных нагревательных элементов Heatron используется следующие материалы: серебро, золото, палладий, платина и их сплавы.

В разработанном пленочном элементе – оксидированный карбонильный порошок железа – существенно снижающий стоимость элемента.

2. Для исключения разрушения элемента при включении и мгновенном разогреве нагревательный элемент Heatron выполняют секционным из небольших участков для минимизации теплового расширения

В разработанном элементе предложена принципиально новая технология, позволяющая исключить влияние теплового расширения элемента и таким образом повысить надежность работы элемента

Литература

1. Nanomat_EPC Minsk, 2014 10-11r.10-11. High-frequency synthesis of magnetic and resistive nanomaterials with special properties, G.Govor, A.Vetcher.

2. 7 National Conference on Cooperation with the CIS countries, and g.Lin, China, 1-3 December 2014 p. 3-6 The development of new composite materials, A.Vecher.

3. Govor G.A. , Michnevich V.V. Inorg. Materials (2007) v.43, p.805-807.

ДЕМПФИРОВАНИЕ ПОПЕРЕЧНЫХ И ПРОДОЛЬНЫХ СВОБОДНЫХ КОЛЕБАНИЙ В БАЛКЕ ИЗ СПФ: МОДЕЛИРОВАНИЕ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ПРОСТОЙ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ МОДЕЛИ

Лапина Т.А.[1], **Helbert G.**[2], **Евард М.Е.**[1], **Волков А.Е.**[1], **Arbab Chirani S.**[2]
[1]*Санкт-Петербургский Государственный Университет, г. Санкт-Петербург, Россия*
[2]*UEB, ENIB, IRDL, Technopole Brest-Iroise, Brest, France*
E-mail: tatia.lapina@gmail.com

Сплавы с памятью формы (СПФ) относятся к классу функциональных материалов, обладающих интересными свойствами, такими как эффект памяти формы, псевдоупругость и значительная способность к диссипации энергии колебаний. Благодаря способности СПФ рассеивать энергию за счет полиморфных фазовых превращений, эти материалы находят широкое применение на практике [1] как виброизолирующие устройства, приводы, устройства для защиты зданий при землетрясениях. Однако, из-за сложного поведения материала, процесс разработки приложений для таких материалов требует построения точных численных моделей. В настоящей работе проведено численное моделирование поперечных и продольных колебаний балки из СПФ методом конечных элементов с использованием термомеханических балочных элементов с несколькими волокнами (на основе модели Эйлера-Бернулли).

Для описания псевдоупругого поведения материала выбрана модель Лихачева [2]. Предполагается, что полная макроскопическая деформация ε складывается из упругой ε^e и фазовой ε^{tr} деформаций: $\varepsilon = \varepsilon^e + \varepsilon^{tr} = E^{-1}\sigma + \varepsilon^{tr}$, где E – модуль Юнга. Для вычисления фазовой деформации элементарный объем разбивается на N «вариантов», каждый из которых характеризуется ориентацией, которая определяется углом θ_n (рис. 1).

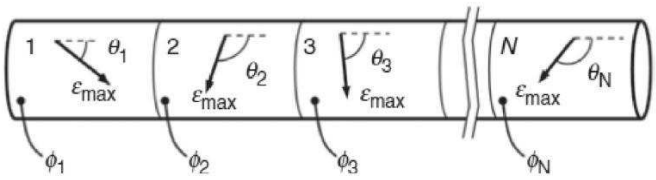


Рисунок 1 - Схематическое представление балки из СПФ разбитой на N «вариантов»

Фазовая деформация для данного «варианта» ε_n^{tr} вычисляется как произведение максимальной возможной фазовой деформации ε_{max} и соответствующей объемной доли мартенсита для данного варианта ϕ_n: $\varepsilon_n^{tr} = \varepsilon_{max}\,\phi_n$. Макроскопическая фазовая деформация вычисляется усреднением фазовой деформации в каждом «варианте» с учетом его ориентации: $\varepsilon^{tr} = \frac{1}{N}\sum_{n=1}^{N} \varepsilon_{max}\,\phi_n\,cos(\theta_n)$. Макроскопическая объемная доля мартенсита, аналогично, вычисляется усреднением по всем ϕ_n: $\Phi_M = \frac{1}{N}\sum_{n=1}^{N}\phi_n$. Эффективная температура в каждом «варианте» в соответствии с соотношением Каузиуса-Клапейрона: $T_n^* = T - \frac{cos(\theta_n)\sigma}{\beta}$, где T - это температура балки, β – параметр, определяющий начало мартенситного превращения в зависимости от прикладываемого напряжения. Для одинаковой нагрузки, определяемой температурой и напряжением, каждый «вариант» будет иметь разные эффективные температуры из-за различной ориентации.

Модели материалов, контролируемые напряжениями, не совместимы со многими конечно-элементными программами, для которых требуется контроль деформации или смещения. Для того, чтобы адаптировать модель Лихачева к модели, контролируемой деформацией, и реализовать ее в конечно-элементной программе, сделаны некоторые изменения. Вместо кинетического правила, связывающего объемную долю мартенсита и эффективную температуру в каждом «варианте», протекание прямого и обратного мартенситных превращений определяются двумя различными поверхностями

текучести. Следующие функции взяты в качестве критерия превращения для каждого «варианта» *n* для прямого и обратного превращений соответственно: $f_1(n) = M_s - T_n^* - \phi_n(M_s - M_f) \le 0, \quad f_2(n) = -A_f - T_n^* - \phi_n(A_f - A_s) \le 0.$

Для моделирования колебаний балки в качестве элемента конечно-элементной модели взят балочный элемент Бернулли-Эйлера с двумя узлами и шестью степенями свободы (u_i-перемещение вдоль оси *x*, v_i - перемещение вдоль оси *y*, θ_i - угол поворота, *i* = 1, 2 – номер узла). Решение задачи колебаний балки происходит в три шага: предварительное натяжение, локальное отклонение и свободные колебания [3].

Задачи решались со следующими материальными константами: M_s=227 *K*, M_f=224 *K*, A_s=262 *K*, A_f=265 *K*, *E*=50 *ГПа,* отсчетная температура *298 K*, $\beta = 6{,}3\frac{МПа}{K}$, $\rho = 6450\ кг/м^3$, $\varepsilon_{max} = 0{,}049$, длина балки *0,1 м,* диаметр балки *2,46 мм*, количество элементов: *12*, количество слоев: *10*, количество вариантов: *1*. Считали, что ось координат *x* направлена вдоль балки, продольные перемещения равны U_x, а поперечные смещения U_y направлены вдоль оси *y*.

Рассматривалась задача о продольных колебаниях со следующими краевыми и граничными условиями:

- заделка на левом краю: $U_x = 0,\ U_y = 0, \theta = 0$
- поперечное перемещение и продольная сила на правом краю соответственно: $U_y = 0,\ N = F_x$.

На рис. 2 приведена диаграмма деформирования при продольных колебаниях балки в псевдоупругом состоянии. Рис. 3 иллюстрирует продольное смещение узлов балки (разные линии соответствуют разным узлам).

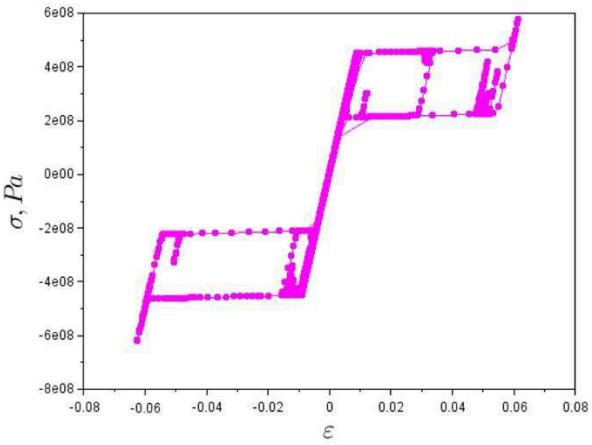


Рисунок 2 - Диаграмма деформирования при продольных колебаниях балки.

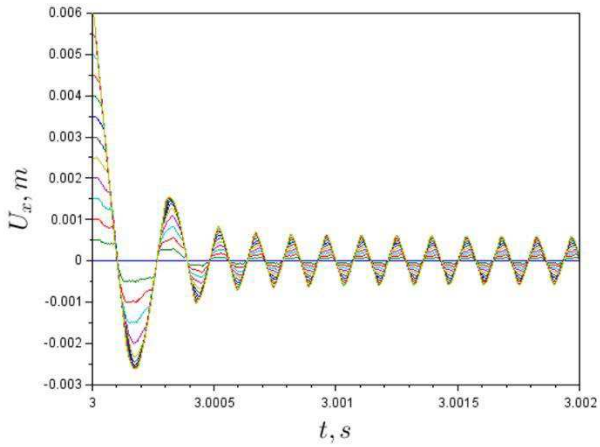


Рисунок 3 - Перемещение вдоль оси x при продольных колебаниях балки (разные цвета означают разные узлы).

Задачу о поперечных колебаниях решали для следующих краевых и граничных условий:

- заделка на левом краю: $U_x = 0,\ U_y = 0, \theta = 0$
- продольное перемещение и поперечная сила на правом краю соответственно: $U_x = 0,\ T = F_y$

На рис. 4 приведена диаграмма деформирования при поперечных колебаниях балки в псевдоупругом состоянии. Рис. 5 иллюстрирует поперечное смещение узлов балки (разные линии соответствуют разным узлам).

Анализ рис. 2 и 4 показывает, что за счет псевдоупругого поведения в СПФ в процессе мартенситного превращения происходит диссипация энергии. Можно

заметить, что при колебаниях балки из СПФ амплитуда колебаний уменьшается за счет диссипации энергии в процессе мартенситного перехода и, начиная с некоторого момента времени, выходит на остановившееся значение, то есть происходит демпфирование.

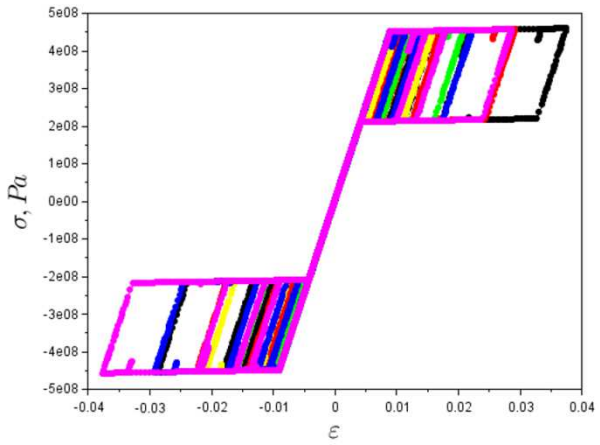


Рисунок 4 - Диаграмма деформирования при поперечных колебаниях балки (разные цвета означают разные узлы).

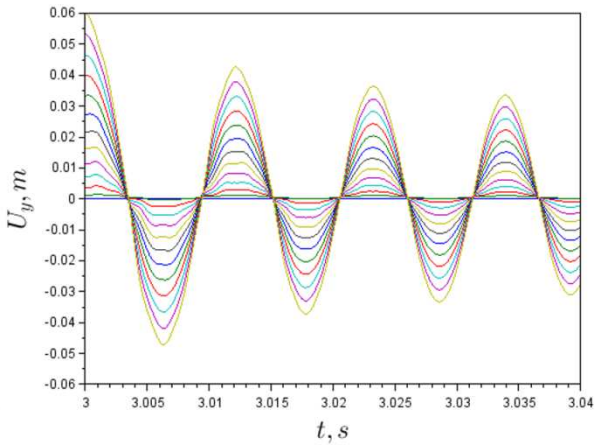


Рисунок 5 - Перемещение вдоль оси y при поперечных колебаниях балки (разные цвета означают разные узлы).

Помимо механической задачи, была решена связная термомеханическая задача, с учетом выделения и поглощения тепла в процессе мартенситного превращения.

Таким образом, предложенная модель псевдоупругого поведения вместе с расчетной конечно-элементной схемой позволяет оценивать рассеивание энергии в процессе продольных и поперечных свободных колебаний балки из СПФ.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ 18-01-00594А и Plan Recherche ENIB 2020.

ЛИТЕРАТУРА

1. C. Menna, F. Auricchio and D. Asprone, Applications of shape memory alloys in structural engineering, *Shape Memory alloys Engineering*, pp 369-403 (2015).

2. O. Ammar, L. Dieng, and N. Haddar, Modeling of strain rate effect on the pseudoelastic behavior of NiTi SMA using a simple thermomechanical coupling model, *Mechanics and Materials* (2018).

3. G. Helbert, L. Saint-Sulpice, S. Arbab Chirani, L. Dieng, T. Lecompte, S. Calloch, and P. Pilvin, A uniaxial constitutive model for superelastic NiTi SMA including R-phase and martensite transformations and thermal effects, *Smart Materials and Structures*, 26 (2017).

СРАВНИТЕЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ НАНОМОДИФИЦИРОВАННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ПОРОШКОВ FENI-50, FESI И ПОРОШКОВ ЖЕЛЕЗА ASC100.29

Говор Г.А., Вечер А.К., Янушкевич К.И., Ларин А.О.
ГНПО «НПЦ НАН Беларуси по материаловедению», г. Минск, Республика Беларусь , vetcher@physics.by

Введение

Широкое применение вентильных электродвигателей с инверторным приводом, для которых рабочая частота перемагничивания существенно превосходит промышленную частоту, потребовало разработки новых магнитно-мягких материалов.

В последние несколько лет во многих исследовательских центрах интенсивно проводятся исследования магнитно-мягких композиционных материалов (SMC), основанных на использовании магнитно-мягких частиц, обычно на основе железа, с электроизолирующим покрытием на каждой частице.

В [1] изолированный порошок получают обработкой железного порошка раствором, содержащим фосфорную кислоту и хромовую кислоту. Прессованный продукт, полученный из изолированных порошков, затем подвергают тепловой обработке.

Другой тип покрытий описан в [2]. В соответствии с указанным патентом, сердечник из магнитного порошка получают в результате обработки железного порошка водным раствором дихромата калия, сушки, прессования порошка и тепловой обработки изделия при температуре приблизительно 600°C. В другом известном способе частицы магнитно-мягкого железа перед прессованием покрывают термопластичными материалами [3].

Существенных успехов в создании композиционного магнитно-мягкого материала достигла компания “Hoganas” [4–7]. Отдельные изделия этой фирмы, к примеру с использованием порошков “Somaloy 500, 750”, приближаются по своим параметрам устройства из электротехнической стали. Однако результаты этих исследований не позволяют однозначно говорить о успешном решении задачи по разработке композиционного магнитно-мягкого материала

В этой связи разработка и исследование композиционного магнитно-мягкого материала, магнитные свойства которого близки к ламинированным металлическим магнетикам, а потери на перемагничивание ниже, чем у металлических магнетиков является весьма актуальной.

Методика эксперимента

Технология изготовления изолированных порошков магнитно-мягких материалов и изготовление из них изделий представляет собой многостадийный процесс, включающий следующие основные операции.

1.Операция по предварительной подготовки исходных порошков, включающая очистку поверхности, в том числе высокотемпературную очистку, воздушную сепарацию порошка по размерным фракциям.

2. Операция по пассивации поверхности исходных порошков – защита поверхности порошков от окисления, состоит в нанесении на поверхность частиц порошка защитных компонентов.

3. Операция по реакционному нанесении изоляционных покрытий из газовой фазы в вакууме при температуре 150 – 200°C. В данной работе исследовались порошки, полученные при нанесении спиртового раствора ортофосфорной кислоты.

4. Операция по изготовлению изделий путем компримирования изолированных порошков проводится в специальных пресс-формах под давлением 7-8 тн/см^2 (0,7-0.8 ГПа) при нормальных условиях.

Одним из главных достоинств разработанной технологии, даже с учетом того, что технология в стадии доработки, является возможность равномерного нанесения защитных и изоляционных покрытий в широком диапазоне от нанометров до микрометров

Для исследования магнитных свойств изготавливались образцы композиционного магнитного материала с размерами 24x13x8 мм методом порошковой металлургии путем прессования приготовленного изолированного порошка под давлением 7-8 тн/см^2 и затем были подвергнуты отжигу вакууме при температуре 400С в течение 1 часа.
Измерения магнитных свойств выполнялись на экспресс магнетометре, на котором регистривались кривые перемагничивания образцов и определялась площадь петли гистерезиса в пикселях. Размерность пикселя затем определялась по измерениям магнитного потока на градуированном микровеберметре Ф5050.

Результаты и их обсуждение.

Проведены измерения B(H) для образцов из порошков до обработки и после обработки. Результаты приведены на рис.1,2.

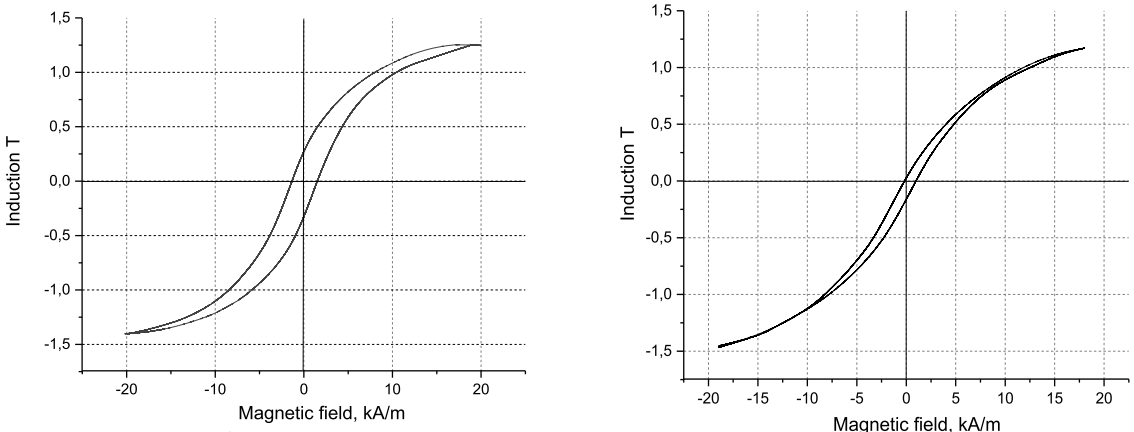


Рисунок1 - Петля гистерезиса на частоте 1 кГц для образца на основе порошка FeNi-50 a)без изоляционного покрытия частиц при спекании его до металлического состояния при температуре 700С b) с нанесенным на поверхность частиц изоляционным покрытием оксида фосфора

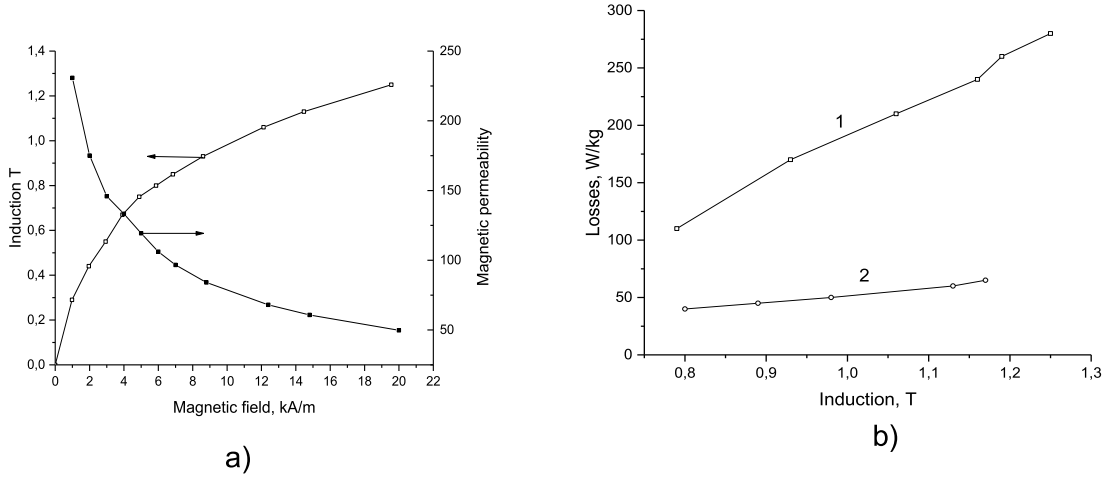


Рисунок 2 - Зависимости магнитной индукции и магнитной проницаемости от величины напряженности магнитного поля (a) и потери на перемагничивания (b) на частоте 1 кГц для композиционного материала на основе порошков FeNi-50 в зависимости от величины магнитной индукции для металлического состояния и при нанесении на порошки изоляционного покрытия показано соответственно кривые 1 и 2.

Соответствующие измерения проведены и для порошков FeSi b ASC100.29

Выводы: Выполненные в настоящей работе предварительные исследования показали, что более высокие значения магнитных параметров – магнитной индукции и магнитной проницаемости характерны для композиционных материалов на основе чистых водно-распыленных порошков железа ASC100.29 с размером частиц меньше 100 мкм и количеством примесей не более 1%, по сравнении с материалами на основе порошков сплавов железа FeNi и FeSi, при сохранении относительно низких значение потерь на перемагничивание.

Предложенный способ получения композиционных магнитных материалов позволяет широких пределах изменять как толщину покрытий, так и непосредственно химический состав покрытий. Все это открывает широкие возможности в плане создания новых магнитных материалов с заданными свойствами. При этом следует отметить, что много стадийность предложенного способа получения требует индивидуального подхода и решения в каждом отдельном случае с выбором:

- режима предварительно подготовки порошков;
- сепарации порошков по размерам;
- выбор режима и веществ пассивации и защиты поверхности порошков4
- выбор химического состава изоляционных покрытий;
- оптимизация и выбор толщины изоляционных покрытий;
- оптимизация способа изготовления изделий из изолированного порошка.

Литература

1. Production of iron powder having high electrical resistivity : pat. US 3245841 / F.A. Jack, G.C. Sydney. – Publ. date 12.04.1966.
2. Magnetic powder compacts : pat. US 4602957 / H.C. Pollock, A.L. Smith. – Publ. date 29.07.1986.
3. Stator assembly for an alternating current generator : pat. US 4947065 / R.W. Ward, R.E. Campbell, W.E. Boys. – Publ. date 07.08.1990.
4. Магнитно-мягкие композиционные материалы : пат. RU 2389099 / С. Бьерн, Е Чжоу, Я. Патрисия. – Опубл. 10.05.2010.
5. Jansson. P. Advance in Soft Magnetic Composites. Soft Magnetic Materials 98, Barcelona, 1998, Paper 7.
6. Jack A.G. Exploitation of Soft Magnetic Composites for Electrical Machines. 1998 PM World Congress Special Interest Seminar.
7. Фиш Г.Е. Магнитно-мягкие материалы. ТИИЭР, 1990, Т.78, №6, с.60 – 86.

ВЛИЯНИЕ СПИН-СПИНОВОГО ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ НА СИГНАЛЫ НУТАЦИИ И ПРЕЦЕССИИ ЯДЕР ^{55}Mn В МАНГАНИТАХ С РАССЛОЕНИЕМ МАГНИТНЫХ ФАЗ

Колесенко В.М., Русецкий Г.А.

ГО «НПЦ НАН Беларуси по материаловедению», ул. П. Бровки 19, 220072 Минск, Беларусь

koles@physics.by

Интерес к легированным манганитам $Ln_{1-x}M_xMnO_3$, где Ln – трехвалентный катион из группы лантаноидов, а M – двухвалентный щелочноземельный металл, например, Ca, Ba или Sr, связан с их интригующими магнитными и электронными свойствами. Благодаря сильной конкуренции между двойными обменными, сверхобменными взаимодействиями ионов Mn^{4+}, Mn^{3+} и электрон-фононными взаимодействиями (эффект Яна-Теллера в Mn) в манганитах могут возникать ферромагнитная изолирующая и металлическая фазы. В работах [1, 2] были обнаружены линии ЯМР ^{55}Mn от локализованных ионов Mn^{4+}, Mn^{3+} и Mn^{2+}, которые соответствуют ферромагнитной изолирующей фазе, и обменная линия Mn^{4+}, Mn^{3+}, связанная с ферромагнитной металлической фазой (ФМФ). Кроме того, было установлено, что в областях с разными локальными характеристиками в большом температурном интервале наблюдается дополнительная фазовая сепарация ФМФ. В частности, эта сепарация наблюдалась в эксперименте по двухимпульсному спиновому эхо и проявилась в виде двух линий в спектре ЯМР с частотами 365 и 373,9 MHz [3]. Такое расслоение фазы может объясняться изменением величины сверхтонкого взаимодействия и подвижности заряда в соответствующих областях ФМФ.

Спектр ЯМР можно также получить с помощью сигналов одноимпульсного эха (ОЭ), которые генерируются в сигнале свободной прецессии (ССП) после воздействия одного радиочастотного (РЧ) импульса [4, 5]. Более того, ОЭ позволяет разделить во времени сигналы от двух неоднородно уширенных ядерных подсистем [6]. При наличии сепарации ФМФ в манганитах сигналы ОЭ от двух ядерных подсистем также будут разделяться. В настоящее время свойства сигналов ОЭ, генерирующихся в неоднородно уширенных ядерных двухуровневых системах, хорошо изучены [7]. Однако, особенности сигналов ОЭ при наличии спин-спинового взаимодействия между этими подсистемами пока не выяснены.

Поведение ССП и сигнала ОЭ в значительной степени определяется динамикой предшествующего им сигнала нутации. Следовательно, для лучшего понимания изменения поведения ССП и ОЭ, к которым приводит спин-спиновое взаимодействие, необходимо детально изучить влияние этого взаимодействия на сигнал нутации. Решению этой задачи посвящена настоящая работа.

В рамках изинговского взаимодействия опишем две неоднородно уширенные двухуровневые ядерные подсистемы с центральными частотами переходов ω_{01}, ω_{02} ($\omega_{01} < \omega_{02}$), которые возбуждаются импульсным переменным электромагнитным полем несущей частоты ω. Тогда в представлении эффективного спина гамильтониан задачи имеет вид:

$$\hat{H} = \hat{H}_1 + \hat{H}_2 + \hat{H}_{12},$$

$$\hat{H}_j = \omega_{0j}\hat{S}_{zj} + \frac{\eta_j\omega_1}{2}(\hat{S}_{+j}e^{-i\omega t} + \hat{S}_{-j}e^{i\omega t}) \text{ (j=1, 2)}, \ \hat{H}_{12} = k(\hat{S}_{z1}\cdot\hat{S}_{z2}),$$

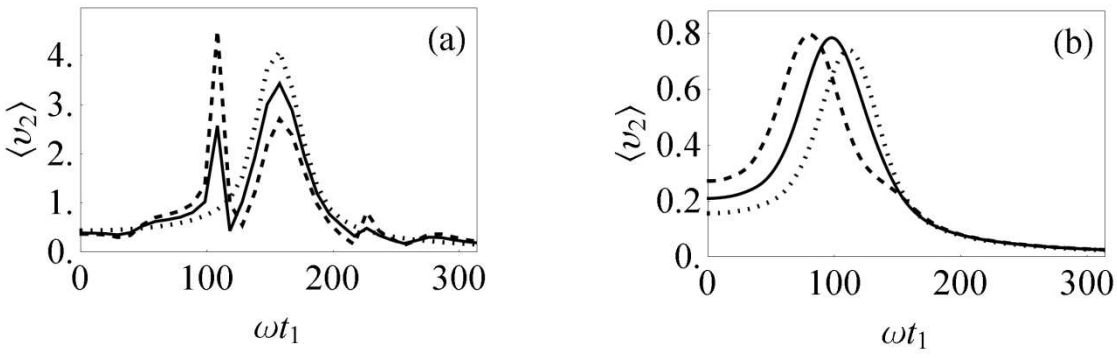
где $\omega_1 = \gamma B_1$ — частота Раби; γ — гиромагнитное отношение; B_1 — амплитуда РЧ импульса; $\eta_{1,2}$ - коэффициенты усиления РЧ поля на ядрах в областях ФМФ; k – коэффициент, характеризующий величину изинговского взаимодействия; $\hat{H}_1$, $\hat{H}_2$, $\hat{H}_{12}$ - гамильтонианы первой, второй ядерных подсистем, соответственно, и гамильтониан,

описывающий взаимодействие этих подсистем; $\hat{S}_{zj}$, $\hat{S}+j$, $\hat{S}_{-j}$ j=1, 2 - операторы эффективного спина.

Рассмотрим поведение сигнала нутации и ССП для каждой из подсистем, пусть 1-ая подсистема возбуждается РЧ импульсом резонансно, а 2-ая подсистема, соответственно, нерезонансно. Когда коэффициент взаимодействия равен нулю суммарный отклик от двух подсистем будет такой, как если бы каждая подсистема возбуждалась РЧ импульсом независимо от другой подсистемы. Поэтому сигнал нутации двухкомпонентной системы на начальном этапе будет суперпозицией колебаний 1-ой и 2-ой подсистем, а на последнем этапе, после затухания сигнала нутации от 2-ой подсистемы, будет представлять собой сигнал нутации от 1-ой подсистемы. Поскольку при резонансном возбуждении неоднородно уширенной двухуровневой системы осцилляции Раби практически не затухают [7], то спектр нутации будет состоять из узкой линии (на частоте Раби) от 1-ой подсистемы и широкой линии (на обобщённой частоте Раби $(\omega_1^2+\delta_2^2)^{1/2}$) от 2-ой подсистемы. Также при резонансном возбуждении неоднородно уширенной среды сигнал ОЭ в ССП не возникает, поэтому вклад в эхо отклик двухкомпонентной системы вносит только та компонента, которая находится вне резонанса с возбуждающим полем [7].

С ростом силы связи амплитуда спектра нутации от 1-ой подсистемы незначительно уменьшается, при этом в спектре сигнала нутации 2-ой компоненты начинает проявляться узкая линия на частоте Раби (рис. 1а), а во временном поведении этого сигнала после быстро затухающих осцилляций на начальном этапе появляются практически незатухающие колебания на конце сигнала. Незатухающие колебания являются вынужденными и обусловлены влиянием 1-ой подсистемы. Они повторяют колебания 1-ой подсистемы и поэтому не приводят к формированию дополнительного эхо отклика в ССП. При дальнейшем увеличении коэффициента взаимодействия в спектре сигнала нутации 2-ой подсистемы появляется гармоника на удвоенной частоте Раби, связанная с нелинейностью взаимодействия, которая проявляется во временном сигнале нутации в виде ангармонических осцилляций.

Аналитические расчеты показывают, что энергия спин-спинового взаимодействия на интервале свободной эволюции остаётся постоянной. С точки зрения математики это приводит к тому, что уравнения спиновой динамики со спин-спиновым взаимодействием, с точностью до переопределения констант, совпадают с аналогичными уравнениями без взаимодействия, которые подробно исследовались ранее [5,6,7]. Это позволяет, например, по изменению спектра сигнала ОЭ сказать, как измениться момент его формирования. Так, на рис.1с видно, что спектр ОЭ с ростом коэффициента взаимодействия смещается в область низких частот. Это можно трактовать как эффективное уменьшение отстройки от резонанса за счет возрастания силы связи между подсистемами, поскольку было показано, что частота сигнала ОЭ пропорциональна отстройке РЧ импульса от резонанса. Уменьшение отстройки от резонанса в системах без спин-спинового взаимодействия приводит смещению момента формирования сигнала ОЭ в область меньших времён, поэтому можно ожидать, что и эффективное изменение отстройки приведёт к аналогичным результатам. Это предположение подтверждается численным расчётом.



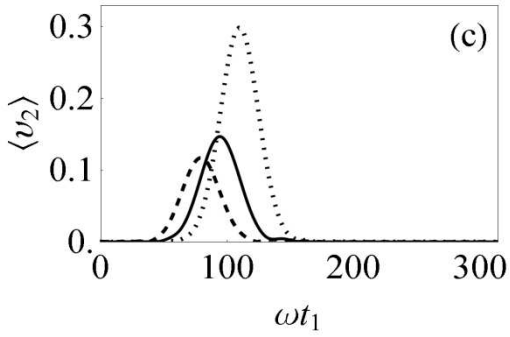


Рисунок 1 - Поведение спектров сигнала нутации (a), затухания свободной прецессии (b), сигнала одноимпульсного спинового эха (c) ядерной подсистемы 2-ой компоненты ФМФ в манганите при $kt_1\upsilon_0 = 0$ (пунктирная линия), $kt_1\upsilon_0 = 5$ (сплошная линия), $kt_1\upsilon_0 = 10$ (штриховая линия) и $\omega_1\eta_{1,2} = 35\pi$; $\delta_1 t_1 = 0$; $\delta_2 t_1 = 113$; $\sigma t_1 = 15$; где σ - полуширина неоднородного уширения ядерных подсистем.

Таким образом, в манганитах с увеличением взаимодействия между ядерными подсистемами двух компонент ферромагнитной металлической фазы, при резонансном возбуждении радиочастотным импульсом одной из подсистем (первой) первая подсистема вызывает вынужденные колебания в сигнале нутации во второй подсистеме, которые вследствие нелинейности взаимодействия являются ангармоническими. В сигнале свободной прецессии при возрастании величины спин-спинового взаимодействия между ядерными подсистемами частота сигнала одноимпульсного эха снижается, вследствие эффективного уменьшения отстройки от резонанса за счет возрастания силы связи.

Авторы выражают благодарность за ценные советы при подготовке работы А.П. Сайко и Г.Г. Федоруку.

Литература

[1] G.J. Tomka, P.C. Riedi, Cz. Kapusta et al. J. Appl. Phys. 83, 7151 (1998).

[2] М.М. Савоста, В.Д. Дорошев, В.И. Каменев и др. ЖЭТФ 124, 633 (2003).

[3] А.С. Мазур. ФТТ 54, 2089 (2012).

[4] G. Mamniashvili, T. Gegechkori, A. Akhalkatsi, T. Gavasheli. Journal of Superconductivity and Novel Magnetism. 28, 911 (2015).

[5] В.С. Кузьмин, В.М. Колесенко. ЖПС 79, 411 (2012).

[6] В.С. Кузьмин, В.М. Колесенко. ЖПС 68, 367 (2001).

[7] В.С.Кузьмин, И.З. Рутковский, А.П. Сайко, А.Д. Тарасевич, Г.Г. Федорук. ЖЭТФ 97, 880 (1990).

ВЛИЯНИЕ ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ДИЭЛЕКТРИЧЕСКОГО БАРЬЕРНОГО РАЗРЯДА НА ЭФФЕКТИВНОСТЬ ПЛАЗМЕННОЙ ОБРАБОТКИ ФОТОКАТАЛИЗАТОРОВ НА ОСНОВЕ ZnO

Филатова И.И.[1], Савастенко Н.А.[2], Люшкевич В.А.[1], Чубрик Н.И.[1], Гончарик С.В.[1]
[1]Институт физики НАН Беларуси, г. Минск, Республика Беларусь, *filatova@presidium.bas-net.by*
[2]Белорусский государственный университет, МГЭИ им. А.Д. Сахарова БГУ, г. Минск, Республика Беларусь, nataliesavastenko@iseu.by

Использование полупроводниковых материалов на основе оксида цинка (ZnO) для фотокаталитической деструкции (фотодеградации) органических соединений в водной среде рассматривается как один из наиболее перспективных технологических подходов к решению задачи очистки сточных вод [1]. В последние годы для повышения активности гетерогенных катализаторов разрабатываются методы плазменной модификации их поверхности [2].

В работе исследована фотокаталитическая активность порошков ZnO, модифицированных в плазме диэлектрического барьерного разряда (ДБР) в воздухе при атмосферном давлении, определены электрофизические характеристики разряда в процессе обработки. В качестве катализатора использовали порошок оксида цинка (ZnO, Ч, «ЭКОС-1», Россия).

Диэлектрический барьерный разряд (ДБР) возбуждался между высоковольтным электродом с диэлектрическим покрытием, на который подавалось импульсное напряжение 35 кВ, и заземлённой металлической поверхностью. Для подачи импульсного напряжения на электрод использовали источник питания ИПЭ-500/015, генератор импульсов Г5-54 (с регулировкой частоты импульсов в диапазоне 0,2 – 2 кГц), транзисторный ключ и трансформатор ТВС-110Л. Обработку катализаторов проводили при частотах задающего генератора источника питания 0,5 и 1 кГц. Межэлектродный промежуток составлял 4 мм. С целью оптимизации режимов обработки использовали две различные конфигурации высоковольтного изолированного электрода: цилиндрический стержень длиной 15 см, диаметром 2 см (ДБР-2), и плоский сетчатый электрод диаметром 10 см (ДБР-3). Обрабатываемый образец размещали на нижнем заземленном электроде.

Схема измерений основных электрических параметров (напряжение *U* и ток *I* разряда, перемещенный заряд *Q*) представлена на рисунке 1. Энергию разряда E_{el}, введенную в газоразрядную плазму в течение полного цикла разряда, рассчитывали как площадь фигуры, построенной в координатах «перемещенный заряд – напряжение» на электродах ячейки (вольт-кулоновская характеристика – (Q-U)-диаграмма), согласно методике [3].

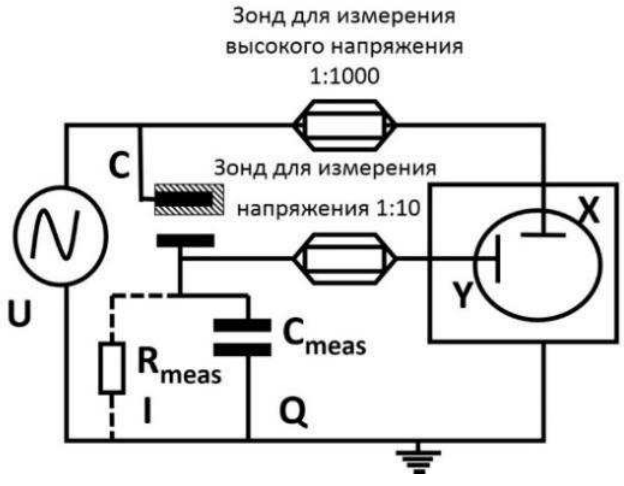


Рисунок 1 – Блок-схема установки для измерения электрических характеристик диэлектрического барьерного разряда

Суммарную энергию E_{eff}, введенную в разряд за время обработки катализатора, рассчитывали по формуле:

$$E_{eff} = E_{el} \cdot t \cdot f, \quad (1)$$

где E_{el} – энергия, введенная в газоразрядную плазму (мДж), t – время плазменной обработки (с), f – частота разряда.

Фотокаталитические свойства образцов до и после плазменной обработки тестировали с использованием модельной реакции фотокаталитического разложения красителя метилового оранжевого ($C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$) (МО) в водных растворах в присутствии суспензий катализаторов под действием ультрафиолетового света [4]. В качестве источника УФ излучения использовали ртутно-кварцевую лампу ДРТ-240 (мощность 240 Вт).

Относительную концентрацию красителя C_r определяли по данным измерений оптической плотности в максимуме поглощения красителя на длине волны λ = 461 нм:

$$C_r = \frac{C(t)}{C_0} \cdot 100\% = \frac{A_t^{465}}{A_0^{465}} \cdot 100\%, \quad (2)$$

где C_0 – начальная концентрация красителя, $C(t)$ – концентрация красителя в процессе УФ-облучения в момент времени t, A_0^{465} и A_t^{465} – оптическая плотность раствора красителя на длине волны 465 нм до начала облучения и в момент времени t после начала облучения образца соответственно. Для сравнения фотокаталитической активности образцов, модифицированных при различных режимах плазменной обработки (приведены в таблице 1), предполагали, что реакция фотодеградации может быть описана уравнением первого порядка. Значение константы реакции определяли из графика зависимости $ln\frac{C(t)}{C_o}$ от времени t.

Таблица 1 – Режимы обработки фотокатализаторов на основе ZnO в плазме ДБР и их обозначения

Образец	Пламенная обработка исходного порошка ZnO	Время обработки, мин	Частота разряда
ZnO	контроль		
ZnO_DBD -2_25_1	ДБР-2	25	1 кГц
ZnO_DBD -2_25_500	ДБР-2	25	500 Гц
ZnO_DBD_3_25_1	ДБР3	25	1 кГц
ZnO_DBD_3_15_1	ДБР-3	15	1 кГц
ZnO_DBD_3_10_1	ДБР-3	10	1 кГц
ZnO_DBD_3_05_1	ДБР-3	5	1 кГц
ZnO_DBD_3_05_500	ДБР-3	5	500 Гц
ZnO_DBD_3_10_500	ДБР-3	10	500 Гц

Характерные вольт-кулоновские характеристики барьерного разряда в конфигурации ДБР-2 и ДБР-3 представлены на рисунке 2. Установлено, что значения вкладываемой в течение полного цикла разряда энергии E_{el} для установок ДБР-2 и ДБР-3 составляют порядка 6,5 и 10,6 мДж соответственно. На рисунке 3 представлены константы скорости реакции и зависимость фотокаталитической активности образцов (выражена в терминах скорости реакции) от суммарной энергии E_{eff}, полученной катализатором за время обработки. Установлено, что активность катализатора ZnO существенно зависит от суммарной энергии, вложенной в разряд в течение обработки.

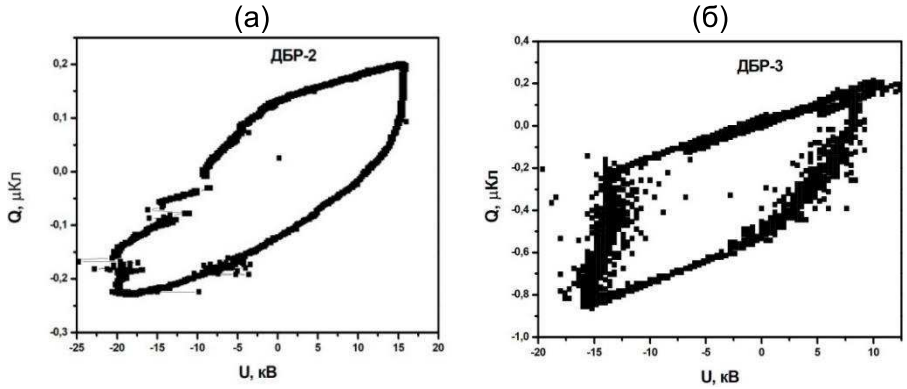


Рисунок 2 – Характерные вольт-кулоновские характеристики барьерного разряда для конфигураций ДБР-2 (а) и ДБР-3 (б)

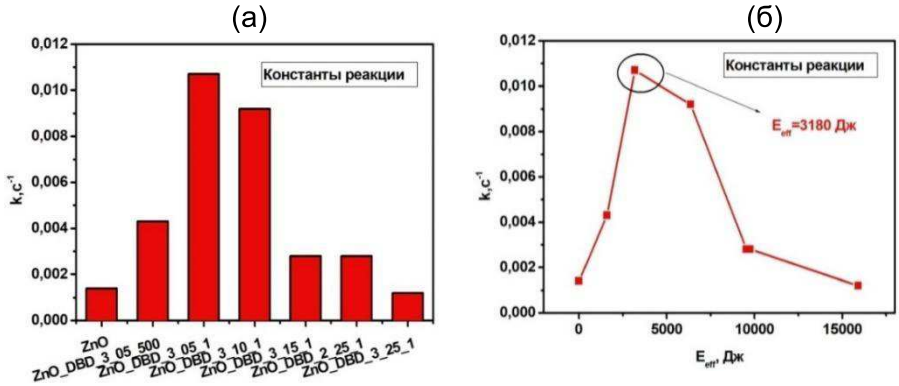


Рисунок 3 – константы скоростей реакции (а) для различных катализаторов и зависимость фотокаталитической активности (б), выраженной в терминах скорости реакции, от суммарной энергии E_{eff}

При длительности обработки 25 мин с использованием ДБР-2 (E_{el} =6,5 мДж, f =1 кГц) и длительности обработки 15 мин с применением ДБР-3 (E_{el} =10,6 мДж, f =1 кГц) активность модифицированного катализатора одинакова (рисунок 3). Наиболее активны катализаторы, обработанные в плазме ДБР-3 (E_{el} =10,6 мДж, f =1 кГц) в течение 10 и 5 мин. Оптимальной является обработка в плазме при значении эффективной энергии E_{eff} ~3,2 кДж. Таким образом, за счет оптимизации конфигурации электродной системы плазменного реактора, позволяющей увеличить вкладываемую в разряд эффективную энергию, время обработки катализатора ZnO может быть сокращено вдвое при сохранении качества очистки водных суспензий от органического красителя в присутствии такого катализатора.

Список использованных источников

[1] Recent developments of zinc oxide based photocatalyst in water treatment technology: A review / K.M. Lee [et al.] // Water Research. – 2016. – Vol. 88, № 1. – P. 428–448.

[2] Nam S.-H. Enhancement of photocatalytic activity of synthesized ZnO nanoparticles with oxygen plasma treatment / S.-H. Nam, J.-H. Boo // Catal. Today. – 2016. – V. 265. – P. 84-89.

[3] The barrier discharge: basic properties and applications to surface treatment / H.-E. Wagner [et al.] // Vacuum – 2003. – Vol. 71. – P. 417–436.

[4] Оптические и структурные свойства фотокатализаторов на основе ZnO / Н.А. Савастенко [и др.] // Весці Нацыянальнай акадэміі навук Беларусі (серыя фізіка-матэматычных навук). – 2016. – № 2. – С. 57–67.

СРАВНИТЕЛЬНАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА СТРУКТУРЫ И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПРИРОДНЫХ КОЛЛАГЕНСОДЕРЖАЩИХ МАТЕРИАЛОВ

Гайдаш А.А.[1], Кулак А.И.[2], Крутько В.К.[2], Мусская О.Н.[2], Кульчицкий В.А.[3], Скроцкая К.В.[4], Кульбицкая Л.В.[2], Сычева О.А.[2]

[1] *Республиканский научно-практический центр детской хирургии, Минск, Беларусь*

[2] *ИОНХ НАН Беларуси, Минск, Беларусь,* E-mail: tsuber@igic.bas-net.by

[3] *Институт физиологии НАН Беларуси, Минск, Беларусь*

[4] *НИИ физико-химических проблем БГУ, Минск, Беларусь*

Введение. Природные коллагенсодержащие материалы и, в частности, перикард являются традиционным сырьем при разработке имплантатов, предназначенных для хирургической коррекции врожденных пороков сердца и крупных кровеносных сосудов [1, 2]. Используются перикарды алло- и ксеногенного происхождения. По составу, структуре, физико-химическим и микромеханическим свойствам предпочтительным является перикард из аллографтов. Однако оптимизация свойств аллоперкардиальных имплантатов имеет ряд ограничений и, прежде всего, этических. Технологическую активность сдерживают инфекционные риски и неопределенность, обусловленная действием факторов химической и низкотемпературной консервации. Поэтому для экспериментально-технологических разработок используют коллагенсодержащие материалы, которые получают из организмов лабораторных и сельскохозяйственных животных. Основным удобством данных источников является возможность планировать масштабные технологические исследования в континуальном формате. Для этого необходимы сравнительные сведения об особенностях структуры, физико-химических и механических свойств коллагенсодержащих материалов различного биопроисхождения.

Экспериментальная часть. Изучены образцы перикарда и сухожилий. Образцы перикарда биопсировали при хирургиеской коррекции мембранных пороков сердца у 6 несовершеннолетних пациентов. Биоптаты размером 3–5 мм брали по назначениям лечащих врачей с целью уточнения диагнозов на основании информированного согласия законных представителей родственников, утвержденных локальным этическим комитетом РНПЦ детской хирургии. Сухожилия (перитенон) извлекали из хвостового отдела позвоночника у 6 самцов здоровых белых лабораторных крыс, которых гильотинировали на основании разрешения этического комитета Института физиологии НАН Беларуси. Для исследований иссекали образцы перитенонов, освобожденных от прилежащих коллагеновых пучков. Для сканирующей электронной микроскопии образцы перикарда и сухожилий фиксировали в 3% глутаровом альдегиде и подвергали последовательной дегидратацией этанолом. Далее образцы напыляли золотом и изучали на микроскопе LEO 1420. ИК- спектры записывали на ИК-Фурье микроскопе Hyperion с использованием 15-кратного Gir-objective с морфологическим контролем точек съемки спектров. Дифференциально-термический анализ образцов проводили на синхронном термическом анализаторе NETZSCH STA 409 PC 4 H LUXX с вертикальной загрузкой образцов в динамической воздушной атмосфере при скорости потока воздуха 50 мл/мин.

Результаты и обсуждение. По данным сканирующей электронной микроскопии отличительными особенностями перитенонов являются следующие: зернистость поверхности коллагеновых фибрилл, обусловленная матриксными пузырьками, высокая степень компактности коллагеновых пучков всех структурных порядков, образованных плотно склеенными первичными коллагеновыми фибриллами. Интерстициальные каналы представлены узкими щелями (3–5 мкм). Лимфоциты и отростчатые клетки (фибробласты, тендиноциты) располагаются в более широких интерстициальных каналах преимущественно в маргинальных слоях, контактирующих с телами позвонков и подлежащих коллагеновых пучков. Коллагеновый каркас перикардов по сравнению с перитенонами более рыхлый. В перикардах коллагеновые волокна собраны в шнуры, состоящие из единичных фибрилл, при этом

интерстициальные щели представлены широкими до 10−15 мкм ветвящимися каналами с множественными поперечными мембранами. Мембраны представляют собой широкопористые тонкие пластины, располагающиеся под разными углами длинных осей фибрилл, но чаще поперек, вдоль коротких осей, диаметр пор составляет 3−7 мкм.

На ИК- спектрах образцов перикарда и перитенонов присутствуют характеристичные полосы амидов, обусловленные валентными колебаниями связей C=O в амиде I при 1688 $см^{-1}$, а также при 1250 $см^{-1}$, обусловленных валентными колебаниями связей C-N и деформационными колебаниями связей N-H в амиде III (рис. 1). В диапазоне 855–875 $см^{-1}$ регистрируются слабые валентные и деформационные колебания связи C–C пролина и гидроксирпролина. Интенсивность полосы валентных колебаний воды в диапазоне 3200−4000 $см^{-1}$ в перитенонах значительно меньше, что свидетельствует о меньшем содержании «жидкой» воды в сухожилиях. Однако, наибольшие отличия в ИК- спектрах наблюдаются в структуре характеристичных полос валентных колебаний воды. На ИК- спектрах перитенонов характеристичная полоса валентных колебаний воды отчетливо расщеплена на две полосы с положением мод при 3500 $см^{-1}$ и 3608 $см^{-1}$. В перикардах пик аналогичной моды выходит при 3916 $см^{-1}$. Кроме того, интенсивность низкочастотного крыла характеристичной полосы валентных колебаний воды в перитенонах явно выше, чем аналогичный параметр в ИК- спектрах перикардов.

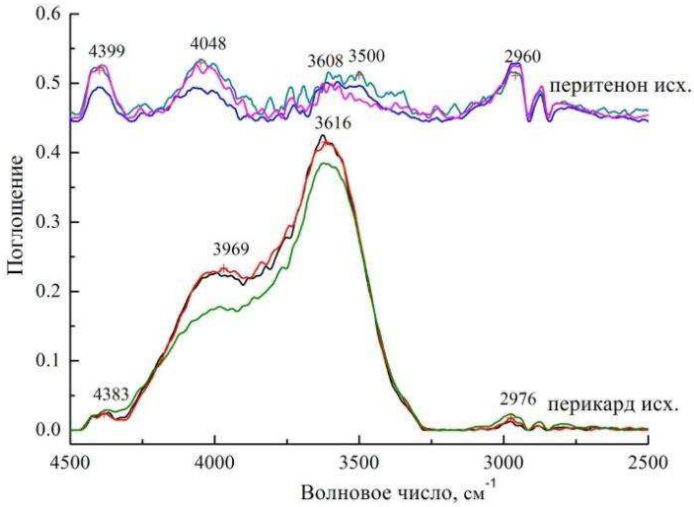
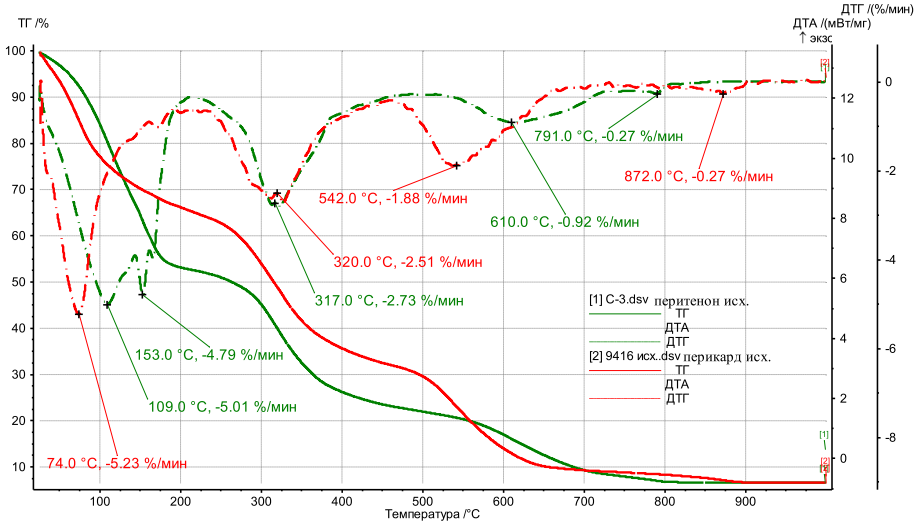


Рисунок 1 – ИК- спектры перикарда и перитенона

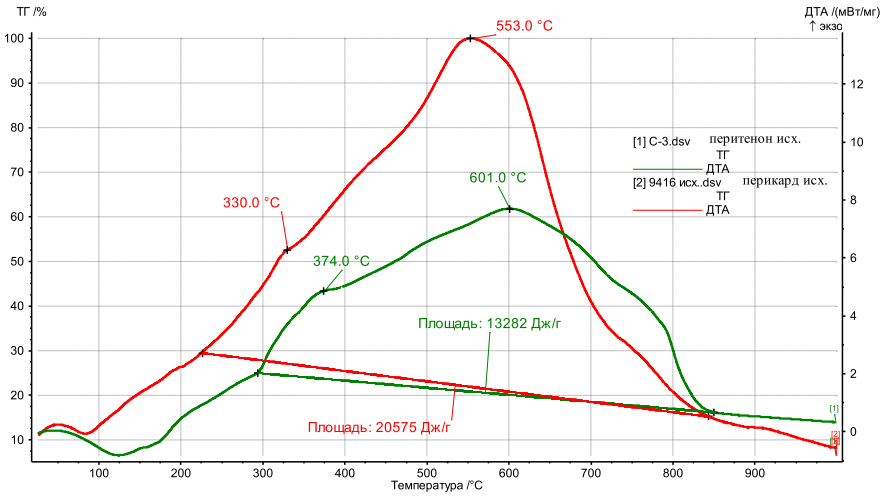
Важным обстоятельством является неразрешенность полос обертонных колебаний прилежащих к полосам валентных колебаний воды в ИК- спектрах перикардов. В перитенонах, наоборот регистрируется четкое разделение соответствующих полос с модами при 4038 $см^{-1}$ и 4399 $см^{-1}$ соответственно (рис. 1). Особенности ИК- спектров, а именно низкочастотный тренд характеристичных полос валентных колебаний воды свидетельствуют о том, что в перитенонах вода находится в более кластеризованном состоянии, что сопровождается возбуждением обертонных колебаний маловесных кластеров. Расщепление характеристичной полосы валентных колебаний воды свидетельствует о наличие двух водных подсистем, возможно, локализованных в ультратонких каналах коллагеновых фибрилл в интерфейсе с гликозаминогликанами межуточнго вещества. При этом в перитенонах эти системы явно более структурированы.

Форма кривых динамической термогравиметрии (ТГ) и термогравиметрии по производной (ДТГ) в диапазоне температур 25–200°C свидетельствует о том, что образцы перикардов теряют воду при меньшей температуре (74°C), но с большей скоростью потери массы (рис. 2 а). Следовательно, в перикарде вода более «подвижная» и, возможно, менее кластеризованая. О том, что вода у перикарда менее «полимеризована» свидетельствует динамика температур плавления органической

фазы, пики которых в перикарде варьируют в пределах 553°С, а у перитенонов выше 601°С (рис. 2 б). В диапазоне температур кипения воды на ДТГ- кривой перитенонов четко видны два термографических пика (рис. 2 а). Это значит, что процесс дегидратации в сухожилии происходит в две стадии с максимальной скоростью потери массы при 109°С и 153°С, что может свидетельствовать о наличии нескольких водных подсистем. Отметим, что в целом, результаты термического анализа коррелируют с данными ИК- спектроскопии.



(а)



(б)

Рисунок 2 – ТГ, ДТГ (а) и ДТА (б) кривые перикарда и перитенона

Заключение. Выявленные различия в структуре и физико-химических свойствах исследованных природных коллагенсодержащих материалов имеют значение для технологических разработок новых коллагенсодержащих имплантатов.

Список литературы

1. Гайдаш А.А. и др. Доклады НАН Беларуси. 2018. Т.62, №6. С.703–711.
2. Гайдаш А.А. и др. Новости медико-биологических наук. 2018. Т.18, №2. С.96–106.

ИССЛЕДОВАНИЕ МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ НАНОМОДИФИЦИРОВАННЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ МИКРОЭЛЕКТРОМЕХАНИЧЕСКИХ СИСТЕМ

Говор Г.А., Вечер А.К.,Пацино Е.В.
ГНПО «НПЦ НАН Беларуси по материаловедению», г. Минск, Республика Беларусь , vetcher@physics.by
Тимошков Ю.В., Курмашев В.И., Грапов Д.В.
БГУИР, г.Минск, Республика Беларусь, timoshkovlge@yahoo.com

Введение

Современные электромагнитные машины и системы требуют новых материалов с улучшенными свойствами. Гетерогенные трехмерные наномодифицированные магнитомягкие материалы могут эффективно применяться в таких системах. Хорошей возможностью для повышения их надежности является использование нанокомпозитных материалов. Для получения образцов для исследования использовалась методика гальванического нанесения нанокомпозитных магнитных материалов на специальные подложки. Совместное осаждение магнитомягких сплавов с инертными твердыми наночастицами позволяет получать материалы с магнитной проницаемостью до μm = 104, магнитной индукцией Bs = (0,62–1,3) Т с улучшенными физическими свойствами.

Методика эксперимента

Были изготовлены 6 комплектов колец следующих составов:

1) 80/20A –80% никеля 20% железа.
2) 82/18B –82% никеля 18% железа.
3) 50/50A –50% никеля 50% железа.
4) 50/50B –50% никеля 50% железа.
5)CoP –кобальт-фосфор
6) SMC в магнитомягкой матрице на основе сплава никель-железо.

Магнитомягкие матрицы для SMC порошков электрохимически осаждались на кольца из медной фольги толщиной 50 мкм, основания. Для изготовления медных колец использовался лазерный станок для высокоточной резки тонколистового металла FMC 280.

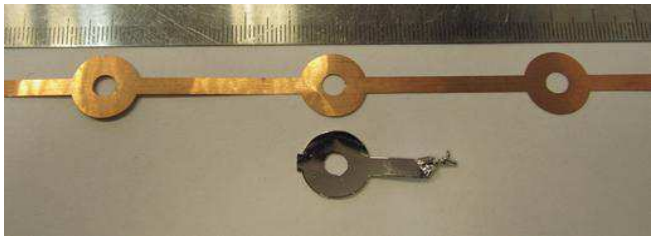


Рисунок 1 - Измерительные медные кольца

Проводилось одностороннее и двухстороннее осаждение магнитомягких SMC матриц. Это объясняется внутренними напряжениями осажденных пленок и, как следствие этого, деформацией медного основания и самих осажденных магнитомягких SMC матриц. Наносилось два слоя SMC (магнитно-мягкий порошок) порошка. Количество слоев: два. Диэлектрический слой - оксид фосфора, проводящий слой - Co и Ni.

Таблица 1 - Магнитные свойства SMC порошка

Магнитные свойства порошков					
μi(k)	μm(k)	Bs(T) @4000A/m	Bs(T) @10000A/m	Br(T)	Hc(A/m)
0.087095	0.23165	0.9284	1.3165	0.2097	464.75

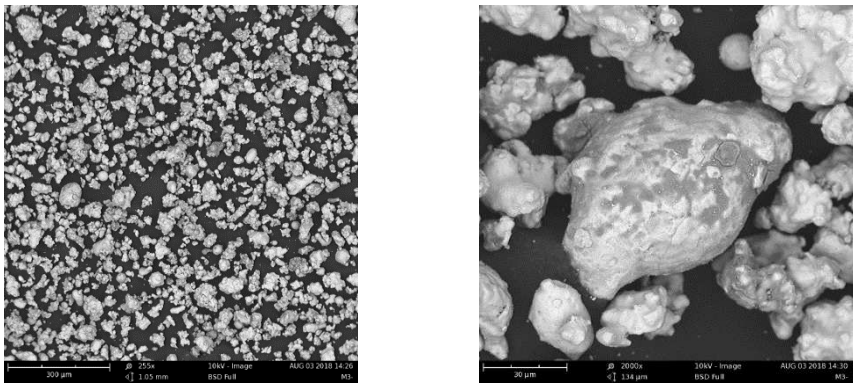


Рисунок 2 - SEM фотографии SMC порошков

Результаты и их обсуждение. Для обеспечения эффективного внедрения SMC порошков и интегрирования в процесс соосаждения, SMC порошки должны быть а) инертными и стабильными в электролитах и б) иметь проводящую поверхность. Оба эти условия могут быть выполнены путем капсулирования SMC частиц в проводящую оболочку, например, Ni или Co.

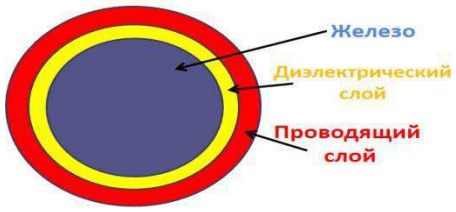


Рисунок 3 Структура отдельной частицы SMC порошка для процесса соосаждения.

Для каждого типа магнитомягких SMC матриц были проведены измерения магнитных свойств в трансформаторном режиме на синусоидальном сигнале. Частота сигнала при измерениях – 200Гц. Результаты измерений приведены в таблице 2.

Таблица 2 - Результаты измерений магнитных свойств магнитомягких SMC матриц

Образец	Bs, T	H, A/м	Hc, A/м	Br, T
80/20A	1,65	6960	150	0,67
82/18B	0,74	6750	1150	0,53
50/50A	1,04	6880	520	0,63
50/50B	0,77	6820	510	0,21
CoP	0,54	6920	100	0,15
Fe/Ni-SMC	0,86	7000	460	0,55

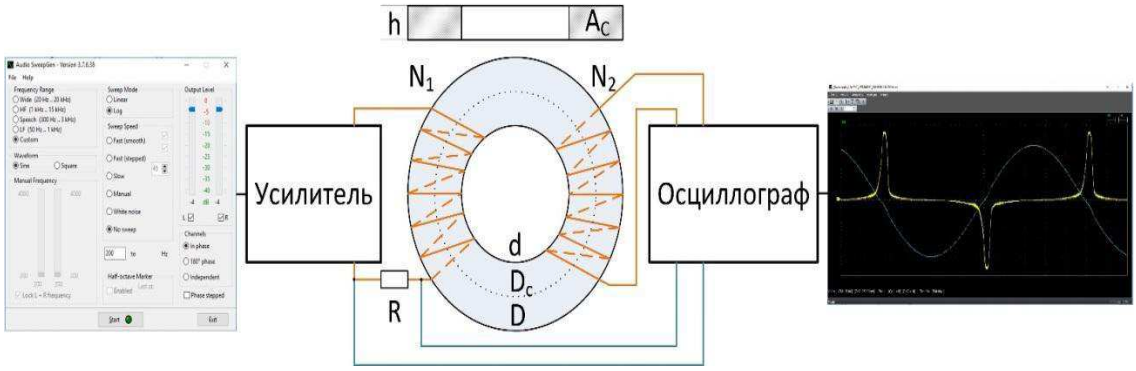
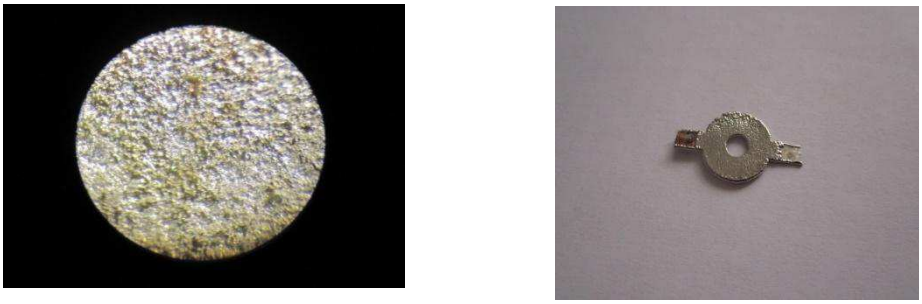


Рисунок 4 - Схема установки для проведения измерений магнитных параметров колец

Кольцо, подготовленное для измерений, подключалось к системе измерений магнитных параметров. Измерительная система состоит из генератора синусоидального сигнала и усилителя. Ток в индуцирующей обмотке N_1 измеряется по падению напряжения на токоограничительном резисторе R = 4 Ом (рис. 20). Напряжение в измерительной обмотке непосредственным образом измеряется вторым каналом осциллографа.

Осциллограф подключен к компьютеру, что дает возможность сохранить осциллограмму для дальнейшей обработки. Для автоматизации обработки сохраненных осциллограмм была написана специализированная программа, позволяющая пересчитывать осциллограммы с учетом геометрических параметров образца и количества витков индуцирующей и измерительной обмотки. Результаты пересчета представляют собой кривые гистерезиса, сохраненные в csv формате.

Важно отметить, что были получены образцы гетерогенного материала с магнитомягкой матрицей Fe-Ni и внедренными в нее SMC порошками.



(a) (b)

Рисунок 5 - Фото поверхности медного кольца после операции захвата SMC порошка (a) после заращивания Fe-Ni матрицей (b)

Отчетливо видно качественное заращивание SMC порошка магнитомягкой матрицей.

Выводы: В результате проведенных исследований показано, что применение методики нанесения композиционных наномодифицированных материалов на специальную подложку позволит формировать гетерогенные композиционные магнитные компоненты с внедрением SMC материала для микроэлектротехники.

Литература

[1] P. Jansson, Advance in Soft Magnetic Composites. Soft Magnetic Materials 98, Barcelona. (1998). 7p

[2] Iron and steel powders: Handbook. Hoganas AB. (2001) 244p.

[3] Patent of Russia RU 2465669 H0 1F/24 (2012).

[4] I. Timoshkov, V. Kurmashev, and V. Timoshkov, in Nanocomposites, ed. by A. Hashim InTech. (2011). Chapter 3, p. 73.

ТЕРМИЧЕСКАЯ ПРЕДЫСТОРИЯ КАК ПУТЬ К ОПТИМИЗАЦИИ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК МАГНИТОКАЛОРИЧЕСКИХ СПЛАВОВ СИСТЕИЫ $Mn_{1-x}Cr_xNiGe$

[1]Вальков В.И., [1]Грибанов И.Ф., [1]Головчан А.В.,[1] Запорожец В.Д., [2]Каменев К.В., [3]Клищенко Л.Д., [4]Митюк В.И.

[1]ГУДонецкий ФТИ им. А.А. Галкина, Донецк, Украина
[2]CSEC and School of Engineering & Electronics, The University of Edinburgh, UK
[3]НУ «Киево-Могилянская Академия», Киев, Украина
[4]ГО "НПЦ НАН Беларуси по материаловедению", Минск, Беларусь

Сплавы системы $Mn_{1-x}Cr_xNiGe$ в настоящее время позиционируются как «зеленые» магнитокалорические материалы, перспективные для использования в магнитных рефрижераторах. Как известно, MnNiGe характеризуется мартенситным фазовым переходом из низкотемпературной орторомбической структуры типа TiNiSi в высокотемпературную гексагональную структуру типа Ni_2In, температура которого при нагревании T_{st} ~ 528K [1]. В литературе отмечается сильная зависимость T_{st} от состава и методики приготовления образцов, что приводит к разбросу ее значений у разных авторов. Магнитное упорядочение в основном состоянии – двойная спираль, которая при T > 260 K превращается в простую спираль с точкой Нееля T_N = 346 K. Переход в парамагнитное (PM) состояние является типичным изоструктурным магнитным фазовым переходом 2-го рода [1].

Магнитное поведение MnNiGe подвержено радикальному изменению при внешних воздействиях (легировании, специальной термообработке, наложении давления и др.). В частности, замещение атомов Mn атомами Cr приводит к сжатию решетки, понижению T_{st} и возникновению ферромагнитного (FM) состояния на месте гелимагнитной (HM) фазы. Комбинируя легирование Cr и твердофазную закалку от температуры гомогенизирующего отжига удается совместить магнитный и структурный переходы, изменив при этом характер магнитного превращения PM–FM от изоструктурного перехода 2-го рода до магнитоструктурного перехода 1-го рода, обуславливающего гигантский магнитокалорический эффект (МКЭ) [2,3]. Ранее установлено, что сжатие решетки MnNiGe является критически важным моментом для возникновения FM-упорядочения, совмещения магнитного и структурного фазовых переходов и реализации гигантского МКЭ [2-4]. Однако различные способы осуществления такого сжатия имеют свои особенности влияния на физические (в том числе функциональные) характеристики данного сплава. Исследованию этого вопроса посвящена настоящая работа.

Поставленная задача решалась путем построения и сравнения фазовых P-T-диаграмм образцов, медленно или быстро охлажденных от температуры, превышающей T_{st}. В наших экспериментах быстрое охлаждение обеспечивалось твердофазной закалкой образцов в воду от температуры гомогенизирующего отжига T_{ann} = 850°C. Выбор диапазона концентраций Cr (0< x< 0,11) обусловлен раздельным существованием магнитного и структурного фазовых превращений в сплавах $Mn_{1-x}Cr_xNiGe$ (в том числе закаленных) при таком уровне легирования хромом. Дальнейшее увеличение содержания Cr (исследован диапазон 0< x< 0,25) приводит к совмещению указанных переходов сначала в закаленных, а затем и в медленно охлажденных образцах[2-3]. Для идентификации магнитных фаз и определения положения на *P-T*-диаграммах линий, соответствующих магнитным и магнитоструктурным фазовым переходам, измерялись температурные и полевые зависимости намагниченности в магнитных полях до 9,7кЭ при разных давлениях. Эксперименты проводились с помощью маятниковых магнитных весов с подвешенным

к концу маятника немагнитным контейнером высокого давления. Результаты представлены ниже.

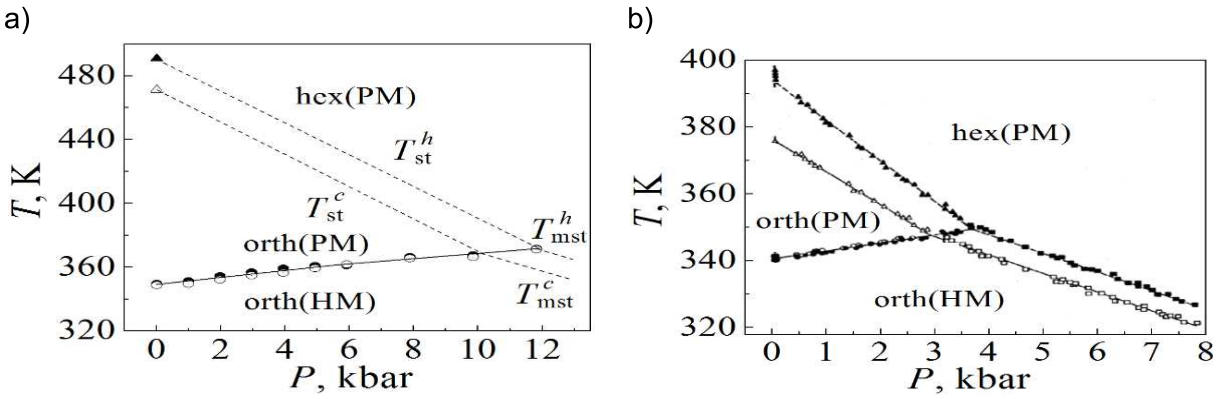


Рисунок 1 - Фазовые *P*–*T*-диаграммы образцов сплава MnNiGe, медленно охлажденного (*а*) и быстро охлажденного от T = 300°C (*б*) [5]. Темные и светлые символы означают соответственно нагрев и охлаждение образца в процессе структурного (▲, △), магнитного (●, ○) и магнитоструктурного (■, □) переходов, характеризуемых температурами T_{st}, T_m и T_{mst}

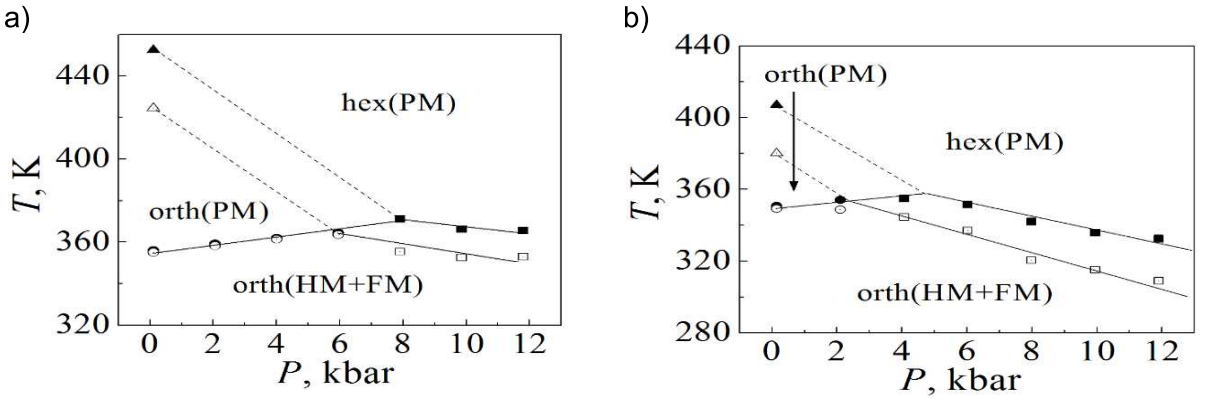


Рисунок 2 - Фазовые *P*–*T*-диаграммы образцов сплава $Mn_{0.93}Cr_{0.07}NiGe$, медленно охлажденного (*а*) и закаленного в воду от T_{ann} = 850°C (*б*). Обозначения те же, что на рис.1.

Сравнивая *P*–*T*-диаграммы медленно и быстро охлажденных образцов (рис. 1, 2), можно сделать вывод, что интегральный эффект влияния быстрого охлаждения на магнитоструктурные свойства сплава в основном аналогичен действию давления и сводится к смещению оси ординат на *P*–*T*-диаграммах медленно охлажденных сплавов в сторону увеличения давления. Однако, как уже отмечалось, различные способы сжатия кристаллической решетки приводят к различному влиянию на физические и функциональные характеристики исследуемых сплавов, в частности на параметры магнитоструктурного перехода порядок–беспорядок и связанного с ним МКЭ. Наглядно это можно продемонстрировать на примере сплава $Mn_{0.89}Cr_{0.11}NiGe$, позиционируемого как тестовый материал в системе $Mn_{1-x}Cr_xNiGe$ (x < 0.25), для которого уже закалка в воду от температуры гомогенизирующего отжига приводит к совмещению структурного и магнитного переходов [2,3], рис.3.

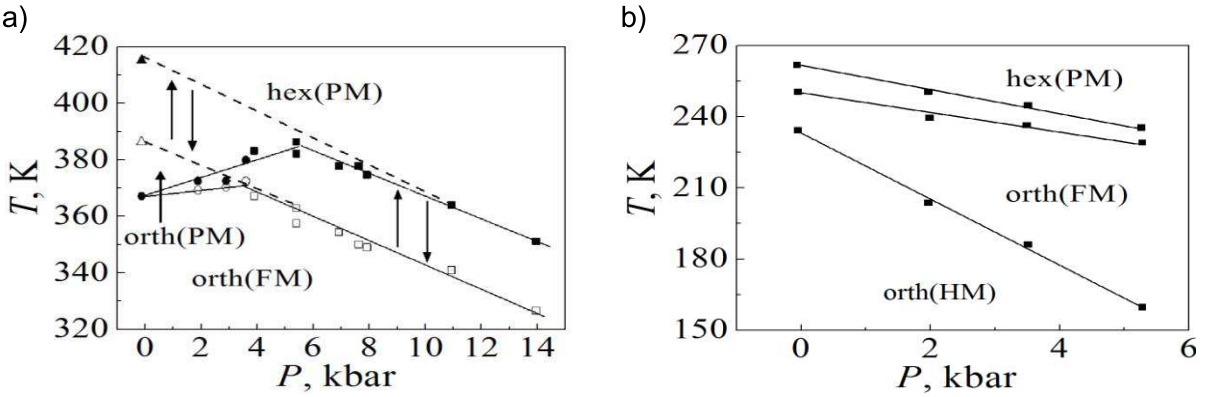


Рисунок 3 - Фазовые *P*–*T*-диаграммы образцов сплава $Mn_{0.89}Cr_{0.11}NiGe$, медленно охлажденного (*а*) и закаленного в воду от T_{ann} = 850°C (*б*) [3]. Обозначения те же, что на рис. 1.

Сравнительная оценка влияния давления и термической предыстории на магнитные и магнитокалорические характеристики сплава $Mn_{0.89}Cr_{0.11}NiGe$ представлена на рис. 4 и 5.

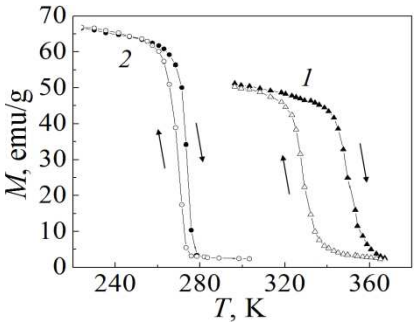


Рисунок 4 - Температурный ход намагниченности $Mn_{0.89}Cr_{0.11}NiGe$ в поле *B*=0.97T: *1*–медленно охлажденный образец, *P* = 14 kbar; *2* – образец закален в воду от T_{ann} = 850°C, *P*=0.

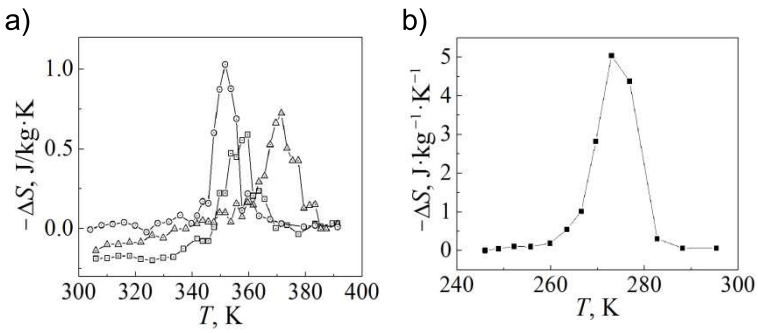


Рисунок 5 - Температурный ход скачков энтропии при намагничивании сплава $Mn_{0.89}Cr_{0.11}NiGe$ в поле ΔB = 0–1 T. *а* – медленно охлажденный образец, *P*, kbar: □ – 0, △ – 8, ○ – 14; *б* – образец закален в воду от T_{ann} = 850°C, *P* = 0.

Как видно из рис.4 и 5, имеет место существенная разница в магнитном поведении и связанном с ним МКЭ в сплаве $Mn_{0.89}Cr_{0.11}NiGe$ в зависимости от термической предыстории. Быстрое прохождение по температуре области мартенситного перехода в процессе синтеза образцов обеспечивает наилучшие условия для реализации гигантского МКЭ. Этот процесс, очевидно, не сводится к простому сжатию кристаллической решетки, что подтверждается рентгендифракционным анализом параметров элементарных ячеек быстро и медленно охлажденных образцов. Выяснение механизмов влияния рассмотренной термообработки на свойства подобных магнитокалорических сплавов является необходимым условием для целенаправленного прикладного использования данной технологии.

Литература

[1] H.Fjellvag, A.F. Andresen. JMMM 50, 291 (1985).
[2] И.Ф. Грибанов, А.П. Сиваченко, В.И. Каменев и др. ФТВД 23, № 3, 15-22 (2013).
[3] T. Jaworska-Gołąb, S. Baran, R. Duraj, et al. JMMM 385, 1 (2015).
[4] А.В. Головчан, И.Ф. Грибанов. ФТВД 23, № 3, 23-30 (2013).
[5] S. Anzai, K. Ozawa. Phys. Rev. B. 18, 2173(1978).

ВЛИЯНИЕ НИОБИЯ НА СТРУКТУРУ И ПРОЧНОСТЬ ВАКУУМНЫХ КОНДЕНСАТОВ И ОТЛИВОК МЕДИ

Зубков А.И.[1], Соболь О.В.[1], Крещенко В.А.[2], Рудь Н.Д.[3], Рябоштан В.А.[1], Жадько М.А.[1]

[1]Национальный технический университет "Харьковский политехнический институт", г. Харьков, Украина,
[2]Государственное предприятие Научно-производственный комплекс газотурбостроения «Зоря» – «Машпроект, г. Николаев, Украина,
[3] АО «Мотор Сич», г.Запорожье, Украина,
anatoly.i.zubkov@gmail.com

Рекордный уровень термической стабильности наноразмерной зеренной структуры вакуумных конденсатов меди, легированных молибденом, вольфрамом или танталом, обусловлен сегрегацией атомов этих тугоплавких металлов на границах зерен матричного металла – меди [1]. Однако такие сплавы не удается получить кристаллизацией из расплавов, так как молибден, вольфрам и тантал нерастворимы в расплаве меди, а их температуры плавления превышают температуру кипения меди. Поэтому остается открытым вопрос о том, насколько закономерности формирования зернограничных сегрегаций, наблюдаемых при конденсации из паровой фазы, распространяются на аналогичные процессы при кристаллизации расплавов.

Исследования в этом направлении перспективно проводить на бинарной системе Cu-Nb, которая в твердом состоянии близка по свойствам системам Cu-Mo, Cu-W и Cu-Ta, но, в отличие от них, сплавы Cu-Nb можно получать, как кристаллизацией из расплавов [2], так и порошковыми [3] и вакуумными технологиями [4].

В этой связи целью данной работы является изучение влияния ниобия на структуру конденсатов и отливок в меди и склонности ниобия к формированию сегрегаций на границах зерен медной матрицы при кристаллизации из паровой фазы и расплава.

На рис. 1 представлены электронно-микроскопические изображения однокомпонентных конденсатов меди и двухкомпонентных Cu+0,5%Nb полученных в одинаковых технологических условиях. Видно, что ниобий измельчает зеренную структуру меди с 3 мкм до ~ 0,5 мкм. При этом период ГЦК кристаллической решетки медной матрицы остается неизменным. На электронограммах легированных конденсатов присутствуют дифракционные рефлексы, принадлежащие, как ГЦК меди, так и несвойственные ниобию в массивном состоянии – ГЦК кристаллической решетки ниобия.

Немаловажно, что дифракционные рефлексы (111) ГЦК меди и (111) ГЦК ниобия располагаются на одном дифракционном векторе, что свидетельствует о параллельности кристаллографических плоскостей (111)Cu/(111)Nb. Это важное свидетельство указывает не эпитаксиальный механизм формирования частиц ГЦК ниобия, по отношению к кристаллической решетке меди.

Анализ приведенных результатов позволяет сделать предположение, что частицы ниобия находятся в границах зерен медной матрицы в виде высокодисперсных образований, которые сформировались на поверхности растущих зародышей меди при кристаллизации двухкомпонентного пара, блокируя их дальнейший рост.

Легированные ниобием конденсаты демонстрируют повышенную твердость, которая составляет ~1300 МПа, что примерно в три раза превышает твердость нелегированной меди. Таким образом, приведенные результаты указывают на то, что ниобий проявляет активность по отношению к границам зерен меди и образует зернограничные сегрегации. В данном случае это проявляется в виде частиц ниобия, когерентно связанных с кристаллической решеткой меди по плоскостям (111)Cu/(111)Nb. Такое кристаллографическое соответствие и нехарактерная для ниобия кристаллическая решетка свидетельствуют о сильном межатомном взаимодействии на межфазных поверхностях раздела Cu-Nb.

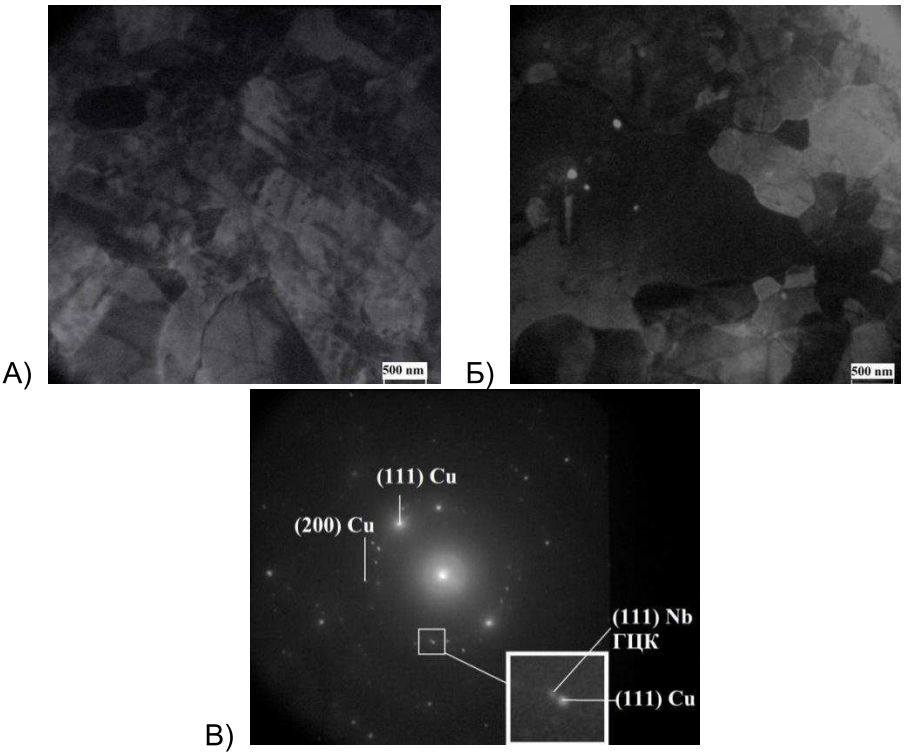


Рисунок 1 –
Электронно-микроскопические изображения однокомпонентных конденсатов меди (А) и двухкомпонентных Cu+0,5%Nb (Б), полученных в одинаковых технологических условиях, а также электронограмма конденсата Cu+0,5%Nb (В)

Распределение ниобия в отливке меди демонстрируют результаты локального рентгеноспектрального анализа, проведенного в области контакта твердого ниобия и расплава меди (Рис. 2).

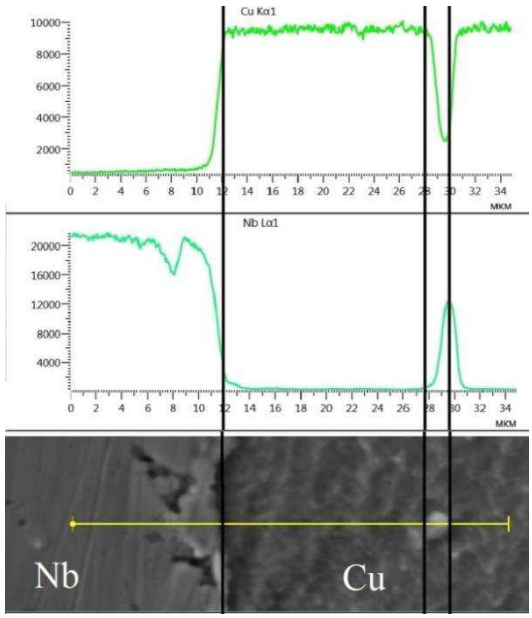


Рисунок 2 - Рентгеноспектральный анализ отливки Cu-Nb,
проведенный в области контакта твердого ниобия и расплава меди

В объеме зерен меди содержится приблизительно ~ 0,1-0,2 ат.% ниобия, что примерно соответствует его предельной растворимости в меди. Наблюдается также тенденция к концентрированию ниобия в границах и субграницах меди (Рис. 3).

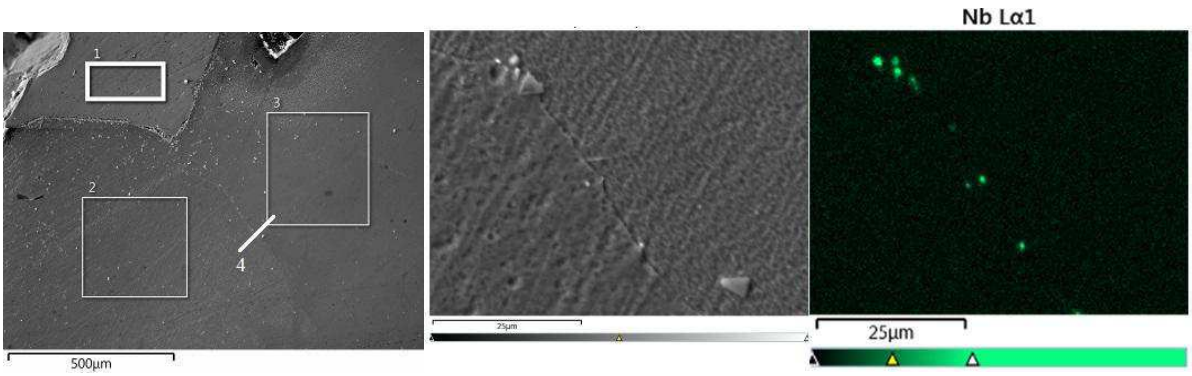


Рисунок 3 - Рентгеноспектральный анализ участков 1, 2 и 3,
а также снимок по границе меди в режиме картирования по площади

Таблица 1 – Рентгеноспектральный анализ участков 1, 2 та 3

Название спектра	Si	Cl	Cu	Nb	Сумма
Спектр 1	0.94			99.06	100.00
Спектр 2			99.84	0.16	100.00
Спектр 3		0.17	99.71	0.11	100.00

Результаты данной работы свидетельствуют о том, что сегрегационные процессы, происходящие при кристаллизации сплавов из различных сред, имеют общие закономерности. Это заключение указывает на возможность распространения результатов исследований адсорбционных явлений, например в случае конденсации из паровой фазы на процессы формирования зарнограничных сегрегаций при кристаллизации расплавов.

Список литературы

1. Зубков А.И. Термическая стабильность нанокомпозитов, кристаллизуемых в вакууме // Вестник Тамбовского университета. Серия: Естественные и технические науки. 2010 Т.15. Вып. 3. с. 846-848.

2. Попов И.А., Ширяева Н.В., ЖНХ, 1961 г., Т.6 с. 2334-2340.

3. Li C.J., Teng L., Tan J., Yuan Q., Tang J.J., Chen T.L., Zhu X.K. Microstructure and property evolution of Cu90Zr10 alloy in the process of mechanical alloying, Advanced Materials Research. 2013. V. 750-752, pp 667-670.

4. S. Özerinç, K. Tai, N.Q.Vo, P. Bellon, R.S. Averback, W.P. King. Grain boundary doping strengthens nanocrystalline copper alloys, Scripta Materialia, 67, 2012. P. 720.

ПРОЧНОСТЬ НАНО- И СУБМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ВАКУУМНЫХ КОНДЕНСАТОВ Cu-Mo

Зубков А.И., Соболь О.В., Жадько М.А., Зозуля Э.В., Бармин А.Е.
Национальный технический университет «Харьковский политехнический институт», Харьков, Украина, anatoly.i.zubkov@gmail.com

Пленки, фольги, покрытия бинарной системы Cu-Mo, получаемые вакуумными технологиями, в зависимости от соотношения компонентов и условий синтеза могут иметь широкий спектр структурных состояний. [1]. Эти материалы демонстрируют высокие прочностные свойства в широком диапазоне температур [2]. Вместе с тем, закономерности влияния молибдена на структуру медной матрицы и вклад в достигаемый уровень прочностных свойств конкретных структурных параметров к настоящему времени является дискуссионным и недостаточно экспериментально изучен. В этой связи целью данной работы явилось дальнейшее изучение влияния содержания молибдена на структуру и прочностные свойства конденсатов меди.

Объектами исследований являлись фольги однокомпонентных конденсатов меди и двухкомпонентных Cu-Mo толщиной 30 - 50 мкм, полученных в одинаковых технологических условиях. Варьировали только содержание молибдена в диапазоне 0,1 - 2,5 ат. %. Структуру изучали методами просвечивающей электронной микроскопии и рентгеновской дифрактометрии. Прочностные свойства изучали в режиме активного растяжения. Электросопротивление измеряли компенсационным методом.

На рис. 1 представлены концентрационные зависимости размера зерна (L) и периода кристаллической решетки (a) медной матрицы от содержания молибдена. Видно, что при малых концентрациях молибдена до ~ 0,5 ат. % происходит резкое снижение величины L с 2,8 мкм до ~ 100 нм. При таких содержаниях молибдена заметного изменения периода ГЦК кристаллической решетки меди не происходит (рис. 1, кривая 2). На электронограммах образцов, соответствующих ниспадающей ветви зависимости $L - f$ (C_{Mo}, ат. %) присутствуют только дифракционные рефлексы, принадлежащие меди. Дальнейшее увеличение концентрации молибдена приводит к увеличению периода кристаллической решетки меди, что свидетельствует о формировании пересыщенного раствора молибдена в меди и появлению частиц молибдена в объеме медной матрицы, а величина зерна остается постоянной.

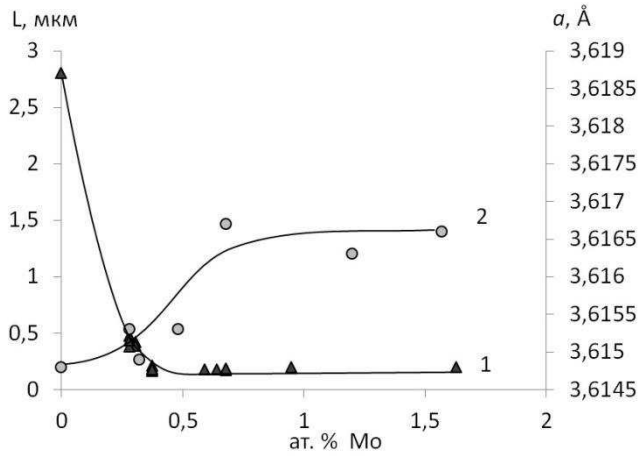


Рисунок 1 - Размер зерна (1) и период решетки (2) вакуумных конденсатов Cu-Mo

На рис. 2 представлены результаты исследований прочностных свойств от содержания молибдена. Все экспериментальные кривые имеют два участка: при содержании молибдена примерно до 0,5 ат. % наблюдается резкое повышение всех прочностных характеристик и снижение деформации до разрушения. Дальнейшее увеличение содержания молибдена приводит к снижению интенсивности роста прочностных свойств и уменьшению деформации до разрушения.

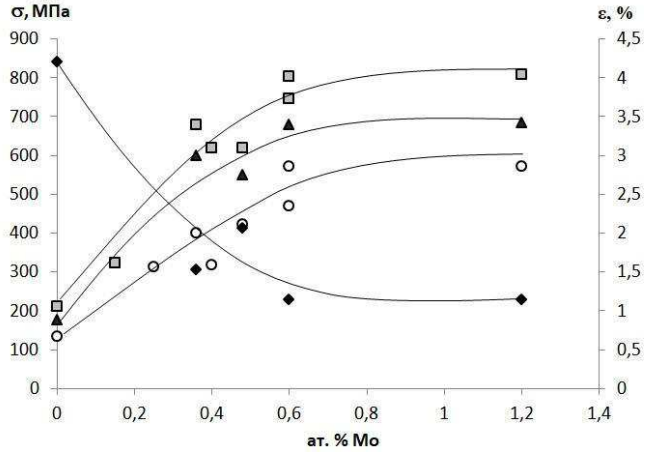


Рисунок 2 - Прочностные свойства вакуумных конденсатов Cu-Mo: ○ - физический предел текучести, ▲ - условный предел текучести, □ - предел прочности, ◆ - пластичность

На рис. 3 представлены зависимости физического предела текучести (σ_0) для однокомпонентных и двухкомпонентных конденсатов меди и Cu-Mo с содержанием молибдена, соответствующим ниспадающей ветви зависимости $L - f$ (C_{Mo}, ат. %). Значения коэффициентов Холла-Петча, определенные из указанных зависимостей, составляют 0,11 и 0,25 МПа·м$^{1/2}$ для однокомпонентных и двухкомпонентных конденсатов меди и Cu-Mo, соответственно. Важно отметить, что во всех образцах, используемых для построения зависимости Холла-Петча, атомы молибдена сконцентрированы в границах зерен [3].

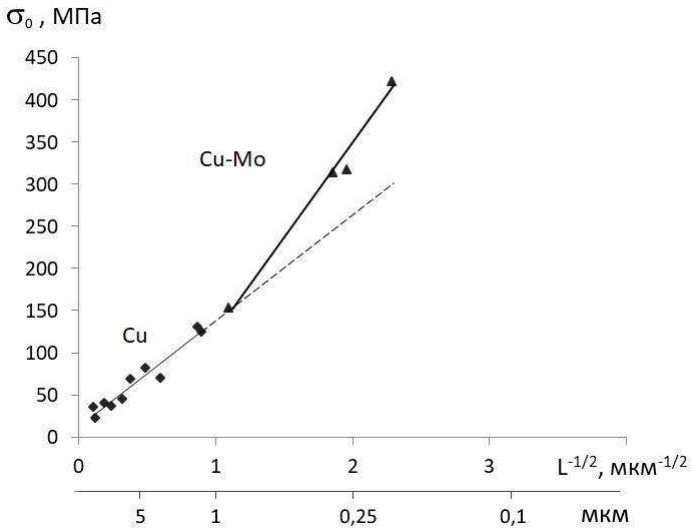


Рисунок 3 - Зависимости Холла-Петча для вакуумных конденсатов меди и Cu-Mo

Приведенные результаты свидетельствуют о различных механизмах упрочнения конденсатов при содержаниях молибдена, соответствующих возрастающим и пологим участкам концентрационных зависимостей прочностных свойств. Действительно, сопоставление данных, приведенных на рис. 1, 2 указывает на их определенную корреляцию. Прежде всего, обращает на себя внимание примерное равенство концентраций молибдена, при которой происходит изменение характера всех экспериментальных зависимостей, как структурных параметров, так и различных свойств. Это содержание молибдена, составляющее ~ 0,5 ат. %, как показано в работе [3], необходимо и достаточно для формирования на границах зерен медной матрицы сегрегаций атомов молибдена в виде моноатомных адсорбционных слоев, повышающих когезионную прочность границ зерен. Поэтому, при таком содержании молибдена величина физического предела текучести, составляющая примерно 500

МПа (рис. 2) определяется только зернограничным упрочнением, как за счет увеличения коэффициента Холла-Петча (рис. 3), так и вследствие уменьшения величины зерна. Дальнейшее увеличение концентрации молибдена в конденсатах приводит к незначительному росту прочностных свойств за счет дисперсного упрочнения.

Таким образом, приведенные результаты свидетельствуют, что оптимальным структурным состоянием изучаемых объектов, при котором реализуются высокие прочностные и электропроводящие свойства конденсатов, превосходящие аналогичные по значению сплавы на основе меди [4] (рис. 4), является то, при котором атомы молибдена находятся в границах зерен в виде равновесных зернограничных сегрегаций в виде моноатомных адсорбционных слоев.

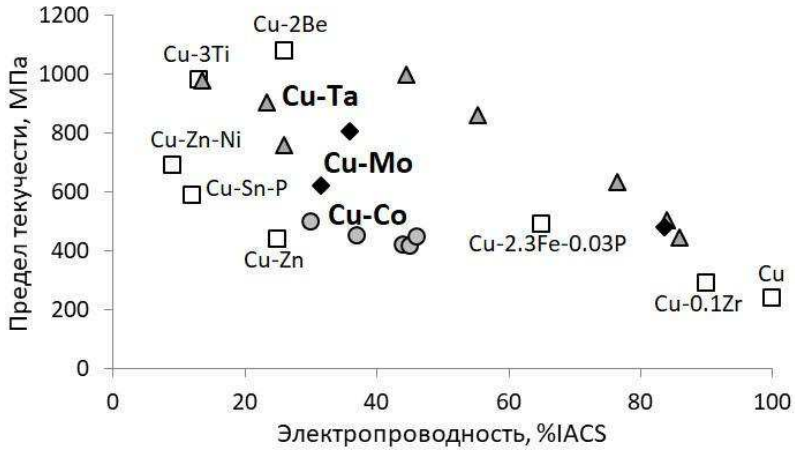


Рисунок 4 – Прочность и электропроводность сплавов на основе меди: □ – [4], ○ – вакуумные конденсаты Cu-Co [5], △ – Cu-Ta [6], ◆ –Cu-Mo

Список литературы

1. Мовчан Б.Н. Жаростойкие покрытия, осаждаемые в вакууме / Б.Н. Мовчан, И.С. Малашенко. – Киев: Наук. думка, 1983. – 232 с.

2. Зубков А.И. Термическая стабильность нанокомпозитов, кристаллизуемых в вакууме // Вестник ТГУ, 2010. – Т. 15. №. 3. – С. 846 – 848.

3. Глущенко М.А., Луценко Е.В., Соболь О.В., Бармин А.Е., Зубков А.И. Влияние легирования конденсатов меди переходными металлами Co, Mo, Ta на структуру и зависимость Холла-Петча // Журнал нано- и электронной физики, 2016. – Т. 8, №3. – С. 03015 (4cc).

4. Miyake J., Ghosh G., Fine M.E. Design of high-strength, high-conductivity alloys // MRS Bulletin, 1996. – 21. Iss. 6. – P. 13.

5. Glushchenko M.A., Sobol' O.V., Zozulya E.V. , Zubkov A.I. Structure and properties of Cu-Co vacuum condensates // Proceedings of the International Conference on Nanomaterials: Application & Properties (NAP-2016), Lviv, 2016. – P. 01FNC02 (3 pp).

6. Zhadko M.A., Zubkov A.I., Sobol' O.V., Subbotin A.V., Zozulya E.V., Zelenskaya G.I. Structure, Strength and Conductive Properties of Vacuum Cu-Ta Condensates // Journal of Nano- and Electronic Physics, 2018. – V. 10, №3. – P. 03003 (4pp).

ФИЗИЧЕСКИЕ ЗАКОНОМЕРНОСТИ МЕХАНИЧЕСКОГО ПОВЕДЕНИЯ, СТРУКТУРНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В АМОРФНЫХ СПЛАВАХ И АМОРФНО-НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ КОМПОЗИТАХ

Пермякова И.Е.,[1] **Глезер А.М.**[1,2]
[1] *ФГУП "ЦНИИчермет им. И.П. Бардина", г. Москва, Россия, inga_perm@mail.ru*
[2] *ФГАОУ ВПО НИТУ "МИСиС", г. Москва, Россия, a.glezer@mail.ru*

Постоянный интерес исследователей к аморфным сплавам (АС), типичным представителям неравновесных систем, обусловлен необычной их структурой и уникальным комплексом свойств, а также возможностью получения из них нанокристаллических материалов. Изучению эволюции свойств и структуры АС от исходного аморфного состояния до частично кристаллического и полностью кристаллического посвящена данная работа.

Существуют условия, при которых кристаллизация аморфного состояния в процессе контролируемого отжига, интенсивной пластической деформации (ИПД) и лазерной обработки будет осуществляться путем образования в аморфной матрице нанокристаллов в течение заданных температурно-временных интервалов и технологических параметров внешних воздействий, что приводит по существу к образованию естественных аморфно-нанокристаллических композитов (АНК). Можно условно выделить два предельных случая формирования аморфно-нанокристаллических композиционных структур. Первый тип: нанокристаллы (объемная доля менее 0,3-0,4), однородно распределенные в аморфной матрице и не контактирующие между собой. Второй тип: нанокристаллы, практически полностью заполняющие весь объем и разделенные тонкими аморфными межкристаллитными прослойками. Между этими предельными структурными состояниями может формироваться большое разнообразие аморфно-нанокристаллических структур, механическое поведение которых мало исследовано. Актуальными и практически неизученными остаются вопросы, связанные с механизмами пластической деформации и разрушения широкого спектра аморфных и аморфно-нанокристаллических материалов, а также закономерностями формирования их механических свойств.

Помимо естественных АНК следует уделить внимание искусственным композитам этого типа. Известно, что применение ИПД является привлекательной технологией для улучшения физико-механических свойств металлических материалов. Формирующиеся при столь больших деформациях структурные состояния весьма необычны и трудно предсказуемы. Изучение процессов ИПД в композитных материалах, состоящих из изначально аморфных составляющих и условий возникновения при этом аморфно-нанокристаллических структур является одним из направлений данной работы.

Лазерное облучения занимает особое место среди современных технологий обработки АС. Этот перспективный метод, имея ряд специфических особенностей, дает дополнительные возможности управления их структурой и свойствами. Кратковременность импульсного лазерного воздействия обеспечивает сохранение тех физических свойств, которые могли бы меняться в течение обычного длительного нагрева благодаря диффузии. Кроме того, этот метод позволяет контролировать процесс формирования нанокристаллов, путем изменения энергии лазерного излучения, длительности импульсов, их частоты. Привлекательным в лазерной обработке является и то, что, задавая закон распределения температур по объему материала, можно получать композиты с необходимым составом структурных единиц и структурных параметров. Следует отметить, что сейчас в научных кругах существует дефицит в исследованиях подобного рода. Таким образом, исходя их вышеизложенного, возникает необходимость в детальном и комплексном изучении физических особенностей лазерного облучения АС с целью создания АНК.

Остановимся на наиболее интересных результатах, полученных при внешних воздействиях на АС:

1) с помощью метода микроиндентирования удалось установить поведение трещиностойкости (K_{Ic}) АС в ранее недоступном для других методов температурном интервале от вязко-хрупкого перехода (в области существования аморфного состояния) до определенных стадий нанокристаллизации. В экспериментах на сплаве $Fe_{58}Ni_{25}B_{17}$ при приближении к температуре отжига 653 K наблюдается значительное увеличение K_{Ic}. Таким образом, в некотором диапазоне температур отжига мы обнаружили эффект пластификации (некоторый рост K_{Ic} при снижении микротвердости *HV*). Характерный размер наночастиц α-фазы (ОЦК), при котором зафиксирован максимум параметра K_{Ic}, соответствует 110-120 нм при объемной плотности 1,3 мкм$^{-3}$ кристаллической фазы. Аналогичный, но менее существенный пластифицирующий эффект наблюдается и в сплаве $Co_{70,5}Fe_{0,5}Cr_4Si_7B_{18}$.

2) Подобраны режимы лазерной обработки, позволяющие реализовать различную степень кристаллизации исследуемых АС систем Co-Fe-Cr-Si-B и Fe-Ni-B: тонкие кристаллические слои (< 1 мкм) на поверхности АС, аморфно-кристаллические композиты ("сэндвичи"), полностью кристаллические сплавы.

3) В процессе лазерного воздействия может происходить смена механизма кристаллизации (например, с первичной на эвтектическую для АС $Co_{70,5}Fe_{0,5}Cr_4Si_7B_{18}$).

4) Изучены особенности микрокартин деформации и разрушения в зоне лазерной обработки АС. Предложена методика определения склонности АС к образованию трещин в условиях локального нагружения и тепловой предыстории, позволяющая в свою очередь оценивать температуру отжига, соответствующую вязко-хрупкому переходу материала и температуры нагрева в зоне термовоздействия сфокусированным лазерным излучением.

5) Проведено комплексное изучение и сравнение характера поведения величины микротвердости по Виккерсу (*HV*) для АС $Co_{70,5}Fe_{0,5}Cr_4Si_7B_{18}$ при различных видах внешних воздействий. Отмечена немотнотонная зависимость *HV* от параметров воздействий (количества лазерных импульсов, температуры отжига и количества оборотов при ИПД). Первый пик микротвердости в зоне селективного лазерного воздействия хорошо согласуются с данными, полученными при обычном термическом отжиге и при ИПД до 3/4 оборота. Однако следует отметить, что первый максимум *HV* при лазерной обработке несколько выше, чем при печном отжиге. Этот факт говорит о том, что лазерный нагрев при 100 импульсах (в пределах амфорного состояния сплава) эффективнее способствует упрочнению материала, чем низкотемпературный отжиг, соответствующий температурам 373-423 K. В то же время, он уступает технологии ИПД, при которой микротвердость достигает наибольшей величину 20 ГПа.

6) Получены деформационно-индуцированные композиты из чередующихся слоев АС $Fe_{53,3}Ni_{26,5}B_{20,2}$ и $Co_{28,2}Fe_{38,9}Cr_{15,4}Si_{0,3}B_{17}$ путем их консолидации кручением под высоким давлением в камере Бриджмена. Комплексно исследована последовательность смены структурных состояний композита и его отдельных составляющих при ИПД, а также изменение микротвердости по Виккерсу и магнитных характеристик в зависимости от величины деформации. Установлено, что использование метода кручения под высоким давлением при больших степенях деформации эффективно способствует переводу изученных материалов из аморфного в нанокристаллическое состояние (с размером нанокристаллов 4-20 нм), повышая их микротвердость и сохраняя магнитно-мягкие свойства.

7) Сдерживание процесса начала кристаллизации путем подбора состава АС и режимов их обработки позволяет значительно уменьшить размеры кристаллитов (до 10 нм). После контролируемой термической обработки или ИПД в магнитно-мягком АС можно сформировать нанокристаллическую структуру с требуемыми магнитными

свойствами. Определены два способа обработок АС $Co_{70,5}Fe_{0,5}Cr_4Si_7B_{18}$, при которых в нанокристаллическом состоянии сохраняется высокий уровень как магнитных, так и коррозионных свойств: 1 – вакуумный отжиг в диапазоне температур T_{an} = 713-748 К с выдержкой 10 мин; 2 – КВД при двух и трех оборотах подвижной наковальни и давлении 4 ГПа.

8) Выявлены закономерности распространения полос сдвига в АС при кручении под давлением. Обнаружен эффект травления поверхности и декорирования сильнолокализованных полос сдвига, обусловленный сегрегацией атомов металлоидов (бора и кремния для сплава $Co_{70,5}Fe_{0,5}Cr_4Si_7B_{18}$) на неконтактной поверхности ленты, полученной методом спиннингования из расплава.

9) Проанализирована зависимость плотности полос сдвига ρ и их длины *L* при увеличении температуры отжига для АС. Падение склонности к пластическому течению (критериев ρ и *L*) начинается при существенно более низких температурах отжига, чем макроскопический вязко-хрупкий переход (для АС $Fe_{60,8}Co_{20,2}B_{14}Si_{15}$ вблизи 500 К). Полное исчезновение картин пластической деформации происходит лишь при начале процессов активной кристаллизации (~ 750 К) с поверхности и, распространяющейся вглубь образцов. Собственно отпускная хрупкость наступает тогда, когда снижение плотности и длины полос сдвига находится уже на второй стадии стремительного падения. Эти данные кардинально расходятся с выводами, сделанными Кимурой и Масумото, по мнению которых, способность к формированию полос сдвига не претерпевает сколько-нибудь заметного изменения (снижения) в температурном интервале макроскопического вязко-хрупкого перехода. Таким образом, явление отпускной хрупкости имеет две структурные причины, которые, по-видимому, связаны между собой: снижение склонности к пластическому течению в аморфной матрице и резкий спад сопротивления развитию магистральных квазихрупких трещин.

10) На основании ПЭМ-исследований проведена систематизация наблюдаемых вариантов взаимодействий полос сдвига, распространяющихся в аморфной матрице, с нанокристаллами в АНК: «поглощение», «огибание», «перерезание», «торможение» и «аккомодация». Установлено, что определяющим фактором характера взаимодействия является размер нанокристаллов.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант № 17-02-00402_а).

АНАЛИЗ ВЫДЕЛЕНИЯ ФАЗ В ЛИТЕЙНОМ МАГНИЕВОМ СПЛАВЕ EZ33A

Страумал А.Б., Цой К.В.
Институт Физики Твердого Тела РАН, Черноголовка, Россия, a.str@issp.ac.ru

Уже многие годы одним из самых востребованных направлений в материаловедении является исследование свойств литейных сплавов. Это обусловлено широтой применения литья в технологических процессах и постоянным повышением требований к новым литейным материалам для выполнения все более сложных технических и производственных задач. Среди общеизвестных литейных материалов, таких как чугуны, стали, сплавы на основе меди, алюминия и цинка, особо выделяются сплавы на основе магния. Низкая плотность данных сплавов позволяет делать детали с малым весом и поэтому сплавы на основе магния широко используются в авиакосмической промышленности и машиностроении для литья массивных деталей, корпусов редукторов, роликов, колес. Магний также используется в медицине для производства остео-протезов для протезирования и стентов для шунтирования благодаря своей биосовместимости и тому, что со временем он растворяется в организме без следа.

Одним из широко известных литейных сплавов является сплав EZ33A. Этот сплав состоит в основном из магния и цинка. Для улучшения свойства в него добавлены цирконий, неодим, лантан и церий. Первые упоминания данного сплава относятся к 1960ым годам, когда он использовался для литья корпуса для навигационного компьютера миссии Аполлон. Этот сплав обладает низкой микро-пористостью при отливке, хорошей жидко-текучестью, сопротивлением к ползучести до 250˚C, его можно использовать при литье как в постоянные формы, так и в песчаные, и он поддается сварке. Однако, высокая твердость сильно понижает пластичность сплава при комнатной температуре, а следовательно ограничивает перечень процессов по механической обработке, применимых при производстве деталей из данного сплава. Высокая твердость в литературе связывают с наличием на границах зерен очень твердой фазы интерметаллида. Действительно, твердость магниевой матрицы составляет порядка 40-50HV, тогда как твердость интерметаллида может варьироваться от 250 до 400HV. При слишком большой скорости охлаждения отливки структура затвердевающего сплава будет представлять структуру смачивания с 75% границ зерен заполненными твердой и хрупкой фазой интерметаллида. Поэтому при деформации могут образовываться трещины, которые будут легко распространяться по хрупкой фазе на границах зерен.

Однако при исследовании жидкометаллического смачивания в данном сплаве мы обнаружили еще один тип выделений в данном сплаве. Это мелкие выделения внутри зерен магния. Мы наблюдали их поначалу только в исходном состоянии образца. При высоких температурах данные выделения растворялись в магнии. Нами было сделано предположение, что подобные выделения могут вносить существенный вклад в механические свойства данного сплава. Возможно именно по причине их выделения при низких температурах у EZ33A присутствует такое сопротивление ползучести до 250˚C, так как при низких температурах они задерживают продвижение дислокаций через зерна, а при высоких температурах растворяются в магнии.

Для подтверждения выдвинутых предположений был проведен низкотемпературный отжиг образца сплава EZ33A при 150˚C в течении 1884 часов для того, чтобы определить выделяются или растворяются данные выделения при низкой

температуре. Было показано, что при данной температуре и времени отжига эти выделения не только не растворяются, но и вырастают по сравнению с исходным состоянием. Было выделено два типа выделений. Большего размера частицы и мелкие частицы, которые как бы затуманивают объем магниевого зерна.

Образец был исследован методом сканирующей электронной микроскопии, просвечивающей электронной микроскопии, рентгеноспектрального микроанализа, рентгеновской дифракции и микро-твёрдости. Было показано, что белее крупные выделения – это выделения цинка, а более мелкие – это выделения циркония.

МИКРОМЕХАНИЧЕСКИЙ ИНСТРУМЕНТ НА ОСНОВЕ БЫСТРОЗАКАЛЕННОЙ АМОРФНО-КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ ЛЕНТЫ

Шеляков А.В.[1], Ситников Н.Н.[1,2], Бородако К.А.[1,3], Коледов В.В.[3]
[1]Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва, Россия
[2]ГНЦ-ФГУП «Исследовательский центр имени М.В. Келдыша», Москва, Россия
[3]Институт радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН, Москва, Россия
e-mail: alex-shel@mail.ru

Последние достижения в области микроэлектромеханических систем (MEMS) повышают спрос на точные и надежные микроинструменты для манипулирования микрообъектами. В MEMS используются различные типы микроактюаторов для применения в биомедицине, робототехнике, автомобильных и аэрокосмических технологиях, потребительских товарах и телекоммуникационных системах [1]. Использование материалов с эффектом памяти формы (ЭПФ) обеспечивает различные преимущества микроактюаторов, такие как высокое отношение мощности к весу, большие деформации и развиваемые усилия, устойчивость к коррозии, биосовместимость, надежность, бесшумное приведение в действие [2, 3]. Это позволяет создавать на основе сплавов с ЭПФ самые миниатюрные исполнительные устройства: микропинцеты, микропереключатели, микроклапаны, микронасосы, микродатчики [4-6]. Недавно был продемонстрирован перспективный метод использования структурно композиционных материалов с обратимым ЭПФ в микросистемах [7-11]. Настоящая работа посвящена созданию микропинцета на основе аморфно-кристаллической ленты.

В качестве материала для создания микропинцета был выбран быстрозакаленный сплав квазибинарной системы TiNi-TiCu с 25 ат. % Cu, обладающий как высокой склонностью к аморфизации, так и высокими характеристиками ЭПФ после кристаллизации из аморфного состояния [12-14]. Сплав получали закалкой из жидкого состояния (методы спиннингования расплава или планарного литья) [14] в виде ленты толщиной около 40 мкм и шириной около 2 мм при скорости охлаждения расплава около $4 \cdot 10^5$ К/с. Из-за разной скорости охлаждения расплава на контактной (обращенной к закалочному диску) и неконтактной поверхностях ленты при таких условиях закалки формируется аморфно-кристаллическая лента с резкой границей, разделяющей аморфное и кристаллическое состояния на слои, т.е. лента представляет собой слоистый структурный композит (рис. 1). Средняя толщина кристаллического слоя $d_{кр}$ в исходном состоянии после закалки была около 10 мкм. Соотношение $d_{кр}$ и $d_{ам}$ (толщины аморфного слоя) варьировали методом электрохимической полировки с резистивной защитой либо аморфного слоя, либо кристаллического слоя композита.

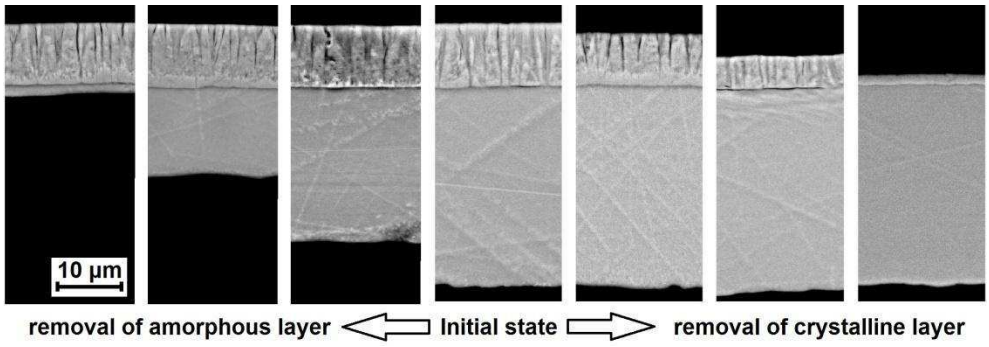


Рисунок 1 - СЭМ-изображение поперечного сечения аморфно-кристаллических композитов с разным соотношением толщин аморфного и кристаллического слоев после электрохимической полировки

Особенностью изготовленных аморфно-кристаллических композитов является то, что они проявляют обратимый ЭПФ (ОЭПФ) изгибом без дополнительной

термомеханической обработки. Этот эффект заключается в следующем: в исходном состоянии при комнатной температуре (ниже $M_к$ – температуры конца прямого мартенситного превращения (МП) в кристаллическом слое) образец имеет прямолинейную форму, а при нагреве выше температуры выше $A_к$ принимает форму, близкую к кольцу радиусом R ($A_к$ - температура конца обратного МП в кристаллическом слое), В дальнейшем при варьировании температуры в интервале МП данный эффект циклично повторяется. На рис. 2 показаны значения R и соответствующей изгибной деформации $\xi = D^*(2R)^{-1}$, где $D= d_{кр}+d_{ам}$, для образцов с разным соотношением $d_{кр}$ и $d_{ам}$.

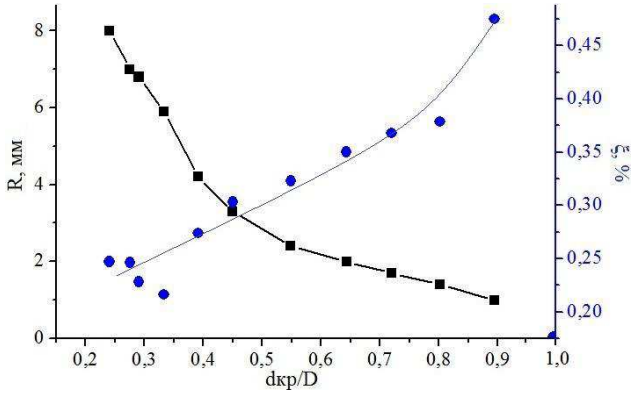


Рисунок 2 - Минимальный радиус изгиба и максимальная изгибная деформация композитной ленты в зависимости от соотношения толщины кристаллического слоя и общей толщины ленты

Применительно к микромеханическим устройствам на основе сплавов с ЭПФ приобретают важнейшее значение временные и энергетические характеристики ЭПФ, в частности, время возврата деформации (время срабатывания элементов с ЭПФ) и необходимая для этого энергия. Для определения временных интервалов восстановления формы аморфно-кристаллической композитной ленты при реализации ЭОПФ использовался оптический затвор с термоприводом, изготовленным из двух отрезков аморфно-кристаллической ленты, соединенных между собой шторкой из металлической (никелевой) фольги с помощью сварки. На термопривод подавался управляющий сигнал путем пропускания одиночного электрического импульса варьируемой длительности с энергией, достаточной для нагрева композитной ленты выше температуры $A_к$. Используемая методика позволяла оценить время открытия оптического затвора Δt, время нахождения в открытом состоянии Δt_1 и время для возвращения в исходное (закрытое) состояние Δt_2. Наименьшее достигнутое значение Δt составляло 14 мс при длительности управляющего импульса 1,5 мс, при этом минимальное значение Δt_2 составляло 23 мс. Усилия, генерируемые аморфно-кристаллической лентой при нагреве выше $A_к$, достигали 0,8 мН.

Одним из самых важных свойств, учитываемых при разработке устройств многократного действия на основе материала с ОЭПФ, является циклическая стойкость материала. Проведенные исследования (около 50000 циклов) не выявили заметного уменьшения величины обратимой деформации.

Аморфно-кристаллическая лента из сплава $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$ была использована для создания микромеханического инструмента (микропинцета). С этой целью из композитной ленты формировались два функциональных элемента шириной 0,4 мм, зауженными с одной стороны до приблизительно 50 мкм. Затем с помощью микросварки эти элементы соединялись с возможностью изгибаться навстречу друг другу при нагреве, образуя зажимные части (губки) микропинцета (рис. 3). Длина губок и величина зазора микропинцета могут регулироваться в диапазоне от 1,5 до 2,5 мм и от 10 до 500 мкм, соответственно, в зависимости от размера захватываемых микрообъектов. Для управления микропинцетом был выбран серийный тонкопленочный нагреватель M1020 Pt1000 производства Heraues Sensor Technology.

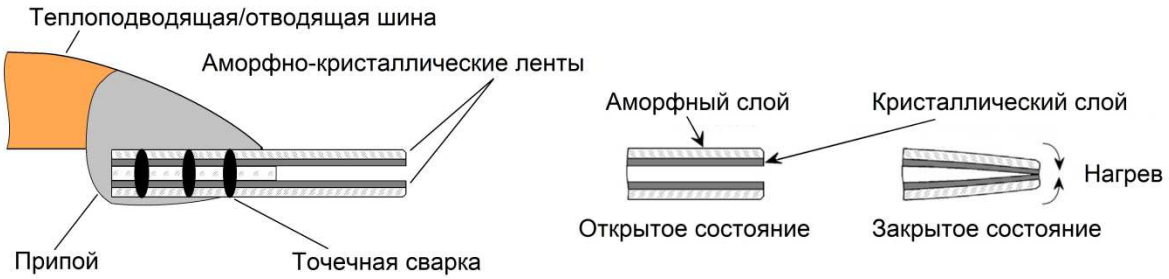


Рисунок 3 - Схематическое представление микропинцета на основе аморфно-кристаллического композита с ОЭПФ

Для демонстрации процесса манипулирования микрообъектами микропинцет крепился на механический 3D-манипулятор, позволяющий перемещать микропинцет с точностью до 2 мкм. В качестве объектов манипулирования были использованы филаменты графитовой нити диаметром от 5 до 25 мкм. Видеосъемка процесса производилась с помощью оптического микроскопа (рис. 4). С помощью разработанного микропинцета продемонстрирован полный технологический процесс манипулирования микрообъектом: захват – удержание – перенос – освобождение.



Рисунок 4 - Процесс манипулирования филаментом графитовой нити

Список литературы

[1] S. Wilson et al. Mater. Sci. Eng. R 56 (2007) 1-129.

[2] K. Otsuka, X. Ren, Prog. Mater. Sci. 50 (2005) 511-678.

[3] J.M. Jani, M. Leary, A. Subic, M.A. Gibson, Mater. Des. 56 (2014) 1078-1113.Tomozawa M. and Miyazaki S., J. Intell. Mater. Syst. Struct., vol. 17, pp. 1049-1057, 2006.

[4] B. Kim, M.G. Lee, Y.P. Lee, Y. Kim, and G. Lee, Sens. Actuators A, vol. 125, pp. 429-435, 2006.

[5] A. Nespoli, S. Besseghini, S. Pittaccio, E. Villa, and S. Viscuso, Sens. Actuators A, vol. 56, pp. 149-160, 2010.

[6] M. Kohl, Shape memory microactuators (microtechnology and MEMS), Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 2010.

[7] P. Lega, V. Koledov, A. Orlov et al. Advanced Engineering Materials., vol. 19(8), 1700154 (10 pp.), 2017.

[8] Zakharov D., et al. // Physics Proc. 2010. V. 10. P. 58–64.

[9] Fu Q., Luo J.K., Flewitt A.J., et al. // Smart Mater. Struct. 2007. V. 16. P. 2651-2657.

[10] Shelyakov A.V., Sitnikov N.N., Menushenkov A.P., et al. // J. Alloys Compd. 2013. V. 577. P. S251–254.

[11] Freed Y., Aboudi J. // Int. J. Solids Struct. 2009. V. 46. P. 1634-1647.

[12] *Chang S.H., Wu S.K., Kimura H.* // Intermetallics. 2007. V. 15. P. 233.

[13] *Park S., Oh J., Kim Y., Nam T.* // Mater. Sci. Eng. 2006. V. A 438–440. P. 695.

[14] Shelyakov A.V., Matveeva N.M., Larin S.G., in: F.Trochu, V. Brailovski (Eds.), Shape Memory Alloys: Fundamentals, Modeling and Industrial Applications, Canadian Inst. of Mining, Metallurgy and Petrolium. 1999. P. 295 -303.

ВЛИЯНИЕ УЛЬТРАЗВУКА НА МОРФОЛОГИЮ МЕТАЛЛ-ОРГАНИЧЕСКИХ КАРКАСОВ

Критченков И.С.[1], Критченков А.С.[2], Рубаник В.В. [3], Рубаник В.В. (мл.) [3]
[1]Санкт-Петербургский государственный университет, г. Санкт-Петербург, Россия, ilya.kritchenkov@gmail.com
[2]Российский университет дружбы народов, г. Москва, Россия, platinist@mail.ru
[2]Институт технической акустики НАН Беларуси, г. Витебск, Беларусь, ita@vitebsk.by

Металл-органические каркасы (МОК) являются полимерными структурами, состоящими из ионов металлов, связанных органическими молекулам (лигандами). Эти материалы представляют собой микропористые структуры с размером пор в единицы нанометров. Характеризуются высокой идентичностью пор, большой площадью поверхности, высокими значениями пористости. МОК могут образовывать пространственные одно-, двух- или трехмерные структуры, при этом выбор металла, лиганда и метода синтеза определяют структуру каркаса, геометрию пор и их свойства [1].

Благодаря высокой пористости и наличию внутренних каналов МОК успешно применяются, как сорбенты для хранения газов и других веществ, как правило, органических молекул. Путем подбора металлов и лигандов возможно производить «настройку» размеров и функциональности пор. Это открывает путь к получению селективных сорбентов для разделения веществ по размерам, полярности и пространственной конфигурации. МОК и композиты на их основе также могут применяться в качестве светоизлучающих устройств, сенсоров, фотоэлектрических преобразователей, фотохимических преобразователей, катализаторов и др. [2].

Чаще всего МОК получают ростом из перегретых водных, органических или водно-органических растворов (сольвотермальный метод), в которых растворены лиганд и соединение металла. Также находят применение и новые методы получения МОК, такие как: механохимический синтез, электрохимический синтез, синтезы при микроволновой и ультразвуковой обработке. При этом, метод синтеза существенно влияет на морфологию (размеры, форму) получаемых МОК [3].

В данной работе объектом исследования является медный МОК Cu_3BTC_2, в котором катионы меди Cu^{2+} связаны бензол-1,3,5-трикарбоновой кислотой в разветвленную трехмерную структуру. Cu_3BTC_2 является широко используемым сорбентом, характеризуется высокой удельной поверхностью и пористостью [4]. Несмотря на большой интерес к этому МОК, вопрос влияния ультразвуковой обработки на его морфологию пока мало изучен [5]. Более того, в имеющихся работах получение Cu_3BTC_2 велось без использования основания (например, щелочи или амина), как инициатора реакции, что дает продукт с меньшими, чем при его использовании, значениями пористости и удельной поверхности и требует большего времени синтеза [6-11].

Нами синтез осуществляется в водно-спиртовой смеси при комнатной температуре в течении 5 минут (схема 1). Инициатором реакции служила щелочь (NaOH). Данный подход к получению МОК сочетает в себе простоту реализации, экономичность и экологичность (все компоненты легкодоступны в ценовом отношении и нетоксичны). Более того, деградировавшие в ходе их использования образцы Cu_3BTC_2 могут быть регенерированы из растворения в разбавленной кислоте (HCl), с последующим их выделением при добавлении щелочи (NaOH). Синтез Cu_3BTC_2 по этому методу велся, как при ультразвуковой (УЗ) обработке реакционной смеси, так и без нее. Все полученные образцы МОК были изучены методами элементного анализа и ренгентофазового анализа (РФА). Далее методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) была изучена их морфология.

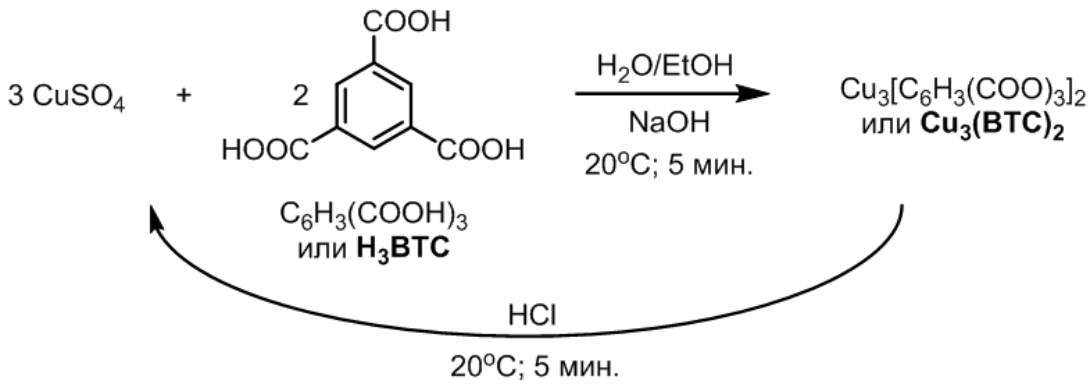
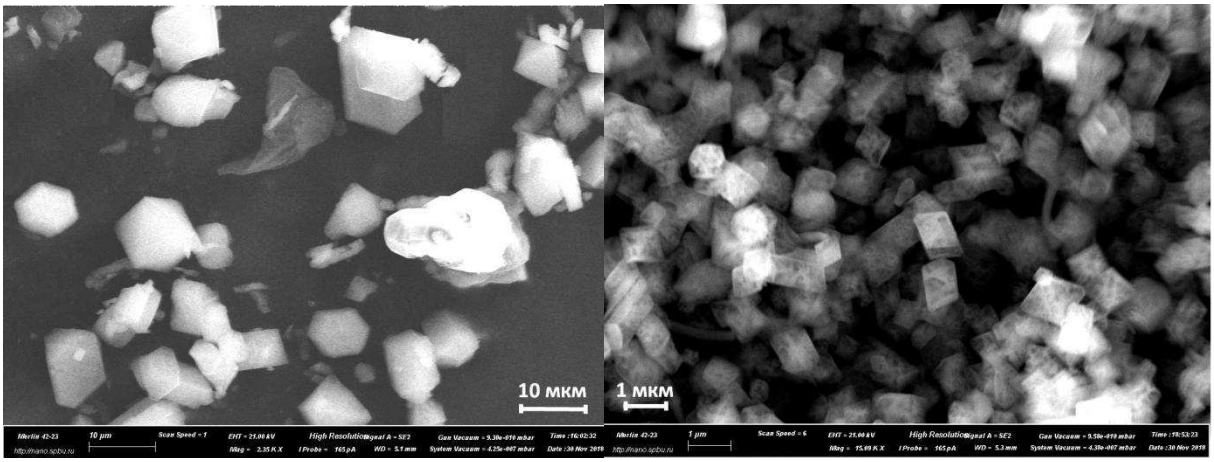


Схема 1 - Реакция получения МОК Cu_3BTC_2

В ходе выполнения данной работы установлено, что при отсутствии УЗ обработки типичный размер кристаллов МОК составляет 5-10 мкм (рис. 1). При проведении синтеза при воздействии ультразвука эти размеры уменьшаются примерно на порядок, до 0,5-1 мкм (рис.1). Столь существенно влияние непродолжительного (5 мин.) воздействия ультразвука может быть объяснено ускорением диффузии реагентов и увеличением числа центров кристаллизации.



а б

Рисунок 1 - Фотографии (СЭМ) образцов Cu_3BTC_2 при увеличении полученных без УЗ обработки (а) и под ее воздействием в течение 5 мин. (б)

Мощность (400 Вт), амплитуда (20 мкм) и частота (28 кГц) воздействующего ультразвука, как и применяемый волновод (d = 10 мм) и глубина его погружения, были фиксированными во всех экспериментах. Длительность УЗ обработки составляла 1, 5, 10, 20, 40 мин. Температура реакционной смеси поддерживалась в пределах 11°С (в отсутствии воздействия ультразвука), путем термостатирования сосудов с реакционной смесью холодной проточной водой. В случае применения УЗ обработки температура реакционной смеси поднималась от изначальной (11°С) до 19°С (1 мин.), 33°С (5 мин.), 36°С (10 мин.) и 37°С (20 мин. и 40 мин.).

При длительности воздействия ультразвука в 1 мин. наблюдалось образование кристаллов размерами 0,5-1 мкм, с заметным количеством более крупных включений, размерами 3-10 мкм. Существенной разницы при воздействии ультразвука в течении 5 и 10 мин. не наблюдалось, и в обоих случаях образовывались, в основном, частицы размерами 0,5-1 мкм. При 20 мин. УЗ обработки появлялись незначительные признаки деградации образцов, при 40 мин. наблюдалась существенная деградация образцов (судя по данным СЭМ и РФА).

Для образцов, полученных без воздействия ультразвука и при УЗ обработке в течение 5 и 10 мин. данные элементного анализа и РФА исследований полностью совпадают с расчётными и литературными, что позволяет говорить о получении этими

методами чистых образцов Cu_3BTC_2. Путем измерения сорбции N_2 при 77К были получены значения удельной поверхности по методу БЭТ (Брунауэр, Эммет, Теллер) в 1726 $м^2/г$ и 1655 $м^2/г$ (для образца без УЗ обработки и при ее применении в течении 5 мин., соответственно) свидетельствуют о высоком качестве полученных образцов (типичные для Cu_3BTC_2 значения находятся, в зависимости от качества образца, в интервале 1000-2000 $м^2/г$).

Таким образом, применение ультразвуковой обработки при синтезе образцов МОК Cu_3BTC_2 позволяет существенно (на порядок) уменьшить размер получаемых частиц. При этом длительность воздействия ультразвука должна быть сопоставима с длительностью самой реакции (в случае примененного метода примерно 5 мин.), дальнейшее ее увеличение может привести к деградации образца. В перспективе необходимо будет изучить влияние температуры, концентраций, типы растворителей и инициаторов на морфологию и качество получаемых МОК. Подбор условий синтеза с целью получения микро- и наноразмерных образцов Cu_3BTC_2 позволит получить эффективные сорбенты с большими значениями удельной поверхности и высокой доступностью пор МОК во внутреннем объеме.

Литература

1. Lu, W. *et al.* Tuning the structure and function of metal-organic frameworks via linker design. *Chem. Soc. Rev.* 43, 5561–5593 (2014).
2. Zhu, Q. L. & Xu, Q. Metal-organic framework composites. *Chem. Soc. Rev.* 43, 5468–5512 (2014).
3. Topologies, M. O. F., Stock, N. & Biswas, S. Chem. Rev. 2012, 112, 933–969.pdf. 933–969 (2012). doi:10.1021/cr200304e
4. Cook, T. R., Zheng, Y. R. & Stang, P. J. Metal-organic frameworks and self-assembled supramolecular coordination complexes: Comparing and contrasting the design, synthesis, and functionality of metal-organic materials. *Chem. Rev.* 113, 734–777 (2013).
5. Safarifard, V. & Morsali, A. Applications of ultrasound to the synthesis of nanoscale metal-organic coordination polymers. *Coord. Chem. Rev.* 292, 1–14 (2015).
6. Jiang, X. *et al.* Ultrasonic synthesis of the microporous metal–organic framework Cu3(BTC)2 at ambient temperature and pressure: An efficient and environmentally friendly method. *Mater. Lett.* 63, 78–80 (2008).
7. Khan, N. A. & Jhung, S. H. Synthesis of metal-organic frameworks (MOFs) with microwave or ultrasound: Rapid reaction, phase-selectivity, and size reduction. *Coord. Chem. Rev.* 285, 11–23 (2015).
8. Israr, F. *et al.* Synthesis of porous Cu-BTC with ultrasonic treatment: Effects of ultrasonic power and solvent condition. *Ultrason. Sonochem.* 29, 186–193 (2016).
9. Armstrong, M. R. *et al.* Particle size studies to reveal crystallization mechanisms of the metal organic framework HKUST-1 during sonochemical synthesis. *Ultrason. Sonochem.* 34, 365–370 (2017).
10. Abuzalat, O., Wong, D., Elsayed, M., Park, S. & Kim, S. Sonochemical fabrication of Cu(II) and Zn(II) metal-organic framework films on metal substrates. *Ultrason. Sonochem.* 45, 180–188 (2018).
11. Abbasi, A. R., Rizvandi, M., Azadbakht, A. & Rostamnia, S. Controlled uptake and release of imatinib from ultrasound nanoparticles Cu3(BTC)2 metal-organic framework in comparison with bulk structure. *J. Colloid Interface Sci.* 471, 112–117 (2016).

ГОРЯЧАЯ ПЛАСТИЧЕСКАЯ ДЕФОРМАЦИЯ СПЛАВОВ ТИТАНА

Лебедева Н.В., Барахтин Б.К.
НИЦ «Курчатовский институт» - ЦНИИ КМ «Прометей»,
г.Санкт-Петербург, РФ, npk3@crism.ru

ВВЕДЕНИЕ

В определении условий обработки металлов давлением метод моделирования ключевых операций с построением карт процесса считается одним из перспективных [1].Целью работы является исследование рассеяния механической энергии с построением карты процесса после горячего сжатия двухфазного сплава титана.

МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ И ПОЛУЧЕННЫЕ ДАННЫЕ

Для моделирования ключевой технологической операции – горячего сжатия, использован деформационный дилатометр ДИЛ 805 А/Д. Прибор позволяет документировать зависимости σ(ε) в истинных координатах при нагружении усилием до 25 кН и деформации до 0,35. Сжатие цилиндрических Ø5х10 мм образцов термически упрочняемого титанового сплава ВТ23 мартенситного класса $[Al]_{экв}$ = 6,5% и $[Mo]_{экв}$ = 8,1% с двухфазной (α+β) структурой выполнялось в интервале температур 800-1000°С со скоростями от 10^{-3} до 10 $с^{-1}$.

Обработка данных и построение карты процесса выполнены с помощью реологической модели Прасада [2], согласно которой в изотермических условиях вводимая со скоростью έ механическая энергия в каждый момент времени рассеивается внутри образца переносом тепла (G) и микроструктурными изменениями (J).

Эффективность рассеяния энергии в структуре оценивается параметром η(έ,Т), который изменяется в интервале (0,1) или (0, 100%) и рассчитывается по формуле:

$$\eta(\acute{\varepsilon},T) = 2m/(m+1) \qquad (1)$$

где m – чувствительность материала к скорости деформации, определяемая по зависимости:

$$m = [\partial(\ln \sigma)/\partial(\ln \acute{\varepsilon})\varepsilon,T] \qquad (2)$$

В терминах нелинейной динамики (синергетики) коэффициент η(έ,Т) интерпретируется как относительная скорость производства внутренней энтропии (меры беспорядка), максимальное значение которой соответствует упруго-вязко-пластичной среде с полной релаксацией напряжений без фактора упрочнения.

Коэффициент η(έ,Т) рассчитывается по результатам механических испытаний при вариации температур и скоростей деформации. Распределение значений η(έ,Т) в поле параметров (έ,Т) отображается в форме карт, построенных в линиях постоянных уровней.

После сжатия образцы приобретали вид бочки, в которой наибольшее стеснение создается в центральном объеме как в условиях прокатки в ручьевых валках или ковки в штампах, закрытых с двух сторон [3].

В форме и макроструктуре образцов произошедшие изменения фиксировались с помощью светового стереомикроскопа «Дискавери».

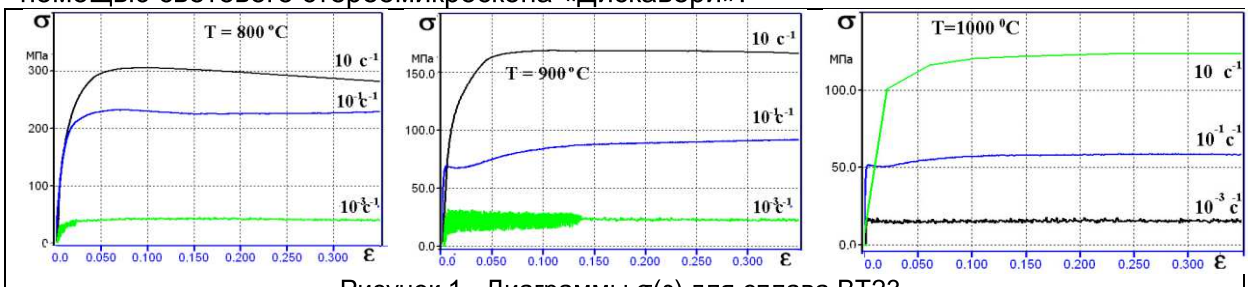
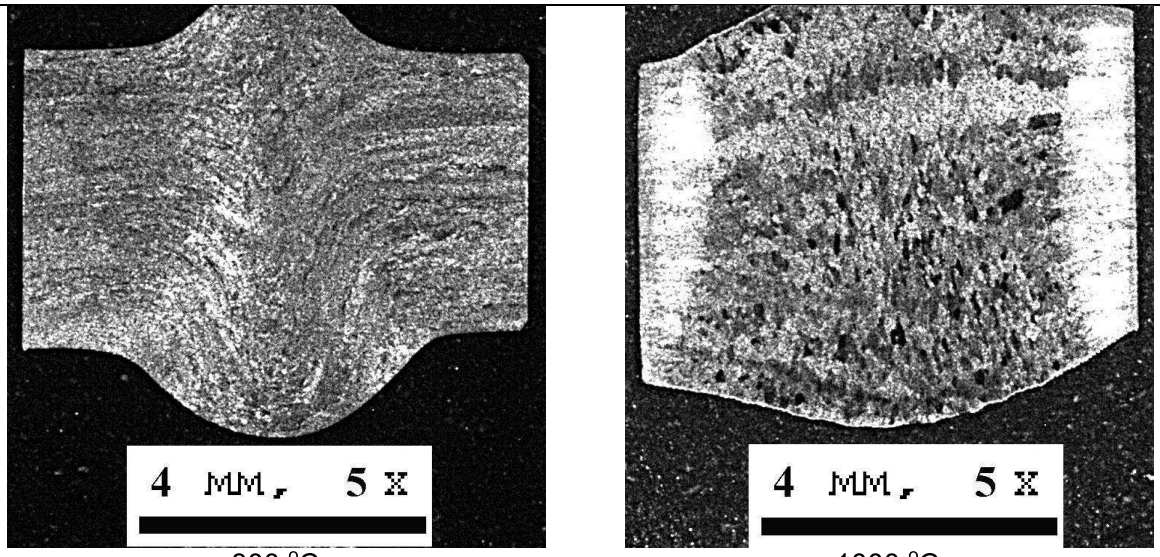


Рисунок 1 - Диаграммы σ(ε) для сплава ВТ23.

Установлено, что в условиях структурно-фазового превращения, которое по данным дилатометрического анализа происходит в интервале температур 800-900 °С,

кристалли-ческое строение металла наименее устойчиво при скорости сжатия $\dot{\varepsilon} = 10^{-1}$ с$^{-1}$. Вид кривых σ(ε) подтверждает сказанное. Например, при этой скорости рост температуры деформации от 800 до 900 °С сопровождается вначале снижением сопротивления деформации с 220 до 75 МПа, но через некоторое время возрастает до 90 МПа и далее поддерживается на этом уровне.

Узкий температурный интервал и плавная (эволюционная) кинетика превращения подтверждаются изменением формы деформируемых образцов в зависимости от условий сжатия (рис.2).



800 °С 1000 °С

Рисунок 2 - Пример образцов после горячего пластического сжатия при указанных температурах

По данным механических испытаний построена карта η(lgε, Т) процесса (рис.3) с линиями постоянных уровней для значений коэффициентов эффективности рассеяния механической энергии.

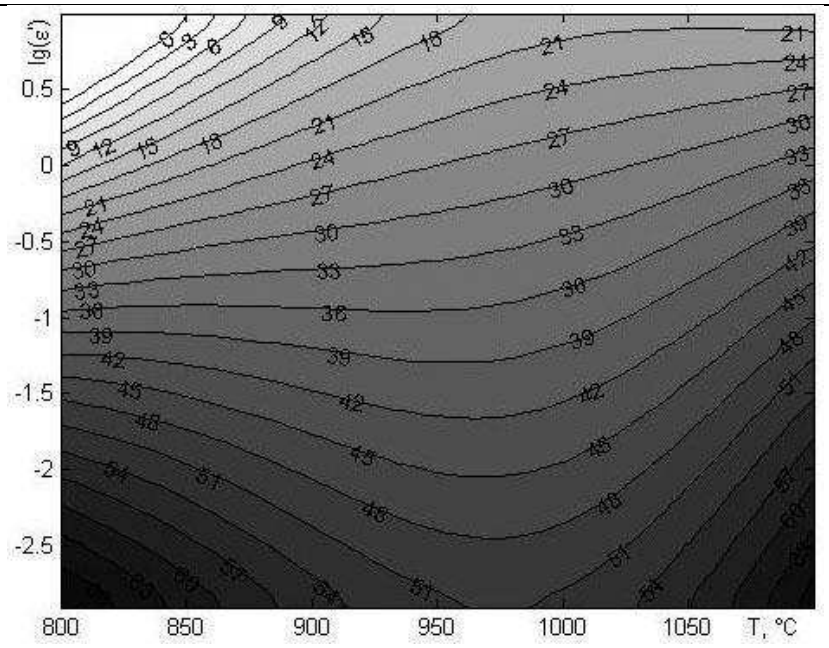


Рисунок 3 - Карта процесса по данным горячего пластического сжатия сплава ВТ23

Карта показывает, что при сжатии сплава ВТ23 со скоростью 10^{-1} с$^{-1}$ (lgε = -1) в интервале температур 800-900 °С за счет структурно-фазового превращения

рассеивается до 38% вводимой механической энергии. Этот режим позволяет организовать производительный процесс обработки давлением с сохранением некоторого запаса прочности формуемой детали. Но большая пластичность металла может быть реализована при деформации со скоростями 10^{-3} $с^{-1}$ и менее, где значения коэффициента η≥60%.

ВЫВОДЫ

1. Проведены испытания титанового двухфазного сплава ВТ23, имитирующие обработку давлением со скоростями сжатия от 10^{-3} до 10 $с^{-1}$ в интервале температур 800-1000°С.
2. Установлена взаимосвязь температурно-скоростных условий горячей пластической деформации и механического поведения деформируемого металла.
3. По данным механического поведения сплава построена карта процесса, с помощью которой можно выбрать режимы обработки сплава в зависимости от вида производимой продукции.

Экспериментальные исследования выполнены на оборудовании Центра коллективного пользования научным оборудованием «Состав, структура и свойства конструкционных и функциональных материалов» НИЦ «Курчатовский институт» - ЦНИИ КМ «Прометей» при финансовой поддержке государства в лице Минобрнауки в рамках соглашения № 14.595.21.0004, уникальный идентификатор RFMEFI59517X0004

ЛИТЕРАТУРА

1. Б.К.Барахтин / Термопластические технологии в машиностроении. Термомеханическая обработка сталей и сплавов для судостроения / Б.К.Барахтин, Н.В.Лебедева, С.Н.Лебедева, Г.А.Панова. - СПБ.: Изд-во ГМТУ, 2018.- 95 с.

2. Hot Working Guide A Compendium of Processing Maps Edited by Y.V.R.K. Prasad, S. Sasidhara. Department of Metallurgy Indian Institute of Science: Bangalore, 2004.- 560 p.

3. Орыщенко А.С., Малышевский В.А., Барахтин Б.К., Варгасов Н.Р., Немец А.М. Методология проведения пластометрических испытаний конструкционных металлов и сплавов. Справ.-метод. рук-во по применению уник. оборудов. ЦКП ФГУП «ЦНИИ КМ «Прометей» «Состав, структура и свойства функц. и конструкц. материалов».- СПб.: Изд-во ФГУП «ЦНИИ КМ «Прометей», 2010.- 86 С.

ЗАВИСИМОСТЬ СОСТАВА АЭРОГЕЛЕЙ NiO ОТ УСЛОВИЙ СИНТЕЗА

Страумал Е.А.
ИФАВ РАН, Черноголовка, Россия, lenochka.chg@gmail.com

Оксид никеля – NiO – является крайне интересным объектом как для лабораторного изучения, так и для технологического применения. NiO широко используется в различных химических реакциях, таких как риформинг метана с помощью CO_2, окисление сероводорода до серы и некоторых других.

Аэрогели оксида никеля, как большинства металлооксидных аэрогелей, получаются из неорганических солей по широко известному эпоксидному методу, включающему несколько ключевых стадий: образование золя, превращение золя в гель и суперкритическую сушку (СКС). Очевидно, что растворители, использованные как для приготовления золя, так и для проведения сверхкритической сушки, должны оказывать существенное влияние на получаемый аэрогель. Однако в литературе отсутствуют систематические данные об исследовании влияния растворителей (использованных на каждой из стадий) на структуру и состав получаемых аэрогелей.

В данной работе были приготовлены аэрогели оксида никеля с использованием различных растворителей на стадии формирования золя (метанол, метил- и этилцеллозольвы, этиленгликоль) и на стадии СКС (CO2, изопропанол, метанол, ацетон, этилацетат и метил-трет-бутиловый эфир). Было показано, что подбирая пару растворитель золя/растворитель СКС, можно существенно влиять как на фазовый, так и на химический состав получаемого аэрогеля, а также изменять удельную поверхность материала в широких пределах (от 45 $м^2/г$ до 480 $м^2/г$).

ЭВОЛЮЦИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ МНОГОСЛОЙНЫХ КОМПОЗИТОВ СИСТЕМЫ TI-AL, ПОЛУЧЕННЫХ РАЗЛИЧНЫМИ ТЕХНОЛОГИЯМИ

Желтякова И.С., Коржов В.П.
Институт физики твёрдого тела РАН, г. Черноголовка, Россия,
terekhova@issp.ac.ru

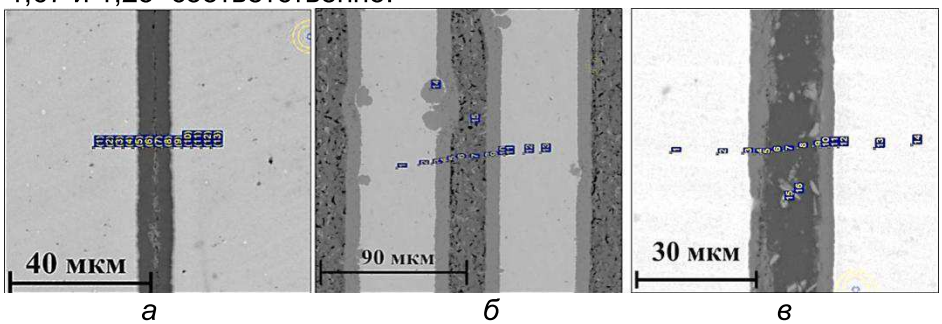
Многослойные композиты систем Ti-Al и Ti-Me/Al-Si могут рассматриваться в качестве жаропрочных конструкционных материалов и характеризуются высокой удельной прочностью, отличными антикоррозионными свойствами и хорошей жаропрочностью при температурах до 800°С. Такие композиты обладают такими позитивными свойствами как малая плотность и небольшие удельные напряжения при работе деталей в центробежных условиях. Их получали 2 технологиями: диффузионная сварка под давлением (ДС) плюс термическая обработка (ТО) и ДС плюс холодная прокатка, с последующей ДС и ТО. Термообработки в вакууме при температуре 850°С в течение 5 и 10 часов проводились с целью исследования термической стабильности полученных структур композитов для всех видов образцов. Изготавливали образцы 2 видов: первые - с чередованием фольг титана и алюминия (1 и 2 серия), вторые – с чередованием фольг сплавов титанового и алюминиевого (3 серия), отличавшиеся только соотношением толщин слоев исходных компонентов. Морфологически титановый сплав состоял из 80 % титана, 10% циркония, 5% ниобия и 5% молибдена, а алюминиевый сплав содержал алюминий (осн.элемент) и 2 масс.% кремния.

Для исследования структуры композитов использовались растровая электронная микроскопия и рентгеновский спектральный анализ (РСА).

Микроструктурные исследования, включающие получение изображений объектов во вторичных и обратно-рассеянных электронах и РСА, выполнялись на цифровых электронных сканирующих микроскопах Tescan VEGA-II XMU и CamScan MV230 при ускоряющем напряжении 20 кВ и токе электронного зонда 200 пА на образце кобальта. Размер электронного зонда – 0,16 мкм.

Рассмотрим, как изменяется слоистая структура во время приготовления и обработки на примере 1 ой серии МК системы Ti-Al.

Первую серию многослойных композитов собирали из чередующихся фольг титана и сплава алюминия с 2 % кремнием, отличавшихся отношением t_{Ti}/t_{Al}: 5,0−5,5; 2,5−3,0 и 1,25–1,67, где t_{Ti} и t_{Al} – толщина Ti- и Al-фольг соответственно. Собранные пакеты спекали под давлением в 2 этапа, потом отжигали при температуре 850°С в течение 5 и 10 часов. Первый этап сварки проходил при температуре не превышающей температуру плавления алюминия, для схватывания двух компонентов пакета, а 2 этап - при температуре не выше 1050°С для образования новых интерметаллидных соединения между титаном и алюминием.На рис.1 представлены микроструктуры многослойных Ti/Al-композитов после ДС при низкой температуре 510°С в течение 5 ч под давлением 1,6 МПа. Пакеты собирались из Ti-фольг толщиной 50 мкм и фольг сплава Al−2 масс.%Si различной толщины: 20, 30 и 40 мкм для t_{Ti}/t_{Al}, равных 2,50; 1,67 и 1,25 соответственно.

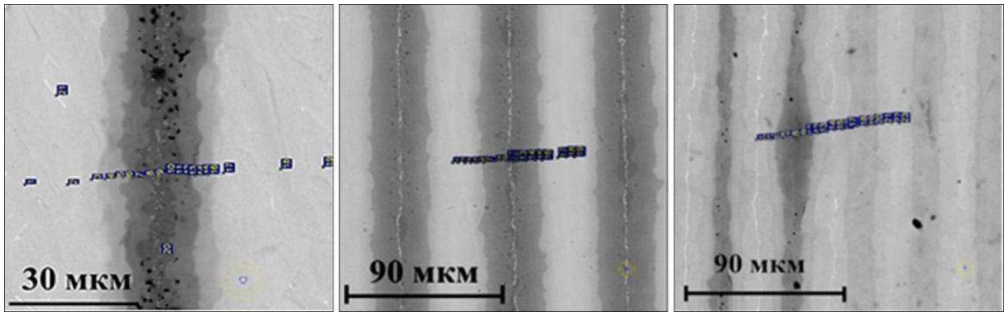


а *б* *в*

Рисунок 1 - Микроструктура и концентрационные профили композитов после ДС при 510ºС и давлении 1,6 *МПа* в течение 5 *ч*: t_{Ti}/t_{Al} = 2,50 (*а*); 1,67 (*б*) и 1,25 (*в*)

В течение первого этапа сварки на границе между титаном и сплавом Al−Si наблюдалось образование интерметаллического соединения $TiAl_3$. При отношении t_{Ti}/t_{Al} = 2,50 сплав израсходовался полностью, образовав слой толщиной 9 мкм из соединения $TiAl_3$. В композитах с меньшими отношениями t_{Ti}/t_{Al} [или с большими толщинами исходных фольг (Al−Si)-сплава] после сварки на месте фольг (Al-Si)-сплава наблюдались 2-фазные области, состоящие из трёх прослоек, различающихся по цвету и по толщине:Средние прослойки 2-фазных областей – это неиспользованный сплав (Al−Si). Они − темного цвета, имеют светло-серые вкрапления. Две крайние прослойки серого цвета по составу соответствуют интерметаллиду $TiAl_3$, содержащему до 5 ат.% кремния. В композите с толщиной фольги из сплава (Al−Si), равной 20 мкм, в процессе ДС при 510ºС после 5 ч сплав полностью расходовался на образование соединения $TiAl_3$. Толщина слоя соединения равнялась ~9 мкм, что достаточно близко к толщине (Al−Si)-фольги, из которой собирался пакет. В композитах из (Al−Si)-фольг толщиной 20 и 30 мкм диффузионные зоны состояли из наружных прослоек соединения $TiAl_3$ и слоя неиспользованного (Al−Si)-сплава посередине.

Все композиты после низкотемпературной сварки подвергались ДС при 1050°С сначала в течение 15 мин без давления и затем в течение 15 мин под давлением 10 МПа (рис. 2).



а *б* *в*

Рисунок 2 - Микроструктура и концентрационные профили композитов после второй ДС при 1050ºС, 15 *мин* без давления + 15 *мин* при 10 *МПа*: t_{Ti}/t_{Al} = 2,50 (*а*); 1,67 (*б*) и 1,25 (*в*)

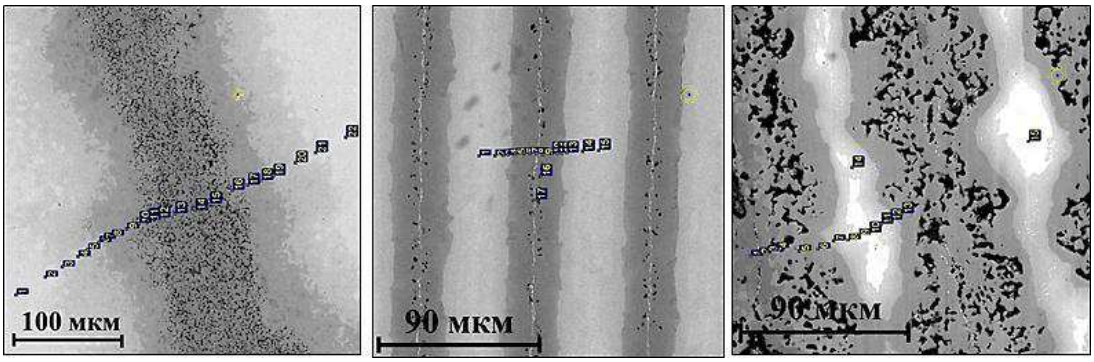
Структура композитов состояла из чередующихся слоев твердого раствора алюминия в титане и не однофазных по световому контрасту диффузионных зон – аллюминидов титана.

После второго этапа сварки в структуре композита, полученного из пакета с фольгами сплава Al−Si толщиной 20 мкм, слои, наследовавшие Ti-фольги, содержали 10 ат.% Al (см. рис.2, *а*). На месте слоя алюминия образовался слой, разросшийся до 25 мкм и состоящий из 3 интерметаллических соединений титана с алюминием: Ti_3Al – прослойки светло-серого контраста на границах с твердым раствором Al в α-Ti, $TiAl_2$ – середина диффузионной области наиболее темная по контрасту с ~60 ат.%Al и прослойки TiAl, расположенные между Ti_3Al и $TiAl_2$. В соединениях TiAl и $TiAl_2$ присутствовали мелкие «включения» черного цвета, которые можно отнести к порам Киркендала.

Многослойный композит с отношением t_{Ti}/t_{Al} = 1,67 имел постоянную структуру из чередующихся слоев светлого и серого контрастов одинаковой толщины ~30 мкм. Светлые слои содержали алюминий в количестве от 20−22 в середине до ~32 ат.% вблизи слоя серого цвета,что соответствовало соединению Ti_3Al. В сером слое концентрация алюминия изменялась от 48 до 60 ат.%. Таким образом, согласно диаграмме состояний Ti−Al на отрезке 38 мкм и в интервале концентраций от 20 до 60 ат.% Al фазовый состав композита изменялся в последовательности: [(α-Ti) + Ti_3Al] → Ti_3Al → [Ti_3Al + TiAl] → TiAl.

Композит с t_{Ti}/t_{Al} = 1,25 имел немного другое изменение структуры. Если в левой части рисунка (см. рис.2,*в*) последовательность фазовых областей полностью совпадала с композитом, у которого отношение t_{Ti}/t_{Al} равнялось 1,67, то в правой части рисунка наблюдались две фазы в последовательности: (α-Ti) → [(α-Ti) + Ti_3Al] → Ti_3Al. По результатам ЛРСА композит имел структуру, состоящую из соединений Ti_3Al и TiAl, хрупких по своей природе.

Микроструктуры поперечного сечения композитов 1ой серии после 5 часового отжига показаны на рис. 3.



а *б* *в*

Рисунок 3 - Микроструктура и концентрационные профили композитов после дополнительного 5-ти часового отжига при 850°C: t_{Ti}/t_{Al} = 2,50 (*а*), 1,67 (*б*) и 1,25 (*в*)

Микроструктура композита с отношением t_{Ti}/t_{Al} = 1,67 внешне не изменилась. Но, если до отжига концентрация алюминия в сером слое изменялась от 48 до 60 ат.%, захватывая три области диаграммы Ti−Al, то после отжига интервал концентраций уменьшился до области существования только одного интерметаллического соединения TiAl с 50−55 ат.%Al.Остался прежним и набор фаз [(α-Ti) и Ti_3Al] в светлых слоях, мало изменились концентрации алюминия в середине и вблизи границы со слоем TiAl.

Зато композиты с отношениями t_{Ti}/t_{Al} 2,50 и 1,25 претерпели внешние изменения, связанные с появлением большого количества темных включений, которые ассоциируются с порами Киркендала. При практически одинаковых масштабах структуры размер пор в композите с минимальным отношением t_{Ti}/t_{Al} был значительно больше, чем в композите с отношением, равным 2,50. Но фазовые составы обоих композитов остались без изменения. В композите с t_{Ti}/t_{Al}, равным 2,50, имеем: (α-Ti) с ~10 ат.%Al, Ti_3Al (21−30 ат.%Al), TiAl (47−53 ат.%Al) и $TiAl_2$ (58−68 ат.%Al). Композит с минимальным отношением t_{Ti}/t_{Al} отличается от двух первых композитов:

− во-первых, присутствием фазы с наибольшим содержанием алюминия $TiAl_3$ – точки анализа с ~75 ат.%Al (рис. 5.3,*в*) и,

− во-вторых, очень малым количеством светлой фазы, идентифицируемой как твердый раствор алюминия в α-титане.

Наблюдая эволюцию микроструктур можно констатировать, что структуры композитов стали соответствовать тому, какими они должны быть при 850ºC. Наиболее стабильной представляется структура композита с отношением t_{Ti}/t_{Al}, равным 1,67. На протяжении последних трех вариантов приготовления и последующих термических обработок структура этого композита практически не менялась, а фазовый состав не распространялся дальше области существования TiAl. После 10-часового отжига его элементный состав стабилизировался в интервале концентраций 35−40 ат.%Al, что укладывалось в 2-фазную область Ti_3Al + TiAl (см. диаграмму Ti−Al, рис. 5.4). Второй интервал концентраций (см. рис. 5.5,*б*), 14−25 ат.% алюминия, попадал в фазовую область (α-Ti) + Ti_3Al.

Работа выполнена в рамках программы Президиума РАН «Наноструктуры: физика, химия, биология, основы технологий».

ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУР И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ СИСТЕМЫ Nb-Si, ПОЛУЧЕННЫХ ГИП

Строганова Т. С.*, Прохоров Д. В.*, Карпов М. И.*, Внуков В. И.*, Гнесин Б. А.*, Гнесин И. Б.*, Желтякова И. С.*, Самохин А. В., Логачев И. А.*****

**Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, stroganova@issp.ac.ru*

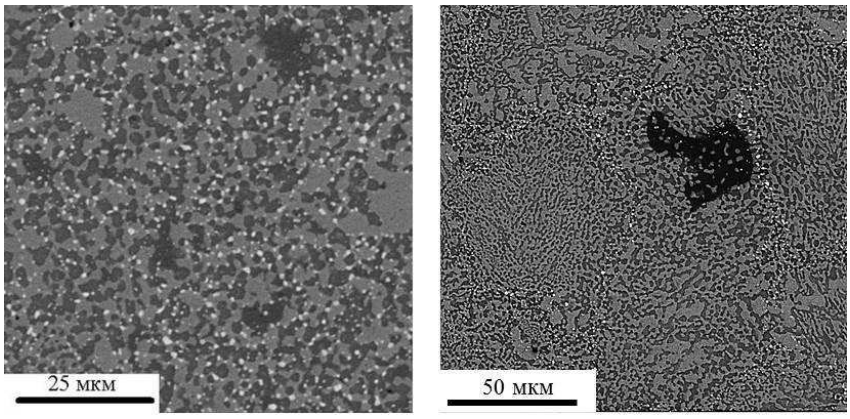
***Институт металлургии и материаловедения РАН, г. Москва*

****ОАО Композит, г. Королев*

В качестве высокотемпературных сплавов нового поколения рассматриваются эвтектические сплавы на основе диаграммы Nb-Si с комплексным упрочнением силицидами. Исходным материалом для исследования были слитки сплава состава Nb-9Mo-13Ti-4Hf-4Zr-4Al-4Cr–15Si (ат. %), полученные методом бестигельной индукционной плавки во взвешенном состоянии (левитационная плавка). Данные слитки подвергались дроблению сначала в стальной прессформе до частиц, размеры которых не превышали 350-400 мкм, и последующему размолу в планетарной шаровой мельнице в среде аргона. Полученные таким методом порошки были разделены с помощью вибросит на три фракции до 25 мкм, 25-50 мкм и более 50 мкм. Порошки 25-50 мкм и 50+ мкм подверглись ГИП в титановых гильзах при температуре ~1400±10°С. После извлечения из капсулы, слитки сплавов имели диаметр 12 мм и длину 45-50 мм.

Кратковременные механические испытания проводили по схеме трех-точечного изгиба в температурном диапазоне от комнатной до 1300°С в вакуумной камере установки INSTRON 1195 со скоростью нагружения 0,5 мм/мин. Образцы для проведения испытаний с размерами 2×3×20 мм вырезали из слитков электроэрозионным способом. Ползучесть сплавов исследовали при трех-точечном изгибе в температурном интервале 1150-1200°С в атмосфере аргона.

На рисунке 1 представлены структуры образцов сплавов, приготовленных из смеси дисперсностью 25-50 мкм (далее NbSi(25-50)) и более 50 мкм (далее NbSi(50+)), после ГИП. По данным рентгеноспектрального микроанализа структуры образцов состояли из дисперсных выделений оксидов гафния HfO_2 размером до 10 мкм (область белого контраста), преимущественно распределенных вдоль границ зерен и размеры которых сравнимы с дисперсностью порошковой смеси, твердого раствора на основе ниобия Nbтв.р-р. (область серого контраста) и силицидной составляющей Nb_5Si_3 (область темно-серого контраста). Соотношения структурных составляющих HfO_2/ Nbтв.р-р. / Nb_5Si_3 составили 2/40/58 и 6/45/49 об. % для сплавов NbSi(25-50) и NbSi(50+), соответственно.



а) б)

Рисунок 1 – Микроструктура сплавов NbSi(25-50) (а) и NbSi(50+) (б) после ГИП

Средние значения предела прочности на изгиб σ при комнатной температуре составили 490 МПа для обоих сплавов. Из данных рисунка 2 видно, что характер изменения величины кратковременной прочности от температуры испытания у обоих сплавов аналогичен и линейно падает с ростом температуры испытания. У образцов

сплава NbSi(25-50) прочность падает с 450 МПа при T=1150°C до 150 МПа при T=1300°C. У образцов сплава NbSi(50+) – с 580 МПа при T=1150°C до 190 МПа при T=1300°C.

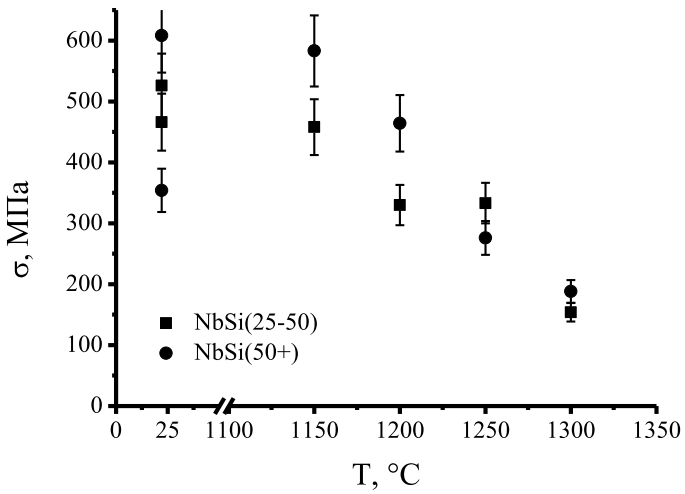


Рисунок 2 – Зависимость предела кратковременной прочности от температуры испытания

Наиболее интересными являются результаты испытания на высокотемпературную ползучесть, представленные на рисунке 3. У сплава NbSi(25-50) 100-часовая прочность (величина напряжения, вызывающая деформацию 1% за 100 часов) имеет величину 67 МПа при 1150°C и 43 МПа при 1200°C. В то же время у сплава NbSi(50+) более высокие значения 100-часовой прочности: 81 Мпа и 70 МПа, соответственно при 1150°C и 1200°C.

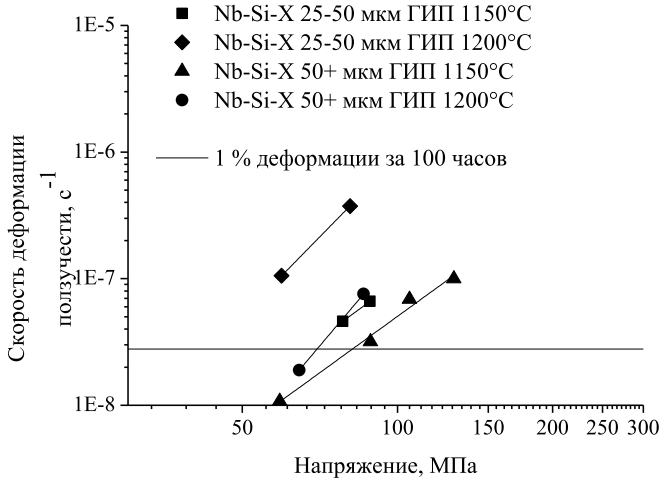


Рисунок 3 – Зависимость скорости деформации ползучести от напряжения для сплавов NbSi(25-50) и NbSi(50+)

Работа выполнена в рамках государственного задания ИФТТ РАН и Программ РАН «Наноструктуры: физика, химия, биология, основы технологий».

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ОБОСНОВАНИЕ МЕХАНИЗМА ИЗМЕНЕНИЯ СТРУКТУРНО-ХИМИЧЕСКИХ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПРИРОДНЫХ АЛМАЗОВ ПРИ ВОЗДЕЙСТВИИ МОЩНЫХ ЭЛЕКТРОМАГНИТНЫХ ИМПУЛЬСОВ

Анашкина Н.Е.[1], Бунин И.Ж.[1], Хачатрян Г.К.[2]

[1]ФГБУН Институт проблем комплексного освоения недр им. академика Н.В. Мельникова Российской академии наук (ИПКОН РАН), Москва, Россия, bunin_i@mail.ru

[2]ФГБУ Центральный научно-исследовательский геологоразведочный институт цветных и благородных металлов (ЦНИГРИ), Москва, Россия

В настоящее время россыпные алмазоносные промышленно значимые месторождения Северо-Востока Якутии разрабатываются с применением методов гравитационной, магнитной, рентгенолюминесцентной и жировой сепарации. Проблемы обогащения этих месторождений связанны с низкой долей люминесцирующих алмазов, а также повышенным содержанием ожелезненных кристаллов и индивидов с высокими содержаниями включений, что влияет на гидрофобность алмаза. В России и за рубежом проводится широкий комплекс исследований по использованию нетрадиционных (немеханических) высокоэнергетических методов воздействия на минералы и минеральные суспензии с целью повышения контрастности физико-химических и технологических свойств минералов и, как следствие, эффективности разделения минеральных компонентов при обогащении руд сложного вещественного состава. В процессах переработки алмазосодержащего сырья актуальной задачей является разработка новых эффективных методов повышения качества концентратов и сохранности кристаллов алмазов за счет увеличения контрастности гидрофобных, липофобных, люминесцентных свойств алмазов и минералов породы [1].

В докладе представлены результаты комплексных исследований механизма нетеплового воздействия мощных (высоковольтных) наносекундных электромагнитных импульсов (МЭМИ [2]) на содержание структурных дефектов, структурно-химические и технологические свойства природных алмазов с целью оценки эффективности применения МЭМИ в процессах обогащения алмазосодержащих руд и россыпей.

Материалы и методики исследований. Исследования проводили на кристаллах природных технических алмазов класса крупности –2 +1 мм из триасовых россыпей участка Булкур (Нижне-Ленский район, северо-восточная часть Сибирской платформы; коллекция алмазов Ю.М. Сибирцева, ФГУНПП "Аэрогеология").

Обработку алмазов высоковольтными наносекундными видеоимпульсами проводили на воздухе при стандартных условиях и следующих параметрах электроимпульсного воздействия: т (фронта импульса) ~ 1-5 нс, т (длительность имп.) ~ 50 нс, U (амплитуда имп.) ~25 кВ, $E \sim 10^7$ В·м$^{-1}$, частота повторения импульсов 100 Гц, энергия в импульсе ~0,1 Дж, диапазон изменения времени электроимпульсной обработки $t_{\text{обр}}$ – 10 – 150 с.

Фазовые и структурные примеси кристаллов алмаза исследовали методом ИК-спектроскопии на спектрометре Nicolet-380 с микроосветительной приставкой фирмы Karl Zeiss в диапазоне 400 – 4000 см$^{-1}$. Морфологические и структурно-химические свойства поверхности кристаллов алмазов изучали методами аналитической электронной микроскопии (РЭМ-РСМА, микроскоп LEO1420VP – EDX Oxford INCA Energy 350).

Оценку смачиваемости поверхности алмазов проводили на контактном приборе конструкции В.А.Глембоцкого КП – ЦК5; на основании данных о смачиваемости минеральной поверхности кристаллы классифицировали как гидрофобные или гидрофильные. Флотируемость природных алмазов до и после электромагнитной импульсной обработки изучали методом беспенной флотации в дистиллированной воде без реагентов в трубке Халлимонда.

Результаты исследований и их обсуждение. ИК-спектры алмазов включали несколько систем спектральных линий: полосы поглощения в области 1900 – 2600 $см^{-1}$ обусловлены собственными колебаниями кристаллической решетки алмаза; широкая диффузная полоса с максимумом ~3400 $см^{-1}$ и сопряжённая с ней линия ~1650 $см^{-1}$ связаны с поглощением ОН-групп, входящих в состав адсорбированной воды. Молекулы воды могут входить как в состав минеральных фаз, выполняющих каверны и трещины на поверхности кристаллов алмаза, так и, подобно углеводородам, находится внутри кристалла. Группа линий в области 3700–3600 $см^{-1}$, вероятно, связана с примесями глинистых минералов, заполняющих совместно с оксидами железа каверны, трещины и другие углубления на поверхности кристаллов.

В результате электроимпульсной обработки кристаллов алмазов наблюдались существенные изменения ИК-спектров кристаллов, имеющих на поверхности минеральные плёнки оксидов железа, примазки глинистых минералов и другие примеси, обусловленные длительным нахождением алмаза в экзогенных обстановках. Практически все изученные образцы, в которых обнаружены фазовые примеси, содержащие углеводородные и ОН-группы, лишились этих примесей в результате воздействия МЭМИ. Так, при $t_{обр} \geq 30$ с в ИК-спектрах кристаллов алмаза резко уменьшились интенсивности спектральных линий 2918 и 2849 $см^{-1}$, а также полосы ~3400 $см^{-1}$, обусловленные примесями углеводородов и H_2O соответственно.

По данным РЭМ – РСМА в результате электроимпульсной обработки кристаллов ($t_{обр} \geq$ 30 с) происходило разрушение поверхностных минеральных фаз и отделение их фрагментов размером от 40 до 100 мкм (сульфата кальция, оксидов и гидроксидов железа), что свидетельствует об эффективности применения наносекундных МЭМИ для деструкции и удаления минеральных гидрофильных пленок с поверхности алмазов.

При нетепловом воздействии высоковольтных наносекундных импульсов [2] возможным механизмом деструкции тонких гидрофильных минеральных пленок на поверхности алмазов является процесс (механизм) ***электрического разрушения*** минерального вещества с образованием проводящих микроканалов электрического пробоя диэлектрической пленки из-за протекания тока высокой плотности ~10^7 $А/см^2$. Данный процесс обусловлен интенсивной инжекцией носителей заряда (электронов) из металлических электродов генератора импульсов (и электронов, образующихся в искровых микроразрядах) в тонкую диэлектрическую пленку и массивную подложку кристалла алмаза в условиях воздействия сильных электрических полей (E ~10^7 – 10^9 $В \cdot м^{-1}$) и образованием объемного заряда [3] в системе "алмаз – минеральное образование". С увеличением числа наносекундных импульсов (разрядов), повторяющихся с частотой следования $f \cong 100$ Гц, происходило прорастание канала пробоя, образование новых каналов, что вызывало деструкцию и удаление вторичных минеральных фаз (пленок) с поверхности алмазных кристаллов.

В результате воздействия МЭМИ число гидрофильных алмазов снижалось на 22% (с 45% до 23%), достигая минимума при $t_{обр} \sim 150$ с. Максимальное содержание гидрофобных алмазов отмечалось при электроимпульсной обработке в течение $t_{обр} \sim$ 50 с, а при увеличении $t_{обр}$ число гидрофобных индивидов снижалось. Установлен эффект повышения флотируемости алмазов при увеличении продолжительности предварительной электромагнитной импульсной обработки кристаллов $\Phi(t_{обр})$; максимум наблюдался при $t_{обр} \sim 150$ с. В целом содержание флотируемых кристаллов повышалось на 14% (с 47% до 61%). Максимальное содержание гидрофобных флотируемых алмазов достигалось в результате предварительной импульсной обработки кристаллов в течение первых $t_{обр}$~30 с. Содержание гидрофильных нефлотируемых алмазов существенно уменьшалось после обработки МЭМИ в течение

$t_{обр}$~10-30 с, что свидетельствует о целесообразности применения режимов кратковременных импульсных энергетических воздействий для направленного изменения структурно-химического состояния поверхности, физико-химических и флотационных свойств кристаллов алмазов.

По данным ИК-спектроскопии с преобразованием Фурье в результате электромагнитной импульсной обработки алмазов происходило увеличение концентрации дефектов микросдвиговой природы, представленных межузельными углеродными атомами – плейтлетс или B2, характерными для алмазов с повышенными прочностными свойствами. Данные структурные изменения зафиксированы по *систематическому* увеличению коэффициента поглощения линии ИК-спектра около 1365 $см^{-1}$, обусловленной B2-дефектами, с ростом продолжительности $t_{обр}$. Вместе с тем глубокой структурной перестройки кристаллов алмаза не происходило, а именно, концентрация и распределение азотных центров практически не изменялись. Новые B2-дефекты образовывались, преимущественно, в образцах с повышенным относительным содержанием азотных B-дефектов, составляющим 35-65% от общего содержания примеси азота в кристаллах.

Анализ микротвердости кристаллов алмаза, подвергшихся деформации в природных условиях, показал [4], что центры группы B увеличивают дисперсионную прочность природных алмазов по сравнению с исходным состоянием в 1,75 раза. Нетепловое воздействие МЭМИ не вызывало образования микроповреждений кристаллов алмазов (диагностируемых методами микроскопии), так как напряженность электрического поля пробоя алмаза порядка 10^9 $В·м^{-1}$, т.е. на два порядка превышает напряженность электрического поля *E* в межэлектродном промежутке генератора импульсов.

Проведенные исследования свидетельствуют об эффективности выбора режимов кратковременных импульсных энергетических воздействий для направленного изменения структурно-химических, физико-химических (гидрофобности) и технологических (флотационных) свойств алмазов, содержания структурных дефектов кристаллов, обусловливающих их оптико-спектроскопические и механические свойства. В целом следует сделать вывод о возможности и целесообразности применения МЭМИ для предварительной обработки черновых алмазных концентратов с целью их доводки и очистки поверхности кристаллов алмазов перед операциями липкостной сепарации и флотации.

Список литературы

[1] Чантурия В.А. и др. // Горный журнал. – 2015. – № 3. – С. 67-75.

[2] Чантурия В.А., Гуляев Ю.В. и др. // Доклады РАН. – 1999. – Т. 366. – № 11. – С. 680-683.

[3] Закревский В.А., Сударь Н.Т. // ФТТ. – 2005. – Т. 47. – № 5. – С. 931-936.

[4] Налетов А.М. и др. // Доклады АН СССР. – 1979. – Т. 246. – № 7. – С. 83-86.

ДИСКРЕТНО-ДИСЛОКАЦИОННОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ УЛЬТРАЗВУКОВОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ НА РЕЛАКСАЦИЮ ДЕФЕКТНОЙ СТРУКТУРЫ КОЛОНЧАТОГО ПОЛИКРИСТАЛЛА

Мурзаев Р.Т.
Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, Уфа, Россия, murzaevrt@gmail.com

Ультразвуковая обработка (УЗО) значительно влияет на структуру и свойства кристаллических материалов[1]. Экспериментально установлено, что результат может быть совершенно разным в зависимости от амплитуды (мощности) и частоты используются. В области низких амплитуд колебаний, дислокации не могут сдвинуть с места, происходит только микропластическая деформация [2]. В случае умеренно высоких амплитуд, когда дислокации становятся подвижными, может происходить их перераспределение и аннигиляция. Наблюдаются процессы релаксации внутренних напряжений [1,3]. При ультразвуковом воздействии с высокими амплитудами, превышающими динамический предел текучести, начинается интенсивная генерация дислокаций. Это способствует формированию ячеистой структуры [4], упрочнению материала [1].

Работ, в которых проводилось численное моделирование ультразвукового воздействия на дислокационные системы, мало. В работе [5] было показано, что воздействие ультразвука на дислокационные границы, формирование которых не завершено из-за действия сил сухого трения, приводит к формированию совершенных границ, не создающих дальнодействующих напряжений. В работах [6] методом моделирования было исследовано поведение системы краевых дислокаций в монокристаллах.

Основным недостатком вышеперечисленных работ по моделированию является то, что в них исследуется воздействие ультразвука на дислокационные системы, находящиеся в плоскостях только одной системы скольжения (с максимальным фактором Шмидта), при этом существование других кристаллографических систем (с меньшим фактором Шмидта), по которым также могут скользить дислокации, полностью пренебрегается. В настоящей работе при помощи численного компьютерного моделирования изучается релаксация неупорядоченной системы дислокаций, способных скользить по трем непараллельным системам в отдельно взятом зерне под действием ультразвука. Задача решается в рамках дискретной дислокационной динамики. Данное исследование является продолжением ранее начатых исследований по моделированию воздействия ультразвука на неупорядоченные дислокационные системы в зерне, содержащем неравновесные границы зерен [7-12].

Рассмотрим двумерный поликристалл, состоящий из 3×3 зерен, каждое из которых имеет квадратную форму. Для создания неравновесного состояния границ зерен, характеризующихся дальнодействующими полями напряжений, в центральном зерне вдоль вертикальных границ располагаются стенки прямолинейных краевых дислокаций (см. рис. 1а). В каждом зерне имеется три различных непараллельных системы скольжения. Одна из систем, перпендикулярная вертикальным границам, имеет наивысший фактор Шмидта, а другие две системы скольжения наклонены по отношению к первой под углами 60° и 120°, соответственно. Уравнение движения для *i*-ой дислокации рассматриваемой системы может быть записано в виде:

$$\frac{dx_i}{dt} = B\left(\tau_{us}(t) + \tau_{xy}^{d-d}(x,y)\right)^m \qquad (1)$$

Выражение в скобках представляет собой сумму сдвиговых напряжений, действующих на *i*- ю дислокацию в плоскости скольжения вдоль направления вектора Бюргерса. Первое слагаемое связано с действием внешнего знакопеременного напряжения. Второе слагаемое является суммой сдвиговых напряжений, действующих на *i*- ю дислокацию со стороны всех остальных дислокаций системы. Для проведения

численных расчетов частота колебаний ультразвука была выбрана постоянной и равной 22 кГц. Представленные в данной работе расчеты были проведены для α-Fe.

Действие внешнего знакопеременного поля вызывает значительную дислокационную перестройку, в результате чего дислокации из тела зерна перемещаются в границы зерен. Это особенно заметно в центральном зерне, содержащем неравновесные границы зерен (см. рис. 1). Расчеты показывают, что степень перестройки дислокационной структуры сильно зависит от мощности ультразвука. Зависимость упругой энергии всего поликристалла от времени для различных значений мощности ультразвукового воздействия представлена на рис. 2. Поскольку, как показывают многочисленные предыдущие исследования, значения упругой энергии зависят от конкретного распределения дислокаций в зернах, то для «чистоты численного эксперимента» все расчеты проводились для одной и той же выбранной конфигурации поликристалла, содержащей в каждом зерне 60 случайно распределенных дислокаций.

Как видно из рис. 2, во всех случаях воздействие ультразвука разной мощности на дислокационную структуру приводит к релаксации упругой энергии. При воздействии ультразвуком малой мощности (50 МПа), релаксация структуры происходит не полностью, но за более короткий промежуток времени. При обработке ультразвуком высокой мощности (100 МПа) релаксация происходит медленнее, но глубже. В то время как при средней мощности (75 МПа) достигается наиболее оптимальная скорость релаксации упругой энергии и глубина релаксации структуры. Таким образом, проведенные расчеты показывают, что мощность ультразвука 75 МПа является оптимальной мощностью ультразвука для обработки поликристаллического материала при заданных начальных условиях.

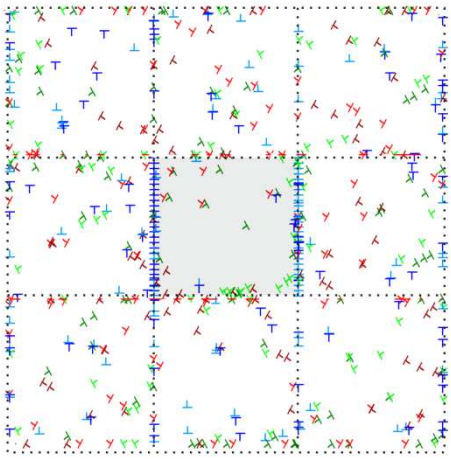


Рисунок 1 - Двумерный поликристалл, состоящий из 3×3 квадратных зерен. Каждое зерно содержит 60 краевых дислокаций. В центральном зерне (выделено серым цветом) неравновесное состояние границ имитируется добавлением в вертикальные границы двух дислокационных стенок. Показана структура после ультразвуковой обработки.

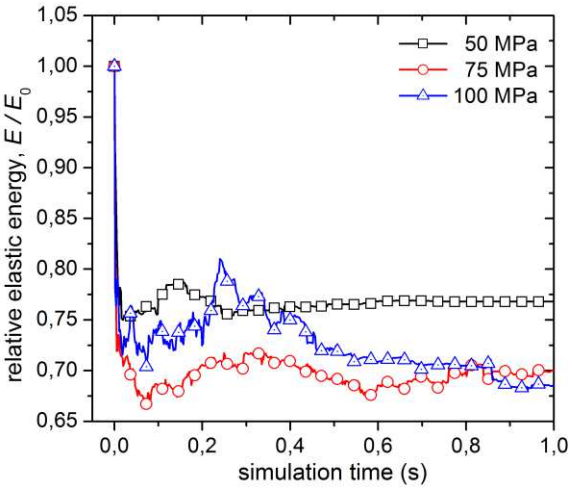


Рисунок 2 - Зависимости упругой энергии от времени, рассчитанная для различных амплитуд ультразвукового воздействия при размере зерен 200 нм

Под воздействием ультразвука дислокации из тела зерна перемещаются в границы зерен. В результате этого происходит компенсация полей напряжений, связанных с неравновесным состоянием границ и, как следствие, релаксация полей напряжений внутри зерна.

Степень релаксации дислокационной структуры зависит от амплитуды внешнего ультразвукового воздействия: чем выше амплитуда, тем меньше дефектов остается внутри зерна и тем больше дислокаций оказывается в границах. В зернах большого

размера релаксация дефектной структуры поликристалла происходит быстрее, чем в материале с более мелкими зернами.

Существуют оптимальная амплитуда, при которой наблюдается максимальное релаксирующее воздействие ультразвука.

Литература

1. В.П. Северденко, В.В. Клубович, А.В. Степаненко. Обработка металлов давлением с ультразвуком, Наука и техника, Минск, 1973.
2. Д. Ниблетт, Дж. Уилкс. Внутреннее трение в металлах, связанное с дислокациями. УФН. 1963. Т. 80. № 1. С. 125187.
3. Гиндин И.А., Волчок О.И., Неклюдов И.М. Релаксация внутренних напряжений в кремнистом железе под действием ультразвуковых колебаний // ФТТ. 1975. Т. 17. В. 3. С. 655-657.
4. Кулемин, *А.В.* Ультразвук и диффузия в металлах. М.: Металлургия, 1978. 200 с.
5. Г.В. Бушуева, Г.М. Зиненкова, Н.А. Тяпунина, В.Т. Дегтярев, А.Ю. Лосев, Ф.А. Плотникова. Самоорганизация дислокаций в ультразвуковом поле Кристаллография, 2008, № 53, С. 507-512.
6. О.В. Абрамов. Воздействие мощного ультразвука на жидкие и твердые металлы, Наука, Москва, 2000.
7. D.V. Bachurin, R.T. Murzaev, J.A. Baimova, A.A. Samigullina, K.A. Krylova. Ultrasound influence on behavior of disordered dislocation systems in a crystal with non-equilibrium grain boundaries, Letters on materials, 2016, № 6, P.183-188.
8. D.V. Bachurin, R.T. Murzaev, A.A. Nazarov A.A., Relaxation of dislocation structures under ultrasonic influence // International Journal of Solids and Structures. 2018. № 3, P. 136-137.
9. Р.Т. Мурзаев, Д.В. Бачурин, А.А. Назаров, Моделирование воздействия ультразвука на дислокационную структуру деформированного поликристалла // Физика металлов и металловедение. 2018. Т. 119. № 10. С. 1050-1060.
10. D.V. Bachurin, R.T. Murzaev, A.A. Nazarov, Ultrasonic influence on evolution of disordered dislocation structures // Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering. 2017. V. 25. № 8. С. 085010.
11. Р.Т. Мурзаев, Д.В. Бачурин, А.А. Назаров, Релаксация остаточной дефектной структуры в деформированных поликристаллах под действием ультразвука // ФТТ. 2017. Т. 118. № 7. С. 655-664.
12. R.T. Murzaev, D.V. Bachurin, A.A. Nazarov, Drift of dislocation tripoles under ultrasound influence // Ultrasonics. -2016. - V. 64. - С. 77-82.

ВЛИЯНИЕ ПРОДУКТОВ КОРРОЗИИ, ВРЕМЕНИ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ ВЫДЕРЖКИ В КОРРОЗИОННОЙ СРЕДЕ И СКОРОСТИ ДЕФОРМАЦИИ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И МЕХАНИЗМ РАЗРУШЕНИЯ СПЛАВА МА14 ПРИ ИСПЫТАНИЯХ НА ВОЗДУХЕ

Полуянов В.А.[1], Мерсон Е.Д.[1], Мягких П.Н.[1], Мерсон Д.Л.[1], Виноградов А.Ю.[2]
1 – НИИ прогрессивных технологий, ТГУ, Тольятти, Россия,
2 – Норвежский технологический университет, г. Тронхейм, Норвегия
vitaliy.poluyanov@gmail.com

1. Введение

В последнее время наблюдается большой интерес к деформируемым магниевым сплавам поскольку они обладают комплексом уникальных физических и механических характеристик. Однако их широкое внедрение ограничено, в том числе из-за их низкой стойкости к коррозионному растрескиванию под напряжением (КРН), механизм которого недостаточно изучен. Распространенным является мнение о том, что КРН магниевых сплавов так же как, например, и ВХ сталей, вызвано влиянием диффузионно-подвижного водорода, который проникает в металл, вследствие, протекающих на поверхности металла, коррозионных процессов [1,2]. Если это так, то КРН магния, также как и обратимая ВХ сталей, должно проявляться не только при механическом испытании непосредственно в коррозионной среде, но и в результате испытания на воздухе после насыщения образца диффузионно-подвижным водородом, например, путем его достаточно длительной выдержки в коррозионной среде. Причем КРН должно проявляться тем сильнее, чем выше концентрация диффузионно-подвижного водорода в металле, которая должна расти с увеличением времени выдержки в коррозионной среде. Кроме того, если в результате выдержки в коррозионной среде диффузионно-подвижный водород проникает в магний и в дальнейшем приводит к развитию КРН по механизму аналогичному обратимой ВХ сталей, то охрупчивание должно усиливаться с уменьшением скорости деформации. Таким образом, целью настоящего исследования было установить влияние времени предварительной выдержки в коррозионной среде и скорости деформации на механические свойства магниевого сплава МА14 при испытаниях на воздухе.

2. Методика исследования

Из прутков промышленного экструдированного магниевого сплава МА14 (таблица 1) путем токарной обработки были изготовлены цилиндрические резьбовые образцы с размером рабочей части 30×6 мм. Испытания проводили по схеме одноосного растяжения при двух различных скоростях деформации $5 \cdot 10^{-6}$ и $5 \cdot 10^{-4}$ $с^{-1}$ в различных условиях: 1) на воздухе, 2) в коррозионной среде, 3) на воздухе после выдержки в коррозионной среде разной продолжительности, 4) на воздухе после выдержки в коррозионной среде и последующего удаления продуктов коррозии.

Таблица 1 – Химический состав сплава МА14, %

Mg	Al	Zn	Ca	Zr	Fe	Cu	Mn	Ce	Nd	Si
Основа	0.002	5.417	0.0004	0.471	0.001	0.002	0.005	0.002	0.003	0.003

Во всех случаях в качестве коррозионной среды использовался водный раствор состава 5 г/л NaCl + 5 г/л $K_2Cr_2O_7$. При испытаниях по варианту №3 сразу после извлечения образцов из раствора, образец протирали бумажным полотенцем для удаления с поверхности остатков жидкости. В экспериментах по варианту №4 продукты коррозии удаляли согласно ГОСТ Р 9.907-2007 путем погружения образца в раствор С.5.4 (200 г CrO_3, 10 г $AgNO_3$, 1000 мл H_2O) и выдержки в нем в течение 1 минуты. Предварительно было установлено, что данная процедура не приводит к растворению металла основы.

3. Результаты и обсуждение

В результате проведенных экспериментов установлено, что при испытании на воздухе образцы, не контактировавшие с коррозионной средой, имеют вязкий излом и показывают достаточно высокое относительное удлинение, составляющее около 30 % и 17% при низкой и высокой скоростях деформации, соответственно, (кривые 1 на рис. 1а и б). При этом в коррозионной среде образцы разрушаются в квази-упругой области диаграммы растяжения, при напряжении порядка 0.7 от предела текучести (кривая 2 на рис. 1а) и показывают на 90% хрупкий излом. В этом случае до разрушения образец находился в коррозионной среде около 90 минут. Образец, выдержанный в коррозионной среде в течение того же времени и затем испытанный на воздухе показал заметно более высокие значения удлинения и прочности (кривая 4 на рис. 1а), которые тем не менее существенно ниже, чем у образца, испытанного на воздухе при той же скорости деформации, но не взаимодействовавшего с коррозионной средой. Как видно на рис. 1 уменьшение времени выдержки в коррозионной среде в 3 раза (до 30 мин) приводит к сильному увеличению пластичности до 15% (кривая 5 на рис. 1а), тогда как в результате увеличения времени выдержки в 8 раз пластичность становится лишь немного ниже, чем при 1.5 часовой выдержке (кривая 3 на рис. 1а). У всех образцов, испытанных на воздухе сразу после предварительной выдержки в коррозионной среде, в периферийной части изломов наблюдается хрупкая кольцевая зона, площадь которой тем больше, чем длительней была выдержка. При испытании на воздухе с высокой скоростью деформации относительное удлинение образцов, предварительно выдержанных в коррозионной среде в течение 1.5 часов, заметно выше, чем при низкой скорости деформации.

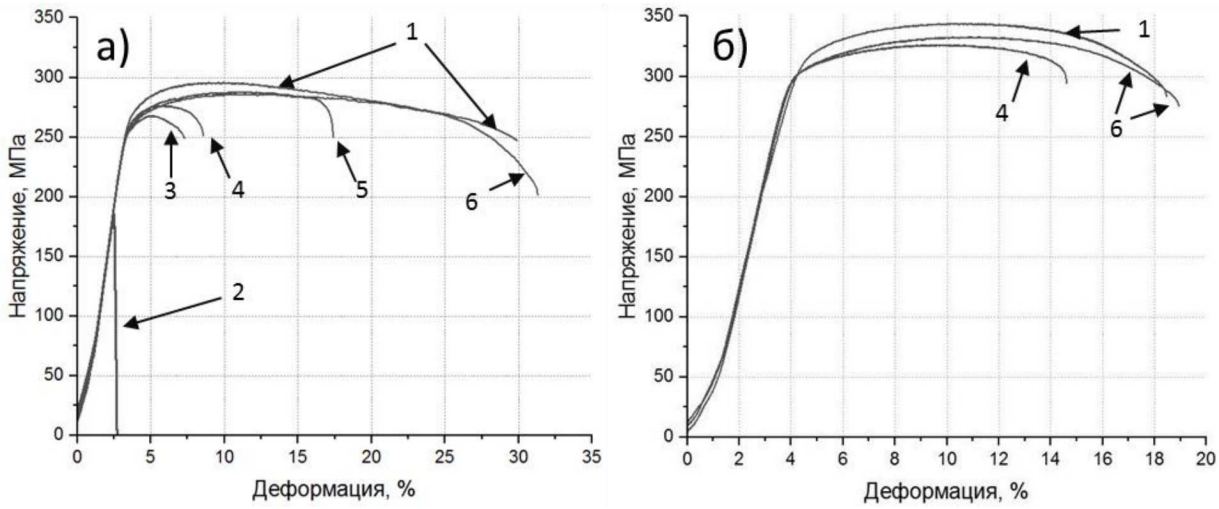


Рисунок 1 – Диаграммы растяжения образцов,
испытанных при скорости деформации $5 \cdot 10^{-6}$ – а) и $5 \cdot 10^{-4}$ $с^{-1}$ – б):
1 – на воздухе без коррозионного воздействия; 2 – в коррозионной среде; 3, 4, 5 – на воздухе с предварительной выдержкой в коррозионной среде в течение 12, 1,5 и 0,5 часов, соответственно; 6 – то же что и 4, но с удаленными продуктами коррозии перед испытанием.

Полученные результаты могут натолкнуть на поспешный вывод о том, что причиной охрупчивания образцов, действительно, является диффузионно-подвижный водород, который попадает в металл в процессе выдержки в коррозионной среде (см. введение). Однако оказалось, что, если сразу после выдержки в коррозионной среде с поверхности образцов удалить продукты коррозии при помощи специального химического раствора, то механические свойства образцов полностью восстанавливаются. При обеих скоростях деформации излом таких образцов вязкий, а механические свойства металла такие же, как у образцов, не подвергавшихся коррозионному воздействию и испытанных на воздухе (кривые 6 и 3 на рис. 1а и б, соответственно). Таким образом, можно заключить, во-первых, что диффузионно-подвижный водород, либо вообще не проникает в исследованный сплав, либо не оказывает охрупчивающего действия, а, во-вторых, что причина охрупчивания

образцов каким-то образом связана с продуктами коррозии. Было установлено, что непосредственно на кромке изломов образцов, предварительно выдержанных в коррозионной среде, наблюдаются продукты коррозии. Трещины в этих образцах не могли возникнуть в процессе выдержки до начала испытания. Можно предположить, что некоторое количество коррозионной среды остается под коркой продуктов коррозии извлечения образцов из раствора. По всей видимости, наличие данной среды и приводит к охрупчиванию материала в процессе последующего испытания на воздухе. Тем не менее, механизм охрупчивающего влияния среды пока не ясен и его выяснение требует дополнительных исследований.

Выводы.

1. Роль диффузионно-подвижного водорода в механизме коррозионного растрескивания под напряжением магниевого сплава МА14 незначительна.
2. С увеличением времени предварительной выдержки в коррозионной среде состава 5 г/л NaCl + 5 г/л $K_2Cr_2O_7$ и уменьшением скорости деформации при последующем испытании на воздухе охрупчивание сплава МА14 усиливается, однако, если непосредственно перед испытанием с поверхности образца удалить продукты коррозии, то его свойства полностью восстанавливаются.
3. Предположительно, причиной охрупчивания образцов в случае их предварительной выдержки в коррозионной среде и последующего испытания на воздухе, является коррозионной среда, оставшаяся в жидком виде между поверхностью образца и пленкой продуктов коррозии.

Работа выполнена при финансовой поддержке РНФ (проект 18-19-00592)

Список использованных источников

1. Atrens A. et al. Stress corrosion cracking (SCC) of magnesium alloys // Stress Corrosion Cracking. Elsevier, 2011. Vol. 13, № 1–2. P. 341–380.
2. Kappes M., Iannuzzi M., Carranza R.M. Hydrogen Embrittlement of Magnesium and Magnesium Alloys: A Review // J. Electrochem. Soc. 2013. Vol. 160, № 4. P. C168–C178.

О ВЛИЯНИИ ЛОКАЛЬНЫХ НАПРЯЖЕНИЙ И КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКОЙ ОРИЕНТАЦИИ ЗЕРЕН НА ПУТЬ РАСПРОСТРАНЕНИЯ ТРЕЩИН КВАЗИ-СКОЛА В НИЗКОУГЛЕРОДИСТОЙ СТАЛИ, ОХРУПЧЕННОЙ ВОДОРОДОМ

Мерсон Е.Д.[1], Мягких П.Н.[1], Полуянов В.А.[1], Мерсон Д.Л.[1], Виноградов А.Ю.[2]
1 – НИИ прогрессивных технологий, ТГУ, г. Тольятти, Россия,
2 – Норвежский технологический университет, г. Тронхейм, Норвегия
Mersoned@gmail.com

1. Введение

Вопрос о природе водородной хрупкости (ВХ) сталей, а также других металлов и сплавов остается открытым на протяжении многих десятков лет. В частности, ведутся дискуссии относительно механизма роста трещин в наводороженных низкоуглеродистых сталях, который приводит к формированию поверхности разрушения с морфологией квази-скола (КС). Помимо относительно плоских террас на поверхности такого типа присутствует большое количество элементов, характерных для вязкого разрушения, таких как: гребни отрыва, полосы и ступеньки скольжения и т.д. [1,2] Данная особенность, а также ряд других экспериментальных фактов, описанных в других работах [3], натолкнула ряд исследователей на мысль о том, что в микромасштабе механизм роста трещин КС имеет вязкую природу, т.е. сопровождается образованием и слиянием микро- или нано-пор [4]. В то же время существует противоположная точка зрения, согласно которой водород тем или иный способом облегчает рост трещин по классическому механизму скола, а элементы вязкого разрушения в изломе являются следствием сопутствующих процессов пластической деформации [5]. Следует, однако, отметить, что рост трещин скола в масштабе одного зерна должен осуществляться вдоль строго определенных кристаллографических плоскостей, тогда как путь вязких трещин в том же масштабе должен скорее определяться полем напряжений и в меньшей степени зависеть от микроструктуры и кристаллографии зерен. Таким образом, целью настоящей работы было установить влияние локальных полей напряжений и кристаллографической ориентации зерен феррита на путь распространения трещин квази-скола в наводороженной низкоуглеродистой стали.

2. Материалы и методика исследования.

При помощи электроискрового станка из горячекатаного листа промышленной низкоуглеродистой стали марки S235JR вдоль направления прокатки были вырезаны прямоугольные плоские образцы в виде пластин размером 60×11×2 мм с центральным сквозным надрезом. Образцы шлифовали, отжигали в вакууме при 950 С° в течение 30 мин для получения крупнозернистой феррито-перлитной структуры и затем полировали при помощи 1 мкм суспензии с финальной электрополировкой поверхности в области надреза.

Механические испытания проводили при скорости деформирования 0,1 мм/мин по схеме одноосного растяжения при помощи универсальной разрывной машины H50KT (Tinius Olsen). Электролитическое наводороживание образца проводили непосредственно в процессе испытания при плотности тока 5 мА/см^2. Для этого на образце, являющимся катодом, была закреплена емкость, заполненная электролитом состава 5% H_2SO_4 + 1,5 г/л тиомочевины, так что электролит полностью покрывал область надреза. На внутренних стенках ячейки была закреплена платиновая проволока, служащая анодом. Электролит заливали в ячейку непосредственно перед началом испытания, которое запускали одновременно с электролизом.

Излом и боковую поверхность образца после разрушения исследовали при помощи сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) SIGMA (Zeiss), оснащенным оборудованием и программным обеспечением для анализа картин дифракции обратноотраженных электронов (EBSD).

3. Результаты.

Фрактографический анализ показал, что вся поверхность разрушения образца имеет морфологию КС (рис. 1а), без каких-либо следов обычного вязкого ямочного рельефа, который характерен для данной стали при тех же условиях испытания, но без наводороживания. При этом особенности КС в данном случае были такими же, как у КС, наблюдаемого на поверхности дефектов типа «рыбий глаз» в изломе этой же стали, но испытанной после предварительного наводороживания [2].

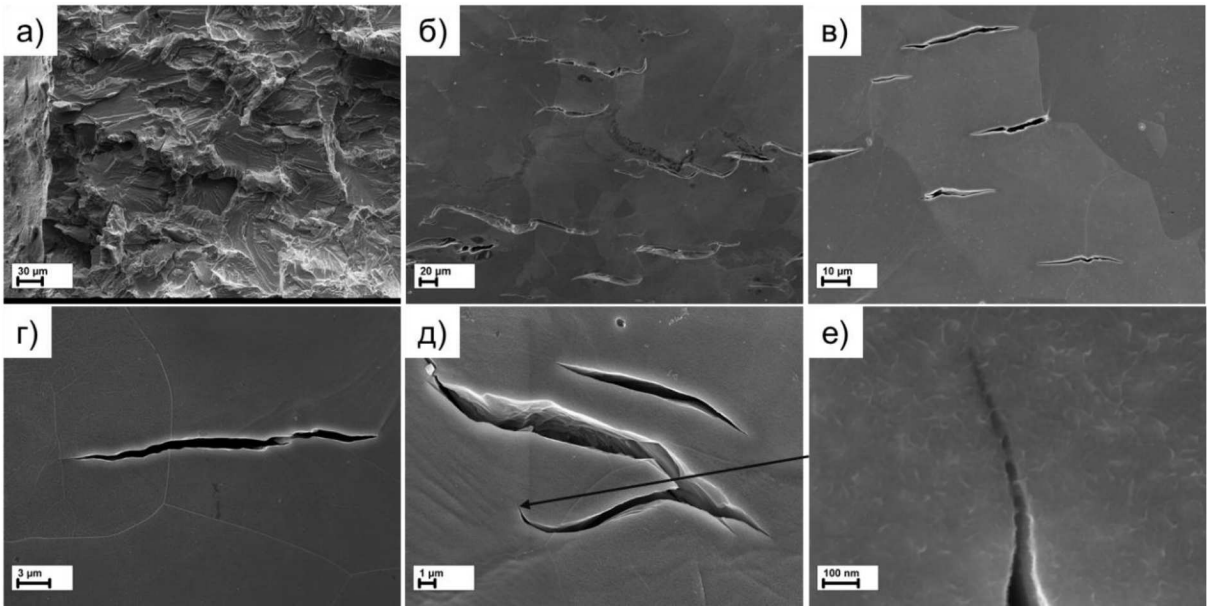


Рисунок 1 – Особенности излома – а) и боковой поверхности – б-е) образца низкоуглеродистой стали, испытанного в процессе наводороживания: а) – фрагмент поверхности разрушения вблизи надреза, б) – искривленные трещины вблизи излома, в) – условно прямые трещины вдали от излома, г) – прямая трещина пересекающая границу зерна, д) – трещины пересекающие границы зерен и изгибающиеся внутри зерна, е) – нанометровые поры в устье одной из трещин, указанной стрелкой

На боковой поверхности образцов в области пластической зоны под изломом наблюдается множество вторичных острых транскристаллитных трещин (рис. 1б-е). При этом за пределами пластической зоны трещины отсутствуют. Трещины, расположенные близко друг к другу, как правило, имеют примерно одинаковую ориентацию относительно оси растяжения (рис. 1б, в). Важно отметить, что те трещины, которые располагаются относительно близко к излому или надрезу чаще всего имеют сильно искривленную форму даже в пределах одного зерна (рис. 1б). В то время как в периферийной части пластической зоны, т.е. вдали от излома и надреза, трещины в большинстве случаев относительно прямые, даже если располагаются близко друг к другу (рис. 1в). Отсюда следует, что поле напряжений от надреза и главной трещины оказывает сильное влияние на форму и путь вторичных трещин.

На рис. 1г, д можно заметить, что трещины могут пересекать границы зерен без заметного изменения направления роста. В то же время в некоторых случаях они плавно изгибаются внутри зерна, формируя волнистый рельеф поверхности разрушения (рис. 1д). Ранее в работе [2] при помощи конфокальной лазерной сканирующей микроскопии похожий профиль рельефа поверхности был обнаружен у некоторых фасеток КС в этой же стали предварительно насыщенной водородом. При помощи метода EBSD установлено, что зерна, в которых наблюдаются плавно искривленные трещины, имеют равномерную кристаллографическая ориентацию. Следовательно, искривление трещин не связано с локальным изменением кристаллографической ориентации зерна. Это означает, что путь распространения данных трещин не привязан жестко к каким-либо кристаллографическим плоскостям, в

отличие от трещин скола, которые в ОЦК железе и сталях растут вдоль плоскостей семейства {001}.

Хотя на первый взгляд рассматриваемые трещины имеют чисто хрупкую внешность, в устьях многих из них обнаружены поры размером порядка от 10-200 нм (рис. 1е). Данные поры образуются в очень тонкой мембранной стенке между внешней поверхностью образца и внутренним объемом трещины. Таким образом, можно заключить, что пластическая деформация и процессы образования и слияния нано-пор являются неотъемлемой частью механизма роста трещин КС в наводороженной низкоуглеродистой стали.

4. Выводы

1. Показано, что основным фактором определяющим путь распространения трещин квази-скола, в том числе, в масштабе одного зерна феррита наводороженной низкоуглеродистой стали являются локальные поля напряжений, в то время как влияние микроструктуры и кристаллографической ориентации зерен имеет второстепенное значение.
2. В устьях трещин квази-скола в наводороженной низкоуглеродистой стали обнаружены поры нано-размера, зарождение и слияние которых, по всей видимости, является неотъемлемой частью механизма роста данных трещин.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект 17-08-01033)

Использованные источники:

1. Merson E.D. et al. Effect of fracture mode on acoustic emission behavior in the hydrogen embrittled low-alloy steel // Eng. Fract. Mech. 2018.
2. Merson E. et al. Quantitative characterization of cleavage and hydrogen-assisted quasi-cleavage fracture surfaces with the use of confocal laser scanning microscopy // Mater. Sci. Eng. A. 2016. Vol. 665. P. 35–46.
3. Lynch S.P. Hydrogen embrittlement phenomena and mechanisms // Corros. Rev. 2012. Vol. 30, № 3–4. P. 63–133.
4. Martin M.L. et al. On the formation and nature of quasi-cleavage fracture surfaces in hydrogen embrittled steels // Acta Mater. 2011. Vol. 59, № 4. P. 1601–1606.
5. Birenis D. et al. Interpretation of hydrogen-assisted fatigue crack propagation in BCC iron based on dislocation structure evolution around the crack wake // Acta Mater. 2018. Vol. 156. P. 245–253.

ОСОБЕННОСТИ ПРОЯВЛЕНИЯ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОГО РАЗЛОЖЕНИЯ В ПОЛЯРНЫХ И ПОЛЯРНО-НЕЙТРАЛЬНЫХ КРИСТАЛЛАХ

Козлова А.П., Козлова Н.С., Забелина Е.В., Быкова М.Б.
НИТУ «МИСиС», Москва, Россия, E-mail: kozlova.ap@misis.ru

Одним из важнейших требований, предъявляемых к кристаллам, использующимся в нелинейной оптике, является оптическая стабильность, которая главным образом, определяется неравновесным состоянием кристалла. Неравновесность кристаллов, может быть вызвана свойствами самого кристалла, его предысторией и условиями эксплуатации. Известно, что нанесение токопроводящих покрытий на поверхности кристаллов полярных срезов приводит к старению и их деградации, а природа электродов заметно влияет на измеряемые электрофизические параметры, но механизм оставался непонятным.

Ранее было экспериментально установлено и теоретически объяснено неизвестное явление электрохимического саморазложения в кристаллах α-$LiIO_3$[1], обусловленное различной химической активностью поверхностей перпендикулярных полярной оси. Данное явление проявляется в возникновении собственной ЭДС и токов короткого замыкания (ТКЗ) без предварительных внешних воздействий на пластинках с нанесенными на поверхности симметричными (выполненными из одинакового материала) электродами. На основании данных исследований было зарегистрировано научное открытие «Явление электрохимического разложения полярных диэлектрических кристаллов» [2].

На установке, предназначенной для исследования токовой термостимулированной спектроскопии, на иодате лития были обнаружены токи короткого замыкания на уровне 10^{-8}–10^{-12} А, наблюдавшиеся всегда, даже если кристалл находился между симметричными электродами, нанесенными на грани {0001}, без предварительной поляризации образцов. ТКЗ наблюдались при использовании любых электродов (применялись электроды из углерода, серебра и индия). После замыкания цепи отмечалось спадание тока во времени t по закону $I=I_0(t/t_0)^{-\alpha}$ до стационарного значения, которое сохраняется длительное время (эксперимент проводился в течение десятков суток). Толщина образца не влияет на стационарное значение тока, а его величина и направление зависят от вида электродов [1]. Исследования температурных зависимостей ЭДС и ТКЗ в иодате лития показали, что электрохимические приповерхностные процессы являются определяющими и игнорирование этого факта может привести к неверной интерпретации экспериментальных результатов [1].

Позднее эти процессы исследовались в различных полярных кристаллах с низкотемпературными фазовыми переходами: сегнетова соль $NaKC_4H_4O_6{\cdot}4H_2O$, триглицин сульфат $(CH_2{\cdot}NH_2{\cdot}COOH)_3{\cdot}H_2SO_4$[1, 3], ниобат лития $LiNbO_3$[1].Образцы вырезались перпендикулярно полярной оси. На поверхности всех образцов наносились индиевые электроды. Для всех образцов, имеющих полярную структуру, наблюдались ТКЗ. Величины ТКЗ различаются для разных кристаллов (Таблица 1), при этом их величина превышает величины пиротоков.

Таблица 1 -Величина ТКЗ в исследованных кристаллах

Кристалл	Точечная группа T = 20 °C	Полярная ось	Тк, °C	ТКЗ, А
$(CH_2NH_2COOH)_3{\cdot}H_2SO_4$	2	[010]	49	$5{\cdot}10^{-11}$–10^{-13}
$NaKC_4H_4O_6{\cdot}4H_20$	2	[010]	–18; +24	$1{\cdot}10^{-12}$–10^{-14}
$LiNbO_3$	3m	[001]	1210	$1{\cdot}10^{-10}$–10^{-14}

В кристаллах даже без внешних воздействий, идут процессы разложения приповерхностных областей кристаллов и электродов. Когда кристалл находится в полярной фазе из-за анизотропии химического потенциала на поверхностях полярных

срезов, скорости этих процессов различны, в результате чего на этих поверхностях выделяются либо разное количество, либо разные по составу продукты разложения.

Нанесение электродов и их короткое замыкание приводит к интенсификации процесса разложения кристалла. Нагрев кристалла, также приводит к дополнительной интенсификации процесса. Это приводит к возникновению разности потенциалов, которая определяет ЭДС этой электрохимической ячейки. Результатом возникновения ЭДС являются ТКЗ. Если полярный кристалл, проходя через точку Кюри, переходит в парафазу, разность потенциалов сохраняется, благодаря выделившимся продуктам разложения электрохимической реакции даже при комнатной температуре.

В последние годы активно исследуются функциональные материалы группы лантан-галлиевого силиката, в которую входят кристаллы, изоструктурные с кальций – галлиевым германатом $Ca_3Ga_2Ge_4O_{14}$, пространственная группа симметрии P321, полярно-нейтральный класс. В ходе данной работы исследовалось проявление явления электрохимического саморазложения в кристаллах лантан-галлиевого силиката $La_3Ga_5SiO_{14}$(лангасит, ЛГС) лантан-галлиевого танталата $La_3Ga_{5,5}Ta_{0,5}O_{14}$ (лангатат, ЛГТ). Эти кристаллы можно отнести к твердым электролитам.

Кристаллы ЛГС и ЛГТ обладают уникальным сочетанием физических свойств, благодаря которым возможно их широкое применение в пьезоэлектронных устройствах − при изготовлении высокотемпературных датчиков физических величин. Главное достоинство этих кристаллов – способность выдерживать высокие температуры и отсутствие фазовых переходов до температуры плавления 1480^{o}C и 1510 ^{o}C, соответственно [4]. Область применения таких датчиков: двигатели внутреннего сгорания, тепловые турбины, двигатели самолетов, водных судов и космических кораблей.

При изготовлении высокотемпературных пьезоэлектрических устройств используются полярные срезы этих кристаллов, на поверхность которых наносят металлические токопроводящие покрытия. Нанесение металлических электродов со временем приводит к деградации поверхности, что в свою очередь сокращает срок эксплуатации изделий, особенно при повышенных температурах. Механизм деградации состояния поверхности полярного среза кристаллов группы лангаситов при нанесении токопроводящих покрытий, а также критические температурные интервалы изменения поверхности мало изучены. Изучение механизмов деградации приповерхностных областей кристаллов и электродов дает возможность корректной интерпретации электрофизических параметров. В настоящее время сведения об электрофизических параметрах ЛГС и ЛГТ достаточно ограничены, диэлектрические характеристики исследованы слабо.

Для эксперимента использовались образцы полярных срезов разной толщины, изготовленные из кристаллов, выращенных методом Чохральского в атмосферах аргон (Ar), аргон с кислородом (Ar+O_2) и воздух. Материал электродов: иридий (Ir), золото с подложкой титана (Au), серебро с подложкой хрома (Ag).

Для исследования процессов взаимодействия токопроводящего покрытия с поверхностями полярного среза кристалла проводились исследования ТКЗ при комнатной температуре и термостимулированных ТКЗ (токовая спектроскопия) на образцах без предварительной поляризацией.

Для измерения ТКЗ высокоомных материалов была собрана установка, образцы с нанесенными на поверхности электродами напрямую подключают к измерителю малых токов. В нашем случае к электрометру «Keithley 6517 A», работающему в режиме измерения токов. После замыкания цепи наблюдается спадание тока до стационарного значения, которое сохраняется длительное время. Затем осуществляется нагрев образцов в линейном режиме со скоростью, не превышающей 2 ^{o}C/мин до заданной температуры с автоматизированной регистрацией измеряемых значений ТКЗ с выведением на компьютер.

Еще при комнатной температуре было установлено, что толщина образца не влияет на стационарное значение тока, а его величина и направление зависят от материала электродов. Из этого следует, что ТКЗ определяется приэлектродными процессами.

Как было показано ранее на других кристаллах [1-3] при взаимодействии

токопроводящих покрытий с поверхностями полярных срезов возникают дефекты и продукты электрохимических реакций, появлением которых обуславливается деградация токопроводящего покрытия. Для изучения данных процессов в кристаллах ЛГС и ЛГТ был использован метод токовой спектроскопии.

Обнаружено влияние атмосферы выращивания кристалла и материала токопроводящих покрытий на характер температурных зависимостей ТКЗ. Данные процессы наиболее активно протекают в кристаллах, выращенных в атмосфере аргона.

Установлено, что ТКЗ зависят от ориентации кристалла: ток не наблюдается на образцах вырезанных параллельно полярной оси, и наиболее силён в образцах, вырезанных перпендикулярно полярным направлениям. Проведенный анализ термостимулированных токов, измеренных при линейном нагревании до 700 ^{o}C, позволил определить энергетический спектр электрически активных дефектов, был проведен расчет энергии активации дефектов в данных кристаллах.

Образцы до и после высокотемпературных измерений были исследованы методами рентгенофазового анализа: были зафиксированы изменения на обеих поверхностях после температурных измерений – образование разных фаз, или одинаковых фаз в разной концентрации. Экспериментальные данные свидетельствуют о том, что деградация поверхности в этих кристаллах начинается при температуре выше 200^{o}C. Наиболее интенсивно идут процессы в области температур 400-500 ^{o}C.

Для подтверждения причин возникновения ЭДС были проведены исследования образцов методом импедансной спектроскопии. Были измерены частотные зависимости относительной диэлектрической проницаемости, адмитанса, тангенса диэлектрических потерь.

Анализ данных, полученных в результате исследования температурных и температурно-частотных зависимостей электрофизических параметров ЛГТ и ЛГС в постоянных и переменных электрических полях, показал, что полярный срез данных кристаллов с нанесенными симметричными электродами представляет собой электрохимическую ячейку[5]. Причиной возникновения ЭДС в этом случае является разность электрохимических потенциалов поверхностей полярного среза кристалла[1].

Литература

[1] Блистанов А.А., Козлова Н.С., Гераськин В.В. Влияние поверхностных состояний на особенности фазовых превращений и формирование структурных дефектов в кристаллах иодата лития. Известия высших учебных заведений. Цветная металлургия. – 1996. – №4. – с. 66-71.

[2] Явление электрохимического разложения полярных диэлектрических кристаллов. Открытие, диплом № 216 , 2002 г. / А.А. Блистанов, Н.С. Козлова, В.В. Гераськин

[3] Blistanov A.A., Geraskin V.V., Kozlova N.S./ The Phenomenon of electrochemical self decomposition in Polar Dielectrics // Ferroelectrics. - 1997. - V.198. - pp.61-66.

[4] Бузанов О.А., Забелина Е.В., Козлова Н.С. Оптические свойства лантан-галлиевого танталата в связи с условиями выращивания и послеростовой обработки // Кристаллография. – 2007. – Т.52. – №4 – С.690-695.

[5] И.М. Анфимов, О.А. Бузанов, А.П. Козлова, Н.С. Козлова Импедансная спектроскопия кристаллов лантан-галлиевого танталата, полученных в различных условиях // Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники. – № 2. –2011. – С. 21-28.

АНАЛИЗ ФАКТОРОВ, ОПРЕДЕЛЯЮЩИХ ОСОБЕННОСТИ МИКРОСТРУКТУРЫ, ФОРМИРУЮЩЕЙСЯ ПРИ СТАРЕНИИ, И КАЛОРИМЕТРИЧЕСКИЕ ЭФФЕКТЫ МАРТЕНСИТНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В НИКЕЛИДЕ ТИТАНА

Рыклина Е.П.
National University of Science and Technology "MISIS", 4 Leninsky prospect, Moscow,119049, Russian Federation
ryklina@tmo.misis.ru

Структурные изменения и фазовые превращения являются ключевым фактором, определяющим функциональные свойства сплавов с эффектом памяти формы (ЭПФ). Термообработка никелида титана с содержанием никеля выше эквиатомного сопровождается выделением избыточной фазы Ti_3Ni_4; этот процесс наиболее интенсивно протекает в интервале температур 400–450°С и оказывает выраженное влияние на стадийность мартенситных превращений и функциональные свойства. Старение в указанном температурном интервале оказывает дестабилизирующее воздействие на аустенит, что проявляется в радикальном обеднении матрицы никелем и приближением ее состава к стехиометрическому. Мартенситными превращениями управляют два конкурирующих процесса: изменение концентрации никеля в матрице, и искажения кристаллической решетки вокруг частиц фазы Ti_3Ni_4, генерирующие внутренние напряжения. Особенности структурообразования при старении изучены достаточно полно. Анализ опубликованных данных позволяет выделить факторы, влияющие на микроструктуру фазы Ti_3Ni_4 (далее «микроструктура старения») и МП.

Характер выделения частиц фазы Ti_3Ni_4 в рекристаллизованной структуре никелида титана зависит от **температуры и времени старения** и может быть как гомогенным, так и гетерогенным. Гетерогенное распределение выделений фазы Ti_3Ni_4 впервые было обнаружено в работе [1] в 1994 г. при исследовании сплава $Ti_{49}Ni_{51}$ и несколько позже в работе [2]. В сплаве Ti−51ат.% Ni гомогенный характер распределения частиц сохраняется при непродолжительном отжиге 425°С, 2 ч и 500°С в течение 0,5−2 ч и сменяется на гетерогенный при увеличении времени отжига до 5 ч [3,4]: при этом частицы фазы Ti_3Ni_4 выделяются преимущественно у границ зерен, дислокациях, включениях оксидов. Аналогичные закономерности формирования микроструктуры старения, определяемые **плотностью распределения дефектов**, наблюдали в работе [5] после старения горячедеформированного сплава Ti−50,5 ат.%Ni при 400°С, а затем в рекристаллизованном сплаве Ti−50,7 ат.%Ni [6,7] в результате старения при 500°С (1 ч) в структуре с размером зерна 12 - 15 мк. Более продолжительная выдержка в течение 10 ч приводит к появлению выделений в теле зерна: при этом остаются довольно протяженные области свободные от частиц [6,7]. Эту особенность авторы объясняют повышенной концентрацией никеля у границ зерен в заэквиатомных сплавах, а также тем, что границы зерен являются энергетически выгодными зонами для выделения частиц с точки зрения уменьшения энергии на границе раздела фазы Ti_3Ni_4 и матрицы. Авторы полагают, что многостадийность мартенситных превращений может быть следствием обеднения матрицы никелем, а микроструктурная неоднородность в распределении частиц в объеме зерна может быть ответственна за многостадийность мартенситных превращений.

Влияние содержания никеля в составе сплава на микроструктуру выделений фазы Ti_3Ni_4 и МП исследовано в работе [8] в сплавах с содержанием никеля 50,6−51,4%. Установлено, что в сплаве Ti−50,6 ат.% Ni в результате старения при 500°С, 1 ч частицы фазы Ti_3Ni_4 выделяются только в приграничной зоне зерна. В сплаве с бóльшим содержанием никеля (50,8−51.0 ат.%Ni) выявлено гетерогенное распределение фазы Ti_3Ni_4 во всем объеме зерна, при этом характер распределения выделений в этих сплавах различается. Установлено, что в сплавах с содержанием никеля 50.6 и 50.8 ат.% Ni длина (диаметр) частиц в центре зерна больше, чем в приграничных областях, но это различие отсутствует в сплаве с максимальным содержанием никеля 51.0 ат.%. По результатам проведенных исследований «*in situ*»

предложена убедительная трактовка МП в условиях их многостадийности, исходя из наличия в объеме зерна зон, отличающихся размером и характером распределения частиц. Эти исследования были продолжены в работе [9], при изучении 3D–размера, морфологии и распределения частиц в зерне сплава Ti–50,8 ат.%Ni с применением методики “slice-and-view”. В этой же работе [9] было обнаружено аномальное двухстадийное B2→R−превращение при исследовании сплавов с содержанием никеля 50,6 и 51,0 ат.%Ni с размером зерна от 6 до 22 мкм. Позже этот эффект был исследован в сплаве Ti−50,8 ат.%Ni с разным размером рекристаллизованного зерна B2−аустенита [10−12] после старения при 250°C, 24 ч. Авторы полагают, что первое B2→R–превращение начинается в приграничных зонах зерна с наиболее мелкодисперсными частицами с высокой плотностью распределения, а второе идет при более низких температурах в центральной зоне зерна. Было установлено, что с измельчением зерна доля первого B2→R−превращения увеличивается; в то же время объемная доля второго B2→R−превращения уменьшается. На основании анализа результатов ДСК авторы предполагают, что размер зерна может влиять на микроструктуру, формирующуюся в процессе старения, и это влияние должно заключаться в уменьшении объемной доли центра зерна с более крупными частицами и низкой плотностью распределения и одновременном увеличении доли приграничных областей с мелкодисперсными частицами и высокой плотностью распределения. При этом плотность (конценцентрация) частиц в приграничных объемах и в центре зерна не должна зависеть от размера зерна. Однако эта гипотеза не подкреплена исследованиями микроструктуры.

Влияние исходной зеренной структуры, полученной путем применения разных схем деформации и режимов последеформационного отжига, на микроструктуру старения и стадийность мартенситных превращений, было изучено в работах [13-15].

Исходная гетерогенность структуры, сформированной в процессе горячей деформации, усиливается в результате старения; распределение и размер частиц фазы Ti_3Ni_4 различаются по границам зерен, приграничных зонах, субграницам субзерен и в теле зерна. При изотермическом отжиге исходной дислокационной и частично аморфизированной структуры (после холодной деформации e=0.6), а также аморфно−нанокристаллической структуры аустенита (после интенсивной пластической деформации e=1.55) процессы старения протекают одновременно с процессами полигонизации и рекристаллизации с выделением высокодисперсных частиц фазы Ti_3Ni_4, присутствие которой определяется только электронографически и рентгенографически, причем рентгенографически она обнаружена впервые [16]. В этой связи следует упомянуть результаты более ранней работы [17], в которой авторы сообщают, что в структуре сплава Ti-50,7ат%Ni с размером зерна аустенита меньше 200 нм фаза Ti_3Ni_4 не выделяется. В микроструктуре, сформированной в результате холодной деформации от умеренной (e=0.6) до интенсивной (e=1.55) после отжига при 430°C в течение 1−10 ч образование B19′–мартенсита подавлено [16]

В работе [14] впервые установлено влияние **размера рекристаллизованного зерна** B2-аустенита на морфологию, размеры и характер распределения частиц фазы Ti_3Ni_4. Рост зерна сопровождается увеличением диаметра частиц во всех зонах зерна но в разных пропорциях, при увеличении размера зерна форма частиц изменяется, переходя от эллиптической к линзовидной. Установлено и объяснено различие в распределении Ni и Ti в структуре с разным размером зерна. При размере зерна 3 мкм распределение элементов по сечению зерна равномерное; в более крупном зерне 9 мкм сегрегация Ni в приграничной зоне становится выраженной и достигает 54%, а содержание Ti уменьшается до 46%. На расстоянии около 1 мкм от границы и далее по всему сечению зерна их соотношение приближается к стехиометрическому.

В структуре с высокой степенью гетерогенности присутствуют все типы МП, присущих стареющим сплавам Ti−Ni. При охлаждении и нагреве они развиваются через промежуточную R-фазу. Прямое B2→B19′−превращение реализуется в крупнозернистой рекристаллизованной структуре с самым крупным зерном и максимальной гетерогенностью в результате старения при 430°С в течение 10 ч и связано с нарушением когерентной связи при образовании большого количества крупных частиц (~350 нм) и обеднением B2−аустенита никелем. Реализация той или иной схемы превращений при нагреве и величина наблюдаемого гистерезиса существенно зависят от развития процессов старения и могут изменяться в широких пределах. Предложена схема, поясняющая привязку разных типов МП к определенным зонам зерна с учетом размера и распределения фазы Ti_3Ni_4.

К прочим факторам, влияющим на микроструктуру и МП следует отнести чистоту сплавов и атмосферу термообработки [18]. Наличие примесей может влиять на МП. Атмосфера, в которой проводится термообработка, может влиять на структуру границы зерна и соответственно, на выделения частиц в приграничной зоне.

Установленные закономерности могут быть использованы для прецизионного управления микроструктурой и стадийностью МП и могут быть положены в основу дополнительных возможностей управлению комплексом основных функциональных свойств никелида титана. Следует заметить при этом, что в случае наблюдаемых многостадийных МП интерпретация пиков мартенситных превращений в каждом случае остается «авторской», а для наиболее надежной трактовки необходимо проводить исследования «*in situ*».

Список литературы

1. Зельдович В.И., Собянина Г.А., Пушин В.Г., Хачин В.Н. ФММ. 1994, 77, 1, с.114-120.
2. Treppmann D., Hornbogen E. and Wurzel D. Journal de physique IV. ICOMAT 95, Part II, Lausanne, Switzerland August 20-25. 1995. P. S8-569 □ S8-574.
3. Журавлев В.Н., Пушин В.Г. Сплавы с термомеханической памятью и их применение в медицине. Изд. РАН, Екатеринбург, 2000 г., 152 с.
4. Пушин В.Г., Кондратьев В.В., Хачин В.Н. Предпереходные явления и мартенситные превращения. Изд. РАН, Екатеринбург 1998, 368 с.
5. Filip P. and Mazanec K. Scripta Mater. 45. 2001. P. 701-707.
6. Khalil-Allafi, J., Dlouhy, A., Eggeler, G. Acta Materialia. 2002. V.50. №17. P.4255-4274.
7. Khalil-Allafi J., Eggeler G., Dlouhy A. et al. Mat.Sci.&Eng. 2004.V.378. P.148-151.
8. Karbakhsh Ravari B., Farjami S., Nishida M. Acta Materialia. 2014. V.69. P. 17–29.
9. Zhou Y., Zhang J., Fan G. et al. Acta Materialia. 2005. V. 53. P. 5365–5377.
10. Wang X., Verlinden B., Van Humbeeck J. Materials Today: Proc. 2015. P. 565–568.
11. Wang X., Kustov S., Verlinden B. Van Humbeeck J. Shape Memory &Superelasticity (2015) 1:231–239.
12. Wang X., Li C., Verlinden B., V.Humbeeck J. Scripta Materialia. 2013. V. 69, №7. P.545–548.
13. Колобова А.Ю., Рыклина Е.П., Прокошкин С.Д. ФММ, 2018, т. 119, №2, с. 144-156
14. E.P. Ryklina, K.A. Polyakova, N.Yu. Tabachkova et al. JALCOM 764 (2018) 626-638/
15. Полякова К.А., Рыклина Е.П., Прокошкин С.Д. ФММ, 2016, т. 117, №8, с. 845-855.
16. Рыклина Е.П., Прокошкин С.Д., Чернавина А.А. Материаловедение. 2012 № 11. с. 23-30.
17. Prokofiev E., Burow J., Payton E. et al. Adv. Eng. Mater. 2010. V. 12. No 8. P. 747-753.
18. Fujishima K., Nishida M., Morizono Y. et al. MSEA, 2006. V. 438–440, p. 489–494.

МОДЕЛЬ ПРЕВРАЩЕНИЯ И ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ СУБСТРУКТУРЫ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ В УСЛОВИЯХ МЕГАПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

Черепанов Д.Н., Соловьёва Ю.В., Старенченко В.А., Липатникова Я.Д.
Томский государственный архитектурно-строительный университет, Томск, Россия, d_n_ch@mail.ru

В работе представлены результаты математического моделирования процессов деформационного измельчения субструктуры металлических монокристаллов. Расширена модель дислокационной кинетики чистых ГЦК-металлов, учитывающая формирование малоугловых границ разориентации, сформулированная нами ранее [1 – 3]. В предлагаемом варианте модели наряду с накоплением малоугловых границ, учитывается формирование большеугловых границ разориентации. Сформулирован физический критерий образования большеугловых границ, на основе которого сконструировано математическое уравнение кинетики накопления плотности большеугловых границ разориентации. В модели учтены процессы первичной и вторичной динамической рекристаллизации.

При построении модели предполагалось, что N дислокационных источников в единице объёма за время Δt испускают порцию в среднем из Δn дислокационных петель, которые образуют скопление на границе зоны сдвига. Время Δt существования скопления определяется скоростью перемещения межузельных атомов, сгенерированных в зоне сдвига, к краевым сегментам дислокационных петель, поскольку переползание краевых сегментов приводит к перестроению дислокационных скоплений в малоугловые дислокационные стенки на границах зон сдвига. Каждый акт перестроения дислокационных скоплений в стенки приводит к снятию обратных полей напряжений и к испусканию источником очередной порции дислокационных петель. В результате такой пульсирующей работы дислокационного источника вокруг него образуются скопления дислокационных стенок, которые вносят определяющий вклад в локальную избыточную плотность дислокаций одного знака, рост которой ведёт к увеличению разориентировки фрагментов. Продолжение деформационного воздействия на фрагментированный металлический материал до мегапластических степеней деформации приводит последовательно к образованию большеугловых границ разориентации, поликристаллизму, измельчению зёрен, динамической рекристаллизации и вторичной фрагментации.

Предполагается, что основным механизмом формирования большеугловых стенок разориентации является перестроение скоплений из некоторого количества n_G малоугловых стенок наклона на границах зон сдвига вследствие того, что их суммарная энергия $\gamma_W n_G$ оказывается выше, чем энергия γ_G большеугловой стенки с разориентировкой, равной суммарной разориентировке $\theta_W n_G$ скопления малоугловых стенок. Таким образом, за время $n_G \Delta t$ каждый дислокационный источник генерирует пару большеугловых границ, и приращения продуктов деформации за этот промежуток времени принимают вид: $n_G \Delta a = n_G S_D b \Delta n N$ для деформации сдвига, производимой петлями, испускаемыми источниками дислокаций; $n_G \Delta c_k = n_G w_k S_D^s c_j b^2 \Delta n N$ для концентраций точечных дефектов k -го типа (межузельных атомов, моно- и би-вакансий); $n_G \Delta \rho_d^v = n_G n_d \ell_d \Delta n N$ и $n_G \Delta \rho_d^i = n_G n_d \ell_d \Delta n N$ для плотностей дислокаций в дипольных динамических конфигурациях вакансионного и межузельного типов; $n_G \Delta \rho_m = n_G P_D \Delta n N$ для плотности сдвигообразующих дислокаций, образующих скопления по периметру зон сдвига; $n_G \Delta N_W = n_G d_W F_e D_e^{-1} S_D w_W^m \Delta n N$ для плотности малоугловых границ (их площади в единице объёма). Здесь использованы обозначения: b – модуль вектора Бюргерса; $S_D = D_s D_e$ и $P_D = (F_e D_s + F_s D_e)$ – средняя площадь, заметаемая дислокационной петлёй и её средний периметр; D_s и D_e – средние диаметры зоны сдвига; F_e и F_s – геометрические факторы; S_D^s – площадь заметаемая винтовыми сегментами; c_j – линейная плотность порогов на винтовых сегментах; w_k - доля генерируемых точечных дефектов k -го типа; n_d и ℓ_d – число элементарных диполей и их средняя длина; d_W – расстояние между дислокациями, образующими малоугловую стенку наклона; θ_W– угол разориентировки, создаваемой малоугловой стенкой наклона; w_W^m – доля скоплений сдвигообразующих дислокаций,

перестраивающихся в малоугловые стенки под воздействием потоков межузельных атомов и сдвигового напряжения.

Для моделирования формирования большеуголовых границ предлагается ввести в рассмотрение плотность большеугловых границ N_G, как их площадь в единице объёма, которая в поликристаллах обратно пропорциональна среднему размеру зерна d_G. Тогда за время $n_G\Delta t$ образуются большеугловые границы с плотностью $n_G = \gamma_G\gamma_W^{-1}$в $n_G = \gamma_G\gamma_W^{-1}$ раз меньшей чем плотность малоугловых стенок, т. е. $\Delta N_G = n_G^{-1}\Delta N_W$.

Здесь впервые предлагается использовать энергетический критерий: $\gamma_G < n_G\gamma_W$ образования большеугловой стеноки из скопления малоугловых стенок наклона. Для средней энергии малоугловых стенок при условии $\theta_W \le \theta_M$ используется уравнение Рида-Шокли

$$\gamma_W = \frac{Gb\theta_W}{2\pi(1-\nu)}\left(1 - \ln\frac{b}{2\pi r_0\theta_W}\right) = \gamma_M\frac{\theta_W}{\theta_M}\left(1 - \ln\frac{\theta_M}{\theta_W}\right), \quad (1)$$

где r_0 – радиус ядра дислокации; ν – модуль Пуасона; $\theta_M \approx 10°$ – максимальный угол разориентировки малоугловых границ; γ_M – максимальная энергия малоугловых границ.

Известные значения γ_G [4] незначительно превышают γ_M, однако малоугловые стенки с максимальной энергией возникают только на поздней стадии фрагментации, поэтому в процессе перестройки в большеугловые границы участвуют малоугловые стенки с энергией значительно меньшей, чем γ_G, что и обуславливает энергетическую выгодность такой перестройки. Число n_G стенок в перестраивающемся их скоплении убывает с ростом γ_W.

В результате перестроек скоплений малоугловых стенок появляется большеугловые стенки с разориентировкой $\theta_G = \theta_W n_G$ и плотностью геометрически необходимых дислокаций

$$\rho_G = \frac{\theta_G}{bd_G} = \theta_G N_G b^{-1} = \theta_W n_G N_G b^{-1}. \quad (2)$$

В экспериментально наблюдаемый средний угол разориентировки, подсчитываемый по формуле

$$\theta = 2\arcsin(0{,}5bD_s\rho_\theta)\,. \quad (3)$$

вносят вклад все дислокации, образующие локально избыточную плотность дислокаций ρ_θ, включая скопления сдвигообоазующих дислокаций, малоугловые и большеугловые стенки.

Для интенсивности генерации (в процессе пластической деформации) большеугловых границ здесь впервые предлагается использовать уравнение

$$\frac{\mathrm{d}N_G}{\mathrm{d}a} = \frac{1}{n_G}\frac{\mathrm{d}N_W}{\mathrm{d}a} = n_G^{-1}d_W F_e D_e^{-1} b^{-1} w_W^m. \quad (4)$$

Превращение и измельчение деформационных субструктур происходит за промежутки времени: $\Delta t\Delta n^{-1}$ – испускания одной петли, Δt – образования малоугловых стенок, $n_G\Delta t$ – образования большеугловых стенок, различающиеся на порядки. Этим промежуткам соответствует формирование хаотической дислокационной субструктуры за время $\Delta t\Delta n^{-1}$, неразориентированной ячеистой субструктуры за время Δt и фрагментированной субструктуры за время $n_G\Delta t$.

Появление поликристаллической субструктуры происходит тогда, когда большеугловые стенки заполняют весь объём материала и начинают взаимодействовать между собой и стенками малоугловых границ.

Вследствие механизмов динамической рекристаллизации плотность границ зёрен уменьшается и начиная с некоторой степени деформации средний размер зерна сохраняется постоянным, хотя в крупных зёрнах происходит вторичная фрагментация и повторяется процесс формирования большеугловых стенок с последующим измельчением субструктуры и динамической рекристаллизацией совокупности зёрен некоторого минимального (для рассматриваемых условий деформирования) диаметра.

Для исследования динамической рекристаллизации методом математического моделирования, как правило, используется уравнение $\dot{d}_G = M_G\Delta F$ для скорости

изменения среднего диаметра зерна, где M_G – мобильность границ зёрен, ΔF- разность между движущей силой миграции границ и силами сопротивления [4].

Учитывая $N_G = d_G^{-1}$ и следствие $2d_G\dot{d}_G = 4b^2\gamma_G D_b^* k_B^{-1}T^{-1}$ из закона собирательной рекристаллизации $d_G^2 - d_G^2(0) = 4tb^2\gamma_G D_b^* k_B^{-1}T^{-1}$ (ширина границы принимается равной $2b$), где D_b^* – коэффициент зёрнограничной диффузии в условиях миграции границ [4], для скорости уменьшения плотности большеугловых границ вследствие динамической рекристаллизации получаем уравнение

$$\dot{N}_G = -d_G^{-2}\dot{d}_G = -N_G^2\dot{d}_G = -2N_G^3 b^2\gamma_G D_b^* k_B^{-1}T^{-1}. \quad (5)$$

Для первичной рекристаллизации со скоростью $\dot{d}_G = \alpha\gamma_G d_G^{-1}M$ получаем

$$\dot{N}_G = -\alpha\gamma_G M_G d_G^{-3} = -\alpha\gamma_G M_G N_G^3. \quad (6)$$

В случае вторичной рекристаллизации зависимость более сложная

$$\dot{N}_G = -\gamma_G M_G d_G^{-2}\frac{d_{кр}-d_{мелк}}{d_{кр}d_{мелк}} = -\gamma_G M_G N_G^2\frac{d_{кр}-d_{мелк}}{d_{кр}d_{мелк}}, \quad (7)$$

и зависит от распределения зёрен по размерам.

В итоге, имеем уравнение кинетики для плотности большеугловых границ

$$\dot{N}_G = \dot{a}n_G^{-1}d_W F_e D_e^{-1}b^{-1}w_W^m - \gamma_G(2N_G^3 b^2 D_b^* k_B^{-1}T^{-1} + \alpha M_G N_G^3 + M_G N_G^2\frac{d_{кр}-d_{мелк}}{d_{кр}d_{мелк}}). \quad (8)$$

В рамках сформулированной модели проведены численные расчеты для меди и никеля без учёта вторичной фрагментации до высокой степени сдвиговой пластической деформации, которую целесообразно называть мегапластической деформацией. Полученные зависимости от сдвиговой деформации для: сопротивления деформированию (кривые упрочнения); среднего размера фрагментов; среднего размера зерен; среднего угла разориентировки; концентраций точечных дефектов; суммарной плотности дислокаций (включая: сдвигообразующие ρ_m; в динамических дипольных конфигурациях ρ_d^v и ρ_d^i; в малоугловых стенках $\rho_W = N_W/d_W$; геометрически необходимые ρ_G); избыточной плотности дислокаций ρ_θ, попадают в полосы, образуемые доверительными интервалами для соответствующих экспериментальных данных, т. е. наблюдается хорошее согласие между данными численного и натурного экспериментов.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда, проект № 17-72-10042.

Список литературы

1. Старенченко В.А., Черепанов Д.Н., Соловьёва Ю.В., Попов Л.Е. Генерация и накопление точечных дефектов в процессе пластической деформации в монокристаллах с ГЦК структурой.// Изв. ВУЗов. Физика.- 2009, № 4, с. 60-71.

2. Старенченко В.А., Черепанов Д.Н., Селиваникова О.В. Моделирование пластической деформации кристаллических материалов на основе концепции упрочнения и отдыха в ГЦК-металлах.// Изв. ВУЗов. Физика.- 2014, том. 57, № 2, с. 4-14.

3. Черепанов Д.Н., Старенченко В.А., Селиваникова О.В. Генерация межузельных атомов в монокристаллах с ГЦК - структурой // Изв. ВУЗов. Физика.- 2015, том. 58, № 4, с. 16-23.

4. Чувильдеев В.Н. Неравновесные границы зерен в металлах. Теория и приложения. – М.: Физматлит, 2004. 304 с.

МОДЕЛИРОВАНИЕ ПОВЕДЕНИЯ ПОРИСТОГО TiNi С РЕГУЛЯРНОЙ СТРУКТУРОЙ ПРИ ЦИКЛИЧЕСКИХ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКИХ НАГРУЗКАХ

Япарова Е.Н., Волков А.Е., Евард М.Е., Беляев Ф.С.
Санкт-Петербургский государственный университет, г. Санкт-Петербург, Российская Федерация
elizaveta_iaparova@outlook.com

Пористые сплавы с памятью формы (СПФ), главным образом никелид титана TiNi, являются перспективными с точки зрения применимости в медицине и различных промышленных устройствах. Свойства пористого TiNi в значительной степени определены особенностями строения поровых каналов. Относительно недавно начали получать этот сплав методами аддитивных технологий, с помощью которых получают образцы, имеющие регулярную, заранее заданную структуру.

Большинство работ, посвященных моделированию пористого СПФ, описывают механическое поведение образцов с внутренним строением, характерным для образцов, полученных методами порошковой металлургии. При этом эффект памяти формы, характеризующийся возвратом некоторой предварительно заданной деформации при нагреве, ввиду сложности практически не описывают ни теоретически, ни экспериментально.

В данной работе рассмотрели поведение пористого TiNi, получаемого методом селективного лазерного плавления. Образцы имеют регулярную кубическую структуру, состоящую из совокупности перпендикулярных между собой межпоровых перегородок (рис. 1). Для расчета поведения образца с такой структурой при одноосном нагружении учитывали деформацию перемычек, параллельных оси сжатия. При этом считали, что перпендикулярные им перегородки не деформируются ввиду отсутствия ограничений на изменение размера образца в перпендикулярном направлении.

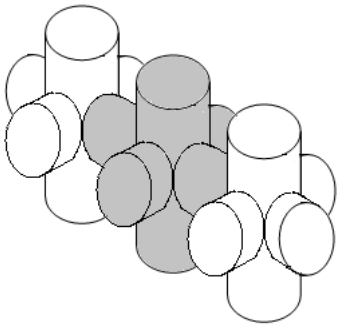


Рисунок 1 - Представительный элемент

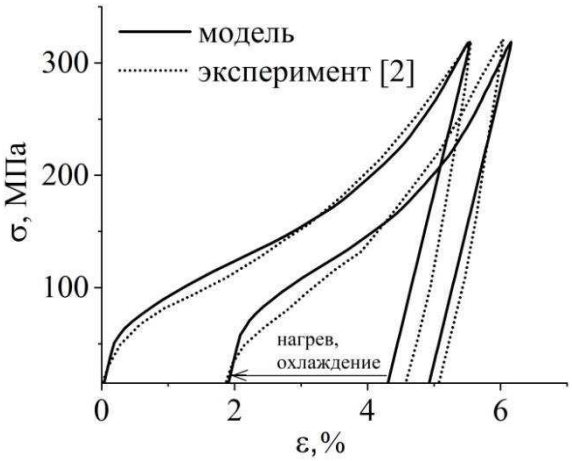


Рисунок 2 - Диаграммы деформирования пористого TiNi (пористость 45%) для двух циклов

В качестве определяющей модели приняли микроструктурную модель [1], позволяющую описывать основные свойства СПФ – псевдоупругость и эффект памяти формы. Выполнен расчет деформации при циклическом термомеханическом воздействии по схеме нагрузка – разгрузка при комнатной температуре, нагрев, охлаждение. Цикл повторялся восемь раз, построены диаграммы деформирования для первых двух циклов (рис. 2), а также зависимость обратимой и необратимой деформации от номера цикла. Моделирование выполнено для образцов пористостью

32 %, 45 % и 58%. Приведено сравнение с экспериментальными данными из работы [2], которое показало, что модель хорошо согласуется с опытом и может использоваться при расчете деформации пористого СПФ с регулярной структурой.

Работа выполнена в рамках грантов Российского Фонда Фундаментальных Исследований № 18-31-00461 мол_а и 18-01-00594.

Литература

[1] F.S. Belyaev, M.E. Evard, A.E. Volkov Microstructural modeling of fatigue fracture of shape memory alloys at thermomechanical cyclic loading // AIP Conference Proceedings, 2018. Vol. 1959, p. 070003.

[2] S. Saedi, A.S. Turabi, M.T. Andani, C. Haberland, M. Elahinia, H. Karaca Thermomechanical characterization of Ni-rich NiTi fabricated by selective laser melting // Smart Materials and Structures, 2016. Vol. 25 (3), p. 035005.

СВЕРХЭЛАСТИЧНОСТЬ В ВЫСОКОПРОЧНЫХ [001]-МОНОКРИСТАЛЛАХ СПЛАВА FeNiCoAlTi, УПРОЧНЕННЫХ НАНОРАЗМЕРНЫМИ КОГЕРЕНТНЫМИ ЧАСТИЦАМИ

Поклонов В.В., Чумляков Ю.И., Киреева И.В., Куксгаузен Д.А., Куксгаузен И.В., Победенная З.В.

Национальный исследовательский Томский государственный университет, Томск, Россия, poklonov_vyacheslav@mail.ru

На монокристаллах сплава на основе железа Fe–28%Ni–17%Co–11,5%Al–2,5%Ti (ат.%), ориентированных для растяжения вдоль [001]-направления, исследовано влияние размера частиц γ'-фазы на температуры мартенситных превращений (МП) (M_S, M_F, A_S, A_F), прочностные свойства высокотемпературной фазы, зависимость критических напряжений от температуры и сверхэластичность (СЭ).

Во-первых, показано, что старение при Т = 873 К в течение 4 и 16 часов приводит к развитию при охлаждении/нагреве в свободном состоянии термоупругих γ–α'-МП, которые не наблюдаются в закаленном состоянии. Методами просвечивающей электронной микроскопии установлено, что при старении происходит выделение наноразмерных частиц γ'-фазы, которые имеют размеры d_1 = 4 нм и d_2 = 16 нм после выдержки, соответственно, 4 часа и 16 часов при Т = 873 К. Установлено, что температуры МП, определенные по зависимости удельного электрического сопротивления от температуры, зависят от времени старения: M_S^1 = 123 К ($t_{ст}$ = 4 часа), M_S^2 = 256 К ($t_{ст}$ = 16 часов), а величина термического гистерезиса $\Delta T_{тер} = A_F - M_S$ равна 60 К и не зависит от времени старения.

Во-вторых, исследована зависимость критических напряжений $\sigma_{0.1}$ от температуры испытания в интервале от 77 до 573 К. Экспериментально установлено, что зависимость $\sigma_{0.1}(T)$ для двух исследованных размеров частиц d_1 = 4 нм и d_2 = 16 нм оказывается близкой друг к другу и имеет две стадии, характерные для сплавов, испытывающих МП под нагрузкой. На первой низкотемпературной стадии $\sigma_{0.1}$ возрастают с увеличением температуры испытания и зависимость $\sigma_{0.1}(T)$ оказывается близкой к линейной и описывается соотношением Клапейрона-Клаузиуса: $\alpha = d\sigma_{0.1} / dT = -\Delta H / \varepsilon_0 T_0 = -\Delta S / T_0$, где ΔH, ΔS – соответственно изменение энтальпии и энтропии при γ–α'-МП, ε_0 – деформация превращения, T_0 – температура химического равновесия фаз. Анализ результатов показывает, что при увеличении времени старения от 4 до 16 часов происходит параллельный сдвиг кривой $\sigma_{0.1}(T)$ в область высоких температур, что находится в полном соответствии с результатами, полученными при исследовании зависимости удельного электрического сопротивления от температуры. Значения величины α зависят от времени старения и равны α_1 = 3,3 МПа / К и до α_2 = 2,5 МПа / К для 4 и 16 часов, соответственно. Вторая высокотемпературная стадия зависимости $\sigma_{0.1}(T)$ имеет нормальную температурную зависимость, характерную для деформации скольжением, когда с ростом температуры испытания происходит уменьшение $\sigma_{0.1}$. Интересно, что величина Δσ, которая рассчитывалась как разница напряжений $\sigma_{0.1}(M_d) - \sigma_{0.1}(M_d + 200\ К)$, сильно зависит от времени старения. Так, $\Delta\sigma_1$ = 400 МПа и $\Delta\sigma_2$ = 75 МПа для старения в течение 4 и 16 часов, соответственно. Здесь за температуру M_d принимали температуру, при которой на зависимости $\sigma_{0.1}(T)$ достигаются максимальные значения $\sigma_{0.1}$, которые оказываются равными напряжениям для начала γ–α'-МП под нагрузкой и напряжениям начала пластической деформации скольжением высокотемпературной γ-фазы (аустенита). Показано, что M_d^1 = 373 К, $\sigma_{0.1}^1(M_d)$ = 870 МПа в кристаллах, состаренных в течение 4 часов и M_d^2 = 423 К, $\sigma_{0.1}^2(M_d)$ = 640 МПа для старения в течение 16 часов.

В-третьих, установлено, что СЭ, связанная с развитием обратимых γ↔α'-МП, наблюдается только после старения в течение 4 часов, а с увеличением времени старения до 16 часов СЭ не наблюдается. СЭ наблюдается в широком интервале температур от A_F = 183 К до Т = 323 К. Величина механического гистерезиса $\Delta\sigma_{мех}$ при обратимой деформации $\varepsilon_{обр}$ = 3,5 % равна 220 МПа и слабо зависит от температуры деформации. Циклирование в режиме СЭ при фиксированной температуре испытания, например, при Т = 313 К показало, что величина механического гистерезиса $\Delta\sigma_{мех}$ оказывается зависящей от величины обратимой деформации $\varepsilon_{обр}$, заданной в цикле: при $\varepsilon_{обр}$ = 1,2 % $\Delta\sigma_{мех}$ = 100 МПа и возрастает до 220 МПа при $\varepsilon_{обр}$ = 3,5 %. Одновременно с ростом механического гистерезиса наблюдается уменьшение напряжений для начала γ–α'-МП от 600 МПа до 440 МПа и появляется необратимая деформация $\varepsilon_{необр}$ = 0,25 %.

Итак, экспериментально показано, что наночастицы диаметром d_1 = 4 нм определяют способность [001]-кристаллов Fe–28%Ni–17%Co–11,5%Al–2,5%Ti (ат.%) испытывать обратимые γ↔α'-МП под нагрузкой в температурном интервале от 183 до 323 К, а при упрочнении частицами с d_2 = 16 нм обратимые термоупругие превращения наблюдаются только при охлаждении/нагреве в свободном состоянии.

Предполагается, что частицы γ'-фазы с d_1 = 4 нм имеют когерентное сопряжение решеток с высокотемпературной γ-фазой (аустенитом) и когерентность сохраняется при γ–α'-МП. Развитие γ–α'-МП происходит в высокопрочной аустенитной фазе, в которой $\sigma_{0.1}{}^1$ (M_d) = 870 МПа и это приводит к затруднению развития пластической деформации аустенита при γ–α'-МП под нагрузкой. Рост частиц до d_2 = 16 нм сопровождается разупрочнением высокотемпературной фазы и $\sigma_{0.1}{}^2(M_d)$ уменьшается до 640 МПа. Частицы с d_2 = 16 нм могут иметь полукогерентное сопряжение с аустенитом и при γ–α'-МП становятся полностью некогерентными. В результате при γ–α'-МП не происходит накопления упругой энергии ΔG_{el}, которая релаксирует за счет образования дислокаций и приводит к росту рассеянной энергии ΔG_{diss}. При d_1 = 4 нм при γ–α'-МП запасается значительная упругая энергия ΔG_{el}, которая значительно превышает ΔG_{diss} и способствует развитию γ–α'-МП под нагрузкой.

Наконец, полученные в работе эффекты СЭ на монокристаллах Fe–28%Ni–17%Co–11,5%Al–2,5%Ti (ат.%) и их отсутствие в кристаллах Fe–29%Ni–18%Co–4%Ti (ат.%) свидетельствует о том, что атомную структуру когерентных частиц необходимо учитывать при анализе условий для достижения СЭ в этих сплавах. В этих кристаллах размер, объемная доля частиц γ'-фазы и величина $\sigma_{0.1}(M_d)$ оказываются близкими при d ≈ 4 – 6 нм, различие состоит в том, что в кристаллах Fe–28%Ni–17%Co–11,5%Al–2,5%Ti (ат.%) выделяются частицы $(FeNiCo)_3AlTi$, а в кристаллах Fe–29%Ni–18%Co–4%Ti (ат.%) $(FeNiCo)_3Ti$. Предполагается, что константы упругости наночастиц, содержащих Al, могут быть больше, чем для частиц, не содержащих Al. В результате термический гистерезис $\Delta T_{тер}$ = 115 – 130 К в кристаллах Fe–29%Ni–18%Co–4%Ti (ат.%) в два раза превышает термический гистерезис $\Delta T_{тер}$ = 60 К для кристаллов Fe–28%Ni–17%Co–11,5%Al–2,5%Ti (ат.%), что свидетельствует о развитии процессов диссипации упругой энергии ΔG_{el} при γ–α'-МП в Fe–29%Ni–18%Co–4%Ti (ат.%) и их отсутствии в кристаллах Fe–28%Ni–17%Co–11,5%Al–2,5%Ti (ат.%).

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РНФ №19-49-04101.

ПЕРСПЕКТИВЫ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ АКТИВИРОВАННЫХ СТЕКОЛ НА ОСНОВЕ СИСТЕМЫ $(Y_{1-x}Ln_x)_2O_3$–Al_2O_3–B_2O_3 В КАЧЕСТВЕ ЛЮМИНЕСЦЕНТНЫХ КОНВЕРТОРОВ И КОНЦЕНТРАТОРОВ СОЛНЕЧНОЙ ЭНЕРГИИ

Малашкевич Г.Е. [1], **Ковгар В.В.** [1], **Хотченкова Т.Г.** [1], **Голубев Н.В.** [2], **Зиятдинова М.З.** [2], **Игнатьева Е.С.** [2], **Сигаев В.Н.** [2]

[1] *Институт физики им. Б.И. Степанова НАН Беларуси, Минск, Беларусь*
g.malashkevich@ifanbel.bas-net.by

[2] *Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева, Москва, Россия*

Прогнозируется, что к 2050 г. энергия, полученная на основе фотовольтаического преобразования солнечного излучения, составит 20–25% мировых потребностей в электричестве. Поэтому повышение эффективности такого преобразования является актуальной задачей в настоящем и ближайшем будущем. Помимо разработки более эффективных солнечных элементов (СЭ) имеются ещё два направления повышения эффективности фотовольтаического преобразования солнечной энергии: (1) люминесцентная трансформация ультрафиолетового (УФ) излучения в область максимальной спектральной чувствительности СЭ и (2) люминесцентная концентрация солнечного излучения на поверхность СЭ. В первом случае перспективны люминесцирующие стекла в виде пластин, помещаемых поверх солнечных батарей, что позволяет дополнительно понизить термолизацию носителей заряда, генерируемых при поглощении фотонов высоких энергий, и деструкцию полимерного инкапсулянта. Для решения второй проблемы перспективны люминесцирующие стекла в виде пластин либо трубок, поглощающие во всей видимой области спектра и характеризующиеся относительно высоким показателем преломления света, что позволяет за счёт волноводного эффекта получить на их торцах, сопрягаемых с СЭ, высокую плотность конвертируемого излучения.

В настоящей работе рассматриваются перспективы использования для этих целей стекол на основе системы $(Y_{1-x}Ln_x)_2O_3$–Al_2O_3–B_2O_3, где Ln = Ce, Tb, Yb, которые дополнительно легированы Sb, Cr и рядом щелочных металлов. Данное стекло выбрано в качестве базового по причине возможности реализации рекордно высокого для оксидных матриц минимального расстояния Ln–Ln, составляющего $\approx$ 0,67 нм [1], что способствует пониженному концентрационному тушению люминесценции. Кроме того, подобные стёкла обладают высокими эксплуатационными параметрами и пренебрежимо низкой соляризацией, а их показатель преломления может варьироваться в диапазоне 1,59–1,62.

Указанные стёкла получали плавлением в платиновых тиглях в электрических лабораторных печах сопротивления с SiC нагревателями на воздухе в течение часа при температуре $\approx$ 1480ºС. Расплав выливали на металлическую плиту и прессовали другой до толщины ~ 2–3 мм.

На рис. 1 приведены спектры поглощения и «квантовые» спектры люминесценции и её возбуждения стекла состава $2Y_2O_3$–$1Ce_2O_3$–$7Tb_2O_3$–$30Al_2O_3$–$60B_2O_3$+$1Sb_2O_3$. Здесь и ниже концентрации оксидов до знака «+» даны в моль %, после него – в масс %. Видно, что оно характеризуется серией узких полос люминесценции с максимумом при $\lambda \approx 545$ нм, соответствующих переходу $^5D_4 \rightarrow {}^7F_j$ ионов Tb^{3+}, возбуждаемых в широкой структурной полосе короче 350 нм. Данная полоса в приведенном спектральном диапазоне обусловлена в основном суперпозицией полос возбуждения ионов Ce^{3+} и Sb^{3+}, сенсибилизирующих люминесценцию ионов Tb^{3+}. При этом люминесценция таких сенсибилизаторов, представленная широкой полосой при $\lambda \approx 360$ нм, составляет менее 15% от интегральной интенсивности люминесценции стекла, а квантовый выход последней при возбуждении в области 280–330 нм близок к 60 %. Высокая прозрачность данного стекла в видимой области спектра и практически полное поглощение УФ-излучения с $\lambda \leq 350$ нм в слое толщиной 3 мм позволяет отнести его к перспективным

люминесцентным конверторам УФ-излучения для СЭ с достаточной спектральной чувствительностью в жёлто-зелёной области спектра.

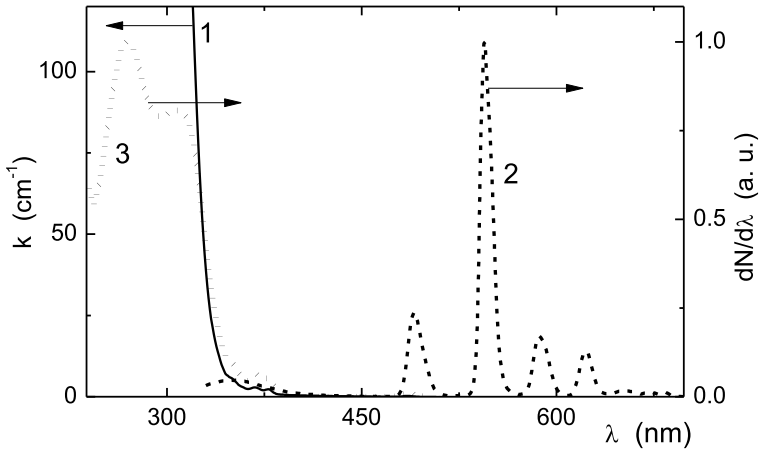
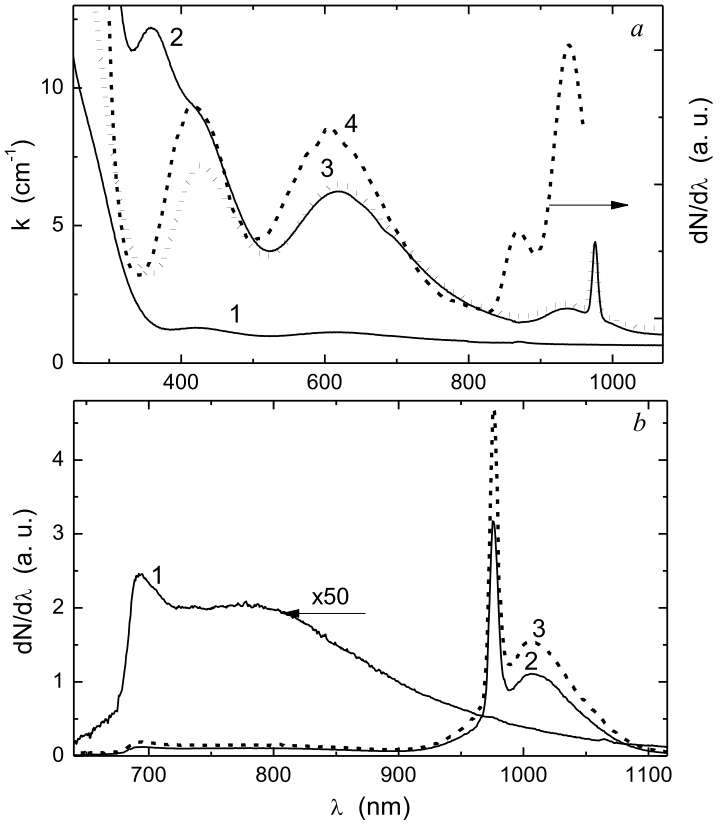


Рисунок 1 - Спектры поглощения (*1*), люминесценции (*2*) и возбуждения люминесценции (*3*) стекла $2Y_2O_3–1Ce_2O_3–7Tb_2O_3–30Al_2O_3–60B_2O_3+1Sb_2O_3$

Для реализации люминесцентной концентрации солнечного излучения на поверхности СЭ с позиции обеспечения наибольшей степени заполнения видимого спектра абсорбционными полосами активатора лучше других подходят стёкла с ионами Cr^{3+}. Однако максимальный квантовый выход люминесценции таких стекол составляет около 20 % [2] и реализуется лишь при низкой концентрации хрома, что не позволяет получить на СЭ высокую плотность люминесценции. Для повышения последней нами использовалось легирование Cr-содержащего стекла иттербием, ионы которого не подвержены кроссрелаксационному тушению люминесценции и являются эффективным акцептором возбуждений Cr^{3+}.

На рис. 2 изображены спектры поглощения и квантовые спектры люминесценции и её возбуждения стекол системы $(Y_{1-x}Yb_x)_2O_3–Al_2O_3–B_2O_3+Cr_2O_3+Na_2O$. Видно, что введение Yb в Cr-содержащее бесщелочное стекло (ср. кривые *1a* и *2a*) сопровождается появлением дополнительных полос поглощения при $\lambda_{max} \approx 976$ и 358 нм. Первая обусловлена переходами $^2F_{7/2} \rightarrow {}^2F_{5/2}$ ионов Yb^{3+}, а наличие второй может свидетельствовать в пользу частичного окисления ионов Cr^{3+} до состояния Cr^{5+} [3]. Легирование такого соактивированного стекла Na_2O в концентрации 1 масс % ведёт к исчезновению абсорбционной полосы при 358 нм (см. кривую *3a*). Люминесценция Cr-содержащего стекла обусловлена суперпозицией спинзапрещённой $^2E \rightarrow {}^4A_2$ и вибронной $^4T_2 \rightarrow {}^4A_2$ полос ионов Cr^{3+} (кривая *1b*). При соактивации данного стекла ионами Yb^{3+} наблюдается сенсибилизированная люминесценция последних при $\lambda_{max} \approx 976$ нм, интенсивность которой изменяется пропорционально концентрации иттербия (ср. кривые *2b* и *3b*). Введение в Cr–Yb-содержащее стекло щелочных металлов (помимо Na вводились K, Rb и Cs) практически не влияет на спектры люминесценции ионов Cr^{3+} и Yb^{3+}, но отражается на спектре возбуждения сенсибилизированной люминесценции (кривая *4a*), сходство которого со спектром поглощения при смещении в коротковолновую сторону от $\lambda \approx 600$ нм повышается с увеличением концентрации щёлочи. Анализ квантового выхода люминесценции исследованных стекол показывает, что при концентрациях Cr_2O_3 и Yb_2O_3 равных соответственно 0,1 масс % и 1,0 моль % его значение для щелочного стекла составляет ≈ 50%.



λ_{exc} = 532 нм, λ_{rec} = 976 нм.

Рисунок 2 - Спектры поглощения (*1a–3a*), люминесценции (*b*) и её возбуждения (*4a*) стекол системы $(Y_{1-x}Yb_x)_2O_3–Al_2O_3–B_2O_3+Cr_2O_3+ Na_2O$. Концентрация Yb_2O_3 составляет 0,5 (*2*, *3a*, *4a*) и 1,0 (*3b*); Cr_2O_3 – 0,014 (*1*) и 0,2 (*2*, *3*, *4a*); Na_2O – 1,0 (*4*)

Таким образом, полученные результаты свидетельствуют о пригодности иттрий-алюмоборатных стекол, соактивированных ионами Sb^{3+}, Ce^{3+}, Tb^{3+} и ионами Cr^{3+}, Yb^{3+}, в качестве соответственно люминесцентных конверторов ультрафиолетового и люминесцентных концентраторов видимого солнечного излучения для СЭ.

Данная работа поддержана Белорусским республиканским фондом фундаментальных исследований (грант № Ф18Р-039) и Российским фондом фундаментальных исследований (грант №18-53-00005).

Литература

[1]. Spectroscopic properties of Sm-containing yttrium-aluminoborate glasses and analogous huntite-like polycrystals / G.E. Malashkevich [et al] // Materials Chemistry and Physics. – 2012. – Vol. 137. – P. 48–54.

[2] Спектрально-люминесцентные свойства трёхвалентного хрома в оксидных стёклах / И.Б. Арцыбышева [и др.] // Физика и химия стекла. – 1990. – Т. 16, №4. – С. 625–630.

[3] Кварцевые гель-стекла, легированные Cr-содержащими наночастицами / Г.Е. Малашкевич [и др.] // Письма в ЖЭТФ. – 2008. – Т. 88. – С. 855–859.

ТВЕРДЫЕ ЭЛЕКТРОЛИТЫ НА ОСНОВЕ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ, СТАБИЛИЗИРОВАННЫЕ ОКСИДОМ СКАНДИЯ И СОЛЕГИРОВАННЫЕ ОКСИДАМИ ИТТРИЯ ИЛИ ИТТЕРБИЯ

Числов А.С.,[1,2] Борик М.А.,[1] Кулебякин А.В.,[1] Курицына И.Е.,[3] Ломонова Е.Е.,[1] Мызина В.А.,[1] Милович Ф.О.,[2] Табачкова Н.Ю.[2]

[1]Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН, Москва, Россия

[2] Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия

[3] Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Россия

Chislov.artem@bk.ru

Материалы на основе твердых растворов ZrO_2–Sc_2O_3, используемые в твердооксидных топливных элементах (ТОТЭ), вызывают большой интерес, поскольку они обладают наивысшей ионной проводимостью среди твердых электролитов на основе ZrO_2. Применение таких материалов позволяет понизить рабочую температуру топливного элемента до 800°C, что весьма важно для увеличения стабильности, ресурса эксплуатации и надежности электрохимических устройств. Возможным путем решения данной проблемы может стать солегирование твердых растворов ZrO_2–Sc_2O_3 оксидами редкоземельных металлов. Подбор солегирующих примесей определяется как получением стабильного в диапазоне температур от комнатной до рабочей (700–1000°C) однофазного кубического твердого раствора, так и сохранением высокой проводимости, характерной для системы ZrO_2–Sc_2O_3.

Целью настоящей работы является синтез кристаллов твердых растворов ZrO_2–Sc_2O_3, солегированных оксидами иттрия или иттербия, исследование их транспортных характеристик и сравнение влияния солегирующей примеси Y_2O_3 или Yb_2O_3 на транспортные характеристики и стабилизацию кубической фазы в твердых растворах на основе ZrO_2–Sc_2O_3.

Синтез кристаллов проводили методом направленной кристаллизации расплава в холодном контейнере. Были выращены монокристаллы твердых растворов $(ZrO_2)_{0.99-x}(Sc_2O_3)_x(Yb_2O_3)_{0.01}$ и $(ZrO_2)_{0.99-x}(Sc_2O_3)_x(Y_2O_3)_{0.01}$ где (x = 0.08–0.10). Распределение оксидов иттрия и иттербия по длине кристаллов определяли методом энергодисперсионного анализа. Фазовый анализ проводили методами рентгеновской дифрактометрии и комбинационного рассеяния света. Плотность определяли методом гидростатического взвешивания. Транспортные характеристики кристаллов измеряли методом импедансной спектроскопии.

Структура кристаллов, идентифицированная с помощью рентгенодифракционного анализа как кубическая, по данным КРС является тетрагональной t″ –фазой. Эта фаза имеет степень тетрагональности $c/\sqrt{2}a = 1$ но принадлежит пространственной группе симметрии P42/nmc из-за смещения ионов кислорода в анионной подрешетке. Показано, что стабилизация псевдокубической (t″-фазы) для кристаллов ScYSZ наблюдается при суммарной концентрации стабилизирующих оксидов 11 мол.%, в то время как в случае кристаллов Sc1YbSZ это происходит при суммарной концентрации стабилизирующих оксидов 10 мол.%.

Установлено, что для всех исследуемых составов проводимость кристаллов увеличивается с увеличением концентрации Sc_2O_3. Для кристаллов, солегированных оксидом иттрия или иттербия, максимальная проводимость наблюдается при различном содержании Sc_2O_3 (10 и 9 мол.% соответственно). Установлено, что при содержании Sc_2O_3 9-10 мол.% высокотемпературная проводимость кристаллов, солегированных Yb_2O, выше, чем в случае солегирования Y_2O_3. Максимальную проводимость во всем температурном интервале имеют кристаллы $(ZrO_2)_{0.9}(Sc_2O_3)_{0.09}(Y_2O_3)_{0.01}$.

Работа выполнена при поддержке гранта РНФ №16-13-00056.

ЗАКОНОМЕРНОСТИ R–B19' И B2–B19' МАРТЕНСИТНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ ПОД НАГРУЗКОЙ В СОСТАРЕННЫХ [001]-МОНОКРИСТАЛЛАХ СПЛАВА $Ni_{50.6}Ti$

Суриков Н.Ю., Тимофеева Е.Е., Панченко Е.Ю., Чумляков Ю.И.
НИ ТГУ, г. Томск, Россия, jet_n@mail.ru

Работа посвящена исследованию температурных зависимостей критических напряжений образования мартенсита, термического и механического гистерезисов и стадийности кривых σ(ε) и ε(*T*) в состаренных [001]-монокристаллах Ti−50.6ат.%Ni при деформации сжатием.

Монокристаллы Ti−50.6ат.%Ni выращены методом Бриджмена, образцы исследованы после закалки от 1253 К с последующим старением 573 К, 1.5 ч. Температура старения выбрана для выделения наноразмерных когерентных частиц Ti_3Ni_4 [1–6], упрочняющих *B*2-фазу и расширяющих температурный интервал сверхэластичности (СЭ), а также, для получения широкого интервала между температурами образования *R*-фазы и *B*19'-мартенсита $T_R - M_S^0$. Температуры мартенситных превращений (МП) определены с помощью дифференциального сканирующего калориметра DSC 404 F1. Механические испытания проведены на испытательной машине Instron VHS 5969 при постоянной температуре и дилатометре ИМРС–1 со скоростью охлаждения/нагрева 10 К/мин. Погрешности измерений составляют 0.1 % для деформации, 2 К для температуры и 2 МПа для напряжений.

Показано [7], что старение при 573 К, 1.5 ч приводит к выделению частиц Ti_3Ni_4 размером d < 10 нм. При охлаждении/нагреве в свободном состоянии прямое МП развиваются в две стадии через *R*-фазу: B2–R–B19'. Частицы Ti_3Ni_4 не испытывают МП и способствуют накоплению упругой энергии, которая препятствует прямому и способствует обратному МП.

На кривых ε(*T*) и σ(ε) при развитии эффекта памяти формы (ЭПФ) и СЭ стадий, связанных с B2–*R*-превращением выше T_R или переориентацией вариантов R-мартенсита под нагрузкой ниже T_R, не наблюдается (рис. 1). Это связано с равенством нулю деформации B2–R МП для этой ориентации. Как видно из рис. 1, *а*, при увеличении приложенных напряжений в термоциклах охлаждение/нагрев температура начала МП под нагрузкой M_S^σ растет. При $M_S^\sigma < T_R$ (соответствует напряжениям ниже 300 МПа) в циклах охлаждение/нагрев происходят *R*−*B*19' МП под нагрузкой. Это сопровождается уменьшением термического гистерезиса ΔT_σ в 2 раза (72 – 31 К). При напряжениях σ ≥ 300 МПа $M_S^\sigma > T_R$ наблюдаются *B*2−*B*19' МП, а ΔT_σ не зависит от напряжений.

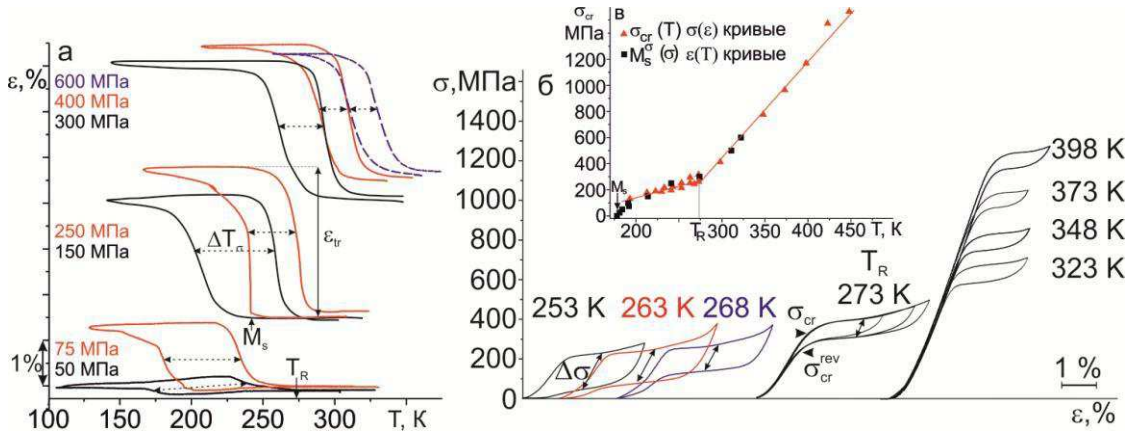


Рисунок 1 - Кривые ε(*T*) при охлаждении/нагреве под нагрузкой (*а*); кривые σ(ε) в циклах нагрузка/разгрузка при постоянной температуре (*б*); (*в*) для состаренных [001]-кристаллов Ti−50.6ат.%Ni при деформации сжатием

Аналогично, в циклах нагрузка/разгрузка при 200 К < T < T_R развиваются *R*−*B*19' МП под нагрузкой, т.к. при охлаждении без нагрузки до температуры испытания реализуется *B*2−*R* МП. СЭ наблюдается начиная с температуры A_f^0. До температуры T_R

механический гистерезис Δσ уменьшается с ростом температуры от 180 МПа при 253 К до 90 МПа при T_R. При $T > T_R$ под нагрузкой наблюдаются только *B*2−*B*19' МП, и гистерезис Δσ практически не зависит от температуры испытания (рис. 1, *б*).

Слабое изменение гистерезиса при развитии *B*2−*B*19' МП под нагрузкой может быть объяснено в модели Ройтбурда [8]. Фактор Шмида для раздвойникования B19'-мартенсита при сжатии [001]-монокристаллов TiNi равны нулю [1, 2]. Поэтому, рост напряжений, при которых происходит превращение, не изменяет двойниковую структуру *B*19'-мартенсита и величину рассеяния энергии ΔG_{diss} [8].

При *R*−*B*19' МП несмотря на отсутствие процессов раздвойникования происходит уменьшение рассеяния энергии ΔG_{diss} с ростом температуры и напряжений. Это происходит за счет изменения параметров решетки *R*-мартенсита. В [6, 8, 9] показано, что с уменьшением температуры от T_R до (T_R – 20 К) угол элементарной ячейки *R*-фазы уменьшается от α = 90° до 89.3°, т.е. с уменьшением температуры растет различие между решетками R-мартенсита и аустенита. Это различие приводит к росту несоответствия решеток *R*-мартенсита и частиц Ti_3Ni_4, образовавшихся в B2-аустените, и обуславливает увеличение сопротивления движению межфазной границы при *R*−*B*19' МП. Поэтому растет энергия рассеяния ΔG_{diss}. При этом с ростом несоответствия между решетками частиц Ti_3Ni_4 и *R*-фазы будет происходить и увеличение упругой энергии ΔG_{el} за счет деформации частиц. Следовательно, нехимическая составляющая свободной энергии $\Delta G_{nonch} = \Delta G_{el} + \Delta G_{diss}$ снижается с ростом температуры при *R*−*B*19' МП.

Такое поведение $\Delta G_{nonch}(T)$ оказывает большое влияние на уровень напряжений и температуры развития прямого МП под нагрузкой (рис. 1, *в*). Зависимости $\sigma_{cr}(T)$ и $M_s^{\sigma}(\sigma)$ описываются обобщенным уравнением Клапейрона-Клаузиуса [1, 7]:

$$\sigma_{cr}(T) = \frac{(T-T_0)\Delta S + \Delta G_{nonch}(T)}{\varepsilon_{tr}}. \quad (1)$$

При развитии *R*−*B*19' МП ($T < T_R$) величина $\Delta G_{nonch}(T)$ резко уменьшается, что приводит к малому росту напряжений с температурой. При $T > T_R$ в ходе *B*2−*B*19' МП ΔG_{nonch} практически не зависит от приложенных напряжений и температуры испытания, и не оказывает влияния на коэффициент $\alpha = d\sigma/dT$.

Исследование выполнено при финансовой поддержке гранта Российского научного фонда РНФ № 18–19–00298.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Chumlyakov Y.I., Kireeva I.V., Panchenko E.Y., et al. // Shape Memory Alloys: Properties, Technologies, Opportunities. − Switzerland: Trans Tech Publications Ltd, 2015. – P. 108-174.
2. I. Kaya, H.E. Karaca, M. Souri, Y. Chumlyakov, H. Kurkcu // Mater. Sci. Eng.A. – 2017. – V. 686. – P. 73–81.
3. S. Miyazaki, K. Otsuka// Metall. Trans. A. – 1986. – V. 17A. – P. 53−63.
4. J.I. Kim, S. Miyazaki // Acta Mater. – 2005. – V. 53. – P. 4545–4554.
5. R.F. Hamilton, H. Sehitoglu, Y. Chumlyakov, H.J. Maier // Acta Mater. – 2004. – V. 52. – P. 3383–3402.
6. J.I. Kim, Y. Liu, S. Miyazaki // Acta Mater. – 2004. – V. 52. – P. 487–499.
7. Е.Е. Тимофеева, Е.Ю. Панченко, Н.Ю. Суриков и др. // Известия ВУЗов: Физика. – 2018. – Т. 61. – № 12. –С. 78–82
8. A.L. Roytburd, Ju. Slusker // Scripta Metall. et Mater. – 1995. – V. 32. – V. 761–766.
9. P. Sittner, M. Landa, P. Lukas, V. Novak // Mech. Mater. – 2006. – V. 38. – P. 475–492.

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ ПЛАСТИЧНОСТИ МЕТАЛЛОВ

Кожевникова Г.В.
Государственное научное учреждение "Физико-технический институт Национальной академии наук Беларуси", Минск, Республика Беларусь, fti@tut.by

Abstract: Traditional and new metals and alloys plasticity testing methods are considered. Formulae for the calculation of the ultimate strain accumulated before failure are suggested.

Пластичность металла – это его способность изменять свою форму под действием внешних сил без разрушения [1-4]. Количественно пластичность оценивается степенью деформации сдвига, которая зависит [3] от температуры нагрева заготовки, двух параметров напряженного состояния: среднего напряжения и параметра третьего инварианта девиатора напряжений, показателя нелинейности накопления повреждаемости, показателя увеличения пластичности при немонотонном деформировании и для конструкционных сталей в меньшей степени от скорости деформации.

В литературе предложено несколько методик определения пластичности в зависимости от напряженного состояния. В.Л.Колмогоров предложил использовать несколько видов испытаний металлов для построения диаграммы пластичности. Им была разработана методика расчета показателя напряженного состояния и степени деформации сдвига в момент образования макроскопической трещины при испытании на растяжение, скручивание, изгиб и осадку [1]. А.А.Богатов обратил внимание на то, что при использовании этой методики для ряда сталей и сплавов результаты опытов на скручивание, осадку и изгиб образцов с различным отношением ширины к толщине отклоняются от диаграммы пластичности, полученной в опытах на растяжение на установках высокого давления [2].

Для построения диаграмм пластичности проводят специальные испытания. Методы испытания должны полностью или частично отвечать следующим требованиям:

1. Напряженное состояние не должно изменяться в ходе конкретного испытания.
2. Напряженное состояние возможно изменять от одного испытания к другому в широком диапазоне.
3. Момент разрушения должен точно фиксироваться.
4. Деформации должны быть устойчивыми, т.е. не локализоваться в ограниченном объеме, когда они не могут быть точно измерены.
5. Температурно-скоростные параметры деформации должны быть постоянными в ходе эксперимента.

В настоящее время нет такой методики испытаний, которая бы удовлетворяла всем перечисленным выше условиям. Поэтому для построения диаграммы пластичности, как правило, используют несколько методов испытаний [1]. Обычно [1-4] испытания производят растяжением или осадкой цилиндрического образца, кручением цилиндрического образца или трубы. Для расширения диапазона исследуемых напряжений при растяжении цилиндрического образца на нем могут быть выполнены концентраторы, увеличивающие растягивающие напряжения. Перечисленные способы обладают существенным недостатком: они не позволяют определить пластичность локально, например на оси заготовки при поперечной прокатке (ПП) и поперечно-клиновой прокатке. Нами наряду с общепринятым методом для испытания деформируемости металлов были привлечены методы ПП [4, 5] и равноканального углового прессования [6].

Широкое распространение метода испытания пластичности металлов растяжением цилиндрических образцов обусловлено его простотой, возможностью точно определять накопленную деформацию к моменту разрушения, хорошо отработанной методикой нагрева и испытания образцов при постоянной температуре, универсальностью испытательного оборудования.

Известны два вида испытаний кручением: кручение цельного цилиндрического образца и кручение тонкостенной трубы. Предпочтение следует отдавать второму виду, так как при кручении цилиндрического образца накопленная деформация в отдельных участках заготовки пропорциональна расстоянию от оси: на оси она равна нулю, на поверхности максимальна. Разрушение начинается в поверхностном слое, и определить момент начала разрушения практически; трудно.

В ФТИ НАН Беларуси разработан метод определения пластичности прокаткой [4, 5]. Сущность метода заключается в ПП цилиндрического образца определенной формы между двумя подвижными плитами с параллельными закрытыми калибрами. При этом он приобретает характерную форму, которая сохраняется постоянной в ходе эксперимента, чем обеспечивается стационарность процесса пластического течения в очаге деформации [5]. Отличительной особенностью пластического течения в данном случае является то, что частицы металла за один оборот образца дважды проходят очаг деформации и жесткие области, и в процессе их движения изменяется как напряженное состояние, так и деформируемое. Исключение составляют частицы металла в осевой области образца: они движутся в окрестности оси и не выходят из очага деформации. При этом напряженное состояние остается постоянным, а накопленные деформации пропорциональны количеству оборотов образца. Осевая область характеризуется также и экстремальными условиями: здесь действуют наибольшие по величине растягивающие напряжения, а накопленные деформации достигают значительных величин. Под воздействием экстремальных условий после определенного количества оборотов образца в его центральной части происходит разрушение металла. Эта особенность и была положена в основу разработанного метода: образец прокатывают между плитами до вскрытия осевой полости, при этом фиксируют количество циклов нагружения образца. С тем чтобы было возможным визуальное наблюдение момента вскрытия полости, толщину образца выбирают в пределах 0,2-0,5 его диаметра, так как этим обеспечивается начало разрушения образца от торцевой поверхности [5].

В ФТИ НАН Беларуси разработана и запатентована схема деформации, базирующаяся на механике простого сдвига, т.е. по технологии впервые в мире созданной в ФТИ НАН Беларуси (изобретение № 492780 от 11 июня 1973г.) [6]. Эта технология сейчас известна в мире под названием «ECAP». Сущность процесса заключается в продавливании заготовки через два сквозных, пересекающихся под прямым углом канала равного поперечного сечения. При отсутствии трения на стенках каналов давление на пресс-штемпелях равно пределу текучести, напряженно-деформированное состояние является однородным и обеспечивается возможность достижения сверхвысоких интенсивностей деформаций без изменения поперечных размеров заготовки за счет многократного циклического деформирования.

Нами разработан новый способ определения локальных пластических свойств металлов и сплавов при немонотонном деформировании. Он позволяет определять локальные пластические свойства металлов и сплавов при немонотонном деформировании в области температур деформации 290÷1570 К, диапазона среднего напряжения σ/K от –10,00 до +5,00 и параметра третьего инварианта девиатора напряжений $\sqrt[3]{J_3(D_\sigma)}$ /K от –0,45 до +0,43

Схема деформации существенно влияет на величину накопленной до разрушения деформации Λ. Принято различать монотонную и немонотонную деформацию. В литературе приводится различные определения указанных схем.

В теории обработки металлов давлением имеются несколько определений условия монотонности пластической деформации [1-4]. Вот некоторые из них:

1) главные оси деформаций совпадают по направлению с главными осями напряжений;

2) совпадение главных осей скорости деформации с одними и теми же материальными волокнами частицы металла;

3а) монотонной деформацией называют такую, при которой волокно рассматриваемой частицы, претерпевающее в данной стадии наиболее быстрое

удлинение (укорочение), во всех предшествующих стадиях так же являлась наиболее быстро удлиняющимся (укорачивающимся);

3б) направляющий тензор напряжений был равен направленному тензору деформаций;

4) деформация материальной частицы называется монотонной, если в процессе ее развития все компоненты тензора скорости деформации в сопутствующей системе координат не изменяют своего знака;

5а) соотношения между главными скоростями деформации ξ_1 / ξ_2 / ξ_3 не изменяются в процессе деформации;

5б) направления главных скоростей удлинения связаны с одними и теми же материальными волокнами.

Перечисленные критерии не равноценны – в них присутствуют противоречия. Отметим существенное противоречие данных критериев в отношении потери пластических свойств металла при пластической деформации. Данное обстоятельство дало нам право ввести новую терминологию и определения нелинейности накопления деформации. Деформация называется *однонаправленной*, когда направление (вектор) сдвиговой деформации (для плоско-деформированного состояния – направление линий скольжения) не изменяет своего направления к волокнам деформированного тела.

Все иные деформации по определению относятся к разряду *разнонаправленных*.

Отметим, что введенное нами понятие однонаправленной деформации не противоречит позициям 1), 2), 3), 4), 5) понятия монотонной деформации, при этом обратное утверждение выполняется далеко не всегда.

ЛИТЕРАТУРА

1. Колмогоров В.Л. Напряжения, деформации, разрушение. – М.: Металлургия, 1970. – 230 с.

2. Богатов А.А., Мижирицкий О.И., Смирнов С.В. Ресурс пластичности металлов при обработке давлением. – М.: Металлургия, 1984. – 144 с.

3. Красневский С.М., Макушок Е.М., Щукин В.Я. Разрушение металлов при пластическом деформировании. – Мн.: Наука и техника, 1983. – 173 с.

4. Щукин В.Я. Основы поперечно-клиновой прокатки. – Мн.: Наука и техника, 1986. – 223 с.

5. Цилиндрический образец для определения пластических свойств материала при прокатке: а.с. 538272 СССР, МКИ G 01 N 1/28 / Л.В. Гузевичус, А.С. Дубень, С.М. Красневский, Е.М. Макушок, Л.И. Стенько, В.Я. Щукин. − № 2137996, заявл. 27.05.1975; опубл. 05.12.1976 // Открытия. Изобрет. – 1976. – № 45. – С. 159.

6. Устройство для упрочнения материала давлением: а.с. 492780 СССР, МКИ G 01 N 3/00 / В.М. Сегал, В.Я. Щукин; заявитель ФТИ АН БССР. − № 1924516, заявл. 11.06.1973; опубл. 25.11.1975 // Открытия. Изобрет. – 1975. – № 43. – С. 118.

РАЗВИТИЕ ДЕФОРМАЦИОННОЙ ТЕОРИИ РАЗРУШЕНИЯ МЕТАЛЛА ПРИ ПЛАСТИЧЕСКОМ ТЕЧЕНИИ

Кожевникова Г.В.[1], Щукин В.Я.[2]
[1]Государственное научное учреждение "Физико-технический институт Национальной академии наук Беларуси",
[2]Белорусский национальный технический университет,
Минск, Республика Беларусь, fti@tut.by

Abstract: The novelty of the suggested theory is in determining a dependence of the deformation critical value on two independent parameters of the stressed state: the mean stress and the parameter of the third invariant of the stress deviator. The novelty also consists in discovering a dependence of the deformation critical value on changes in the shear direction towards material fibers of metal.

Основы деформационной теории в большей степени заложены российским ученым В.Л. Колмогоровым. Согласно его работ [1] при пластической деформации в металле одновременно протекают два процесса: разрушения и сварки. Преобладание одного или другого процесса зависит от температуры, скорости деформации, напряженного состояния, свойств металла. При преобладании процесса разрушения макроразрушение наступает после достижения деформацией своей критической величины. До этого события в металле последовательно протекают следующие процессы: накопление дислокаций, образование микропор и микротрещин, слияние их в макротрещины и окончательное макроразрушение образца. Эти события могут фиксироваться на электронном микроскопе, точным измерением плотности металла и на последних стадиях разрушения измерением микротвердости.

Зависимость пластичности металла от напряженного состояния ранее определялась диаграммой пластичности. В качестве накопленных деформаций принята безразмерная величина – степень деформации сдвига Λ. В качестве напряженного состояния принята безразмерная величина – среднее напряжение. Деформационный критерий разрушения в этом случае запишется:

$$\Lambda \geq \Lambda_{ПР}, \qquad (1)$$

где $\Lambda_{ПР}$ – предельная степень деформации сдвига.

Напряженное состояние (тензор и девиатор) минимально описывается тремя параметрами, например, σ_1, σ_2, σ_3, два из которых независимы, а третье связано с ними условием пластичности Мизеса. Поэтому мы предложили вместо диаграммы пластичности использовать поверхность пластичности [2]. Третьей координатой здесь принята безразмерная величина – параметр третьего инварианта девиатора напряжений $\sqrt[3]{J_3(D_\sigma)}/K$, где $J_3(D_\sigma)$ – третий инвариант девиатора напряжений.

$$\begin{aligned} J_3(D_\sigma) = \frac{1}{27}\,[&2(\sigma^3_X + \sigma^3_Y + \sigma^3_Z) - 3(\sigma^2_X\sigma_Y + \sigma^2_Y\sigma_Z + \sigma^2_Z\sigma_X + \\ &+ \sigma_X\sigma^2_Y + \sigma_Y\sigma^2_Z + \sigma_Z\sigma^2_X) + 12\,\sigma_X\sigma_Y\sigma_Z + \\ &+ 9\,\sigma_X(\tau^2_{XY} - 2\,\tau^2_{YZ} + \tau^2_{ZX}) + 9\,\sigma_Y(\tau^2_{XY} + \tau^2_{YZ} - 2\,\tau^2_{ZX}) + \\ &+ 9\,\sigma_Z(-2\,\tau^2_{XY} + \tau^2_{YZ} + \tau^2_{ZX}) + 54\,\tau_{XY}\tau_{YZ}\tau_{ZX}] = \\ = (\sigma_1 - \sigma)(\sigma_2 - \sigma)(\sigma_3 - \sigma). \qquad (2) \end{aligned}$$

Правомерность представления пластичности металла в зависимости от двух параметров напряженного состояния, то есть в виде непрерывной поверхности подтверждено нами [4] экспериментально на свинце, алюминии, меди. Одним методом испытания построить поверхность пластичности невозможно. Поэтому нами при различных σ/K и $\sqrt[3]{J_3(D_\sigma)}/K$ проводились эксперименты методами растяжения цилиндрического образца, растяжением цилиндрического образца с концентратором, кручения трубного образца, осадки цилиндрического образца, поперечной прокаткой цилиндрического образца с отношением длины к диаметру более 2 (когда в среднем сечении реализуется плоско-деформированное состояние), методом ECAP с углом

90°. В итоге было доказано [4], что зависимость пластичности от обоих параметров напряженного состояния σ/K и $\sqrt[3]{J_3(D_\sigma)}/K$ независима и однозначна.

Как правило, в условиях реальных технологий вдоль линии тока в проблемных областях напряженное состояние, температура и скорость деформации изменяются. Поэтому возникает необходимость нахождения аппарата суммирования повреждаемости металла на разных этапах деформирования. В этой связи введен безразмерный параметр – повреждаемость П. В исходном состоянии он равен 0, при разрушении он равен 1. Принято, что на этапах деформации повреждаемость суммируется линейно. Установлено, что по отношению к накопленным деформациям зависимость, как правило, нелинейна:

$$\Pi = \Lambda^{\rho}, \qquad (3)$$

где ρ – показатель нелинейности накопления повреждаемости.

Оказалось, что экспериментальное нахождение относительного показателя нелинейности между двумя процессами с разными условиями деформации просто. Найти же сам абсолютный показатель нелинейности ρ* достаточно сложно. Нами разработан специальный метод [2], позволяющий это сделать.

В итоге установлено две закономерности:

1. Существует пороговое значение среднего напряжения σ/K, ниже которого зависимость повреждаемости от накопленных деформаций становится линейной, то есть ρ* = 1.

2. Установлены зависимости абсолютного показателя нелинейности ρ* от обоих параметров напряженного состояния σ/K и $\sqrt[3]{J_3(D_\sigma)}/K$.

Нами также установлена закономерность изменения предельной степени деформации сдвига $\Lambda_{ПР}$ от характера деформации : проходит ли деформация в одном неизменном направлении по отношению к материальным частицам металла или это направление изменяется, или осуществляется знакопеременное деформирование. Вполне логичным следует предположить, что сдвиг в металле по различным направлениям (плоскостям) позволяет накапливать больше дефектов в виде дислокаций и микротрещин, поэтому и накопленные до разрушения деформации могут быть большими. При знакопеременных деформациях известно, что согласно критерию Мэнсона-Коффина эти накопленные деформации значительно превосходят однонаправленные.

Зависимость между предельной степенью деформации сдвига $\Lambda_{ПР}$ без изменения направления сдвига к материальным частицам металла и с изменением $\Lambda_{ПР}$* нами принято описывать выражением:

$$\Lambda_{ПР}^* = (\Lambda_{ПР})^{\Omega}, \qquad (4)$$

где $\Omega \geq 1$ – показатель увеличения пластичности при разнонаправленном деформировании.

Анализ указанных зависимостей свидетельствует, что показатель Ω уменьшается с уменьшением среднего напряжения σ/K, что позволяет предположить наличие среднего напряжения σ/K, при котором закономерность (4) становится линейной: Ω = 1.

Для реальных процессов обработки металлов давлением важным является определение ресурса пластичности металла λ, то есть какой запас пластических свойств остался до разрушения [5]:

$$\Lambda = 1 - \Pi_i = 1 - (\Lambda/\Lambda_{ПР})^{\rho^*}. \qquad (5)$$

По характеру деформации могут быть разделены по мере возрастания пластичности на:

– однонаправленную монотонную деформация, и к ним могут быть отнесены чистый сдвиг, однонаправленное кручение трубы, гибка листа, ECAP в одном направлении, кручение трубы с растяжением;

– разнонаправленная монотонная деформация, и к ним могут быть отнесены осадка, растяжение цилиндрической образца, растяжение листа, сдвиг в одной плоскости, но в двух направлениях;

– разнонаправленная немонотонная деформация, и к ним могут быть отнесены растяжение с концентратором, знакопеременные кручения и знакопеременная ECAP, поперечная прокатка и большинство производственных процессов обработки металлов давлением.

Условие равенства ресурса пластичности на каждом из этапов деформирования запишется:

$$1 - (\Lambda/\Lambda_{ПР})^{\rho^*} = 1 - (\Lambda^*/\Lambda_{ПР}^*)^{\rho^*}. \quad (10)$$

Отсюда нетрудно получить зависимость между деформациями на этапе деформирования с различным характером деформации:

$$\Lambda^* = \Lambda \cdot (\Lambda_{ПР})^{\Omega-1}. \quad (11)$$

Ряд сплавов, например, на основе титана подвержены значительному уменьшению размера зерна при деформации и, как следствие, росту их пластических свойств. В этом случае при расчете ресурса пластичности данный фактор должен обязательно учитываться [6]. Мы в своей практике сталкивались не с потерей, а с ростом пластичности в процессах деформации титановых сплавов более чем на 50 %.

Пластичность металлов носит вероятностный характер, поэтому наши исследования показали, что разрушение сталей описывается нормальным законом распределения Гаусса.

Программы компьютерного моделирования процессов пластической деформации используют в большей степени энергетические критерии разрушения, которые, как показали наши исследования, уступают деформационным по универсальности и точности и могут использоваться в ограниченном диапазоне технологических параметров.

ЛИТЕРАТУРА

1. Пластичность и разрушение / под общ. ред. В.Л. Колмогорова. — М.: Металлургия, 1977. — 336 с.

2. Kozhevnikova, G. Cross-wedge rolling / G. Kozhevnikova. — Minsk: Belorusskaya nauka, 2012. — 321 c.

3. Красневский, С.М. Разрушение металлов при пластическом деформировании / С.М. Красневский, Е.М. Макушок, В.Я. Щукин. — Минск: Наука и техника, 1983. — 173с.

4. Теория и технология формирования поперечно-клиновой прокатки / Шу Сюэдао, В.Я. Щукин, Г.В. Кожевникова, Сунь Баошоу, Пен Вэньфэй. — Академическая библиотека университета Нинбо, КНР, 2014. — 314 с.

5. Shchukin, V. New Trends in Development of Cross-Wedge Rolling Technology / V. Shchukin, G. Kozhevnikova // Forge (USA). — Oct 26, 2015. — P. 18–22.

6. Кожевникова, Г.В. Повышение усталостной прочности валов посредством поперечно-клиновой прокатки / Г.В. Кожевникова, А.О. Рудович, В.Я. Щукин // Кузнечно-штамповочное производство. Обработка материалов давлением. — 2017. — № 12. — С. 19–31.

ГИБРИДНЫЕ АЛМАЗОАБРАЗИВНЫЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ ОБРАБОТКИ ЗАКАЛЕННЫХ СТАЛЕЙ И СВЕРХТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ

Кузей А.М., Филимонов В.А.
Физико-технический институт НАН Беларуси, Минск, Беларусь
anatkuzei@mail.ru

В технологических процессах изготовления алмазоабразивных композиционных материалов (АКМ, КМ) с керамическими матрицами (связками, КС), полимеры используются в качестве временного связующего на операциях приготовления шихты алмазосодержащего слоя (АС) инструмента. На последующей операции спекания АС полимер выгорает. Однако, введение полимера в КС позволяет упростить технологические операции изготовления алмазоабразивного инструмента (АИ). В зависимости от формы введения полимера в АКМ (в составе оксидного связующего или отдельно) и его концентрации полимер способен выполнять функцию пластификатора и порообразователя: при температурах спекания (перехода оксидного стекла в пластическое, вязко-пластическое состояние) полимер смачивается стеклом и смачивает частицы наполнителя и алмазные зерна. Однако из-за более низкой твердости, чем у стекла, в АКМ он выполняет функцию быстроизнашивающегося компонента, либо поры.

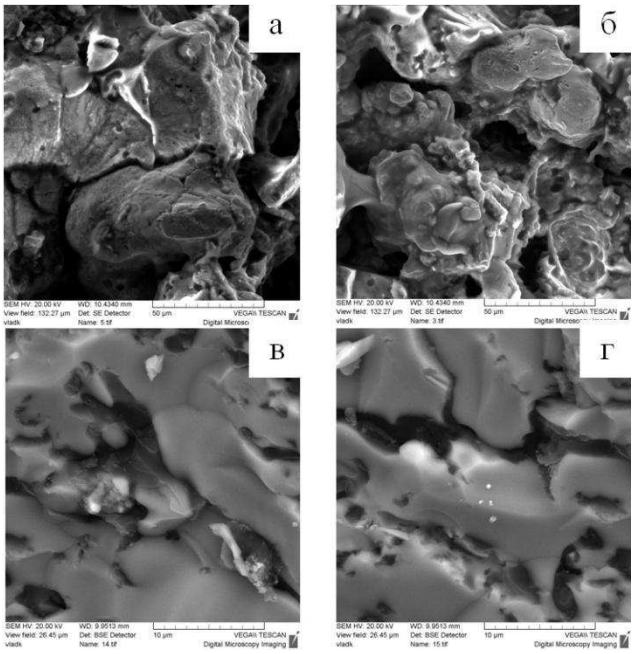


Рисунок 1 - Микроструктура ОПС. Концентрация полимера в связующем, об. %: а, в – 10; б, г – 25. Температура спекания, К: а, б – 575; в, г – 675

Введение полимера в оксидное связующее (ОС) позволяет получить гибридное оксид-полимерное связующее (ОПС) и керамико-полимерную связку АКМ. Эксплуатационные характеристики АИ будут определяться структурой, составом АКМ. Методами электронной сканирующей микроскопии изучена структура ОПС и КМ на их основе, режущая способность инструмента с гибридным ОПС.

Объектами исследования являлись КМ систем: карбид кремния SiC – связующее (оксид, полимер); SiC – связующее – алмаз. Концентрация ОПС в КМ составляла 35 об. %. Концентрация полимера в ОПС – 10; 25 об. %. ОПС получали размолом в шаровой мельнице порошков оксидного стекла фракции -50 мкм и фенолформальдегидной смолы. КМ получали холодным прессованием шихты из ОПС, порошков наполнителей (SiC, карбида бора B_4C) и алмазных зерен. Давление холодного прессования составляло 10 МПа. Затем брикеты спекали при 575 К в течение 30 минут, и далее при 625; 650; 675 К в течение 1 часа. Для изготовления АИ использовалось как ОПС, так и ОС (фосфатные стекла с температурой начала растекания 545 К). Концентрация алмазного порошка в КМ составляла 150 об. %. После спекания при 575 К связующее представляет собой матрицу из частиц оксидного стекла, в которой присутствует полимер в форме плоских частиц (рис. 1 а, б). Частицы стекла присутствуют и в пленках полимера после спекания при 675 К (рис. 1 в, г), но в целом увеличение температуры спекания изменяет микроструктуру связующего. Исследовано влияние температуры и продолжительности двухстадийной полимеризации прекурсора ОС на основе дигидрофосфатов натрия, калия, магния, цинка на структуру и физико-механические характеристики композиционных материалов. Микроструктура КМ

систем SiC – связующее и B_4C – связующее, спеченных при 625 К, представляет собой матрицу из агломератов стекло-полимер, в которой расположены частицы SiC, B_4C. Структура такой матрицы неоднородная (рис. 2 а, б). Увеличение температуры спекания КМ на основе SiC и B_4C с 625 до 675 К сопровождается повышением их твердости и изменением микроструктуры. В КМ, спеченных при 650, 675 К, отсутствуют частицы стекла, стекло присутствует в виде пленок на поверхности частиц твердых фаз и в свободных пространствах множественных стыков частиц твердой фазы. В структуре КМ, спеченных при 675 К, большая часть стыков между частицами заполнена связующим, причем частицы полимера присутствуют на поверхности частиц твердой фазы и в стыках между ними (рис. 2 в, г). Твердость КМ SiC – связующее и B_4C – связующее с концентрацией 10 и 20 об. % полимера в связующем составляет 67; 60 и 57; 54 HRB, соответственно. Твердость КМ систем SiC – ОПС и B4C – ОПС достигает максимальных значений при температуре спекания 650 К. Твердость КМ на основе SiC и B_4C с концентрацией полимера в связующем 10 и 20 об. % составляет 76; 63 и 71; 62 HRB, соответственно. После спекания при температуре 675 К твердость КМ на основе SiC и B4C с 10 и 20 об. % полимера в связующем составляет 76; 57 и 72; 54 HRB, соответственно.

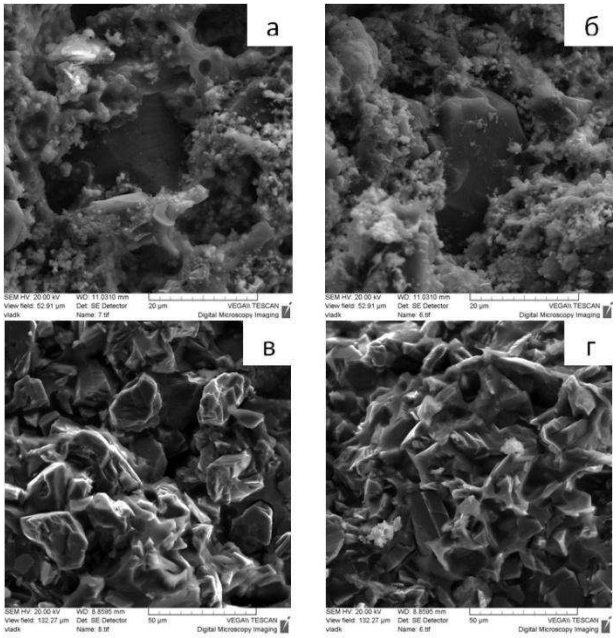


Рисунок 2 - Микроструктура КМ B_4C (а, б), SiC (в, г) – связующее. Концентрация полимера в связующем, об. %: а, в – 10; б, г – 20. Температура спекания, К: а, б – 625; в, г – 675

Для обработки сверхтвердых материалов (СТМ) монокристаллов (МНК) природного, синтетического алмаза, поликристаллов (ПК) природного, синтетического алмаза, КМ на их основе – в основном используется АИ на КС, реже – инструмент на полимерных связках (ПС). Инструмент на КС обеспечивает большую производительность обработки (режущую способность, РСп), меньший удельный расход алмаза, чем инструмент на ПС. Компоненты КС обеспечивают более прочное закрепление алмазных зерен в АКМ. Однако, более высокие физико-механические характеристики (ФМХ) КС, чем ПС, в том числе такая, как износостойкость, не обеспечивают стабильного значения РСп инструмента. По мере увеличения длительности процесса шлифования, износ (разрушение, выкрашивание) алмазных зерен не компенсируется износом связки и обнажением не изношенных алмазных зерен.

Снижение ФМХ КС достигается формированием пор в связке. Пористость АКМ на КС достигает 40 об. %. В АКМ на гибридной ОПС роль пор играет полимер. Формирование АКМ на КС с ОПС позволяет снизить их ФМХ при сохранении достаточно высокой прочности закрепления алмазных зерен в связке. РСп КМ алмаз – SiC – связующее (оксидное стекло) при прочих равных условиях зависит от их пористой структуры. Зависимость РСп от микроструктуры КМ проявляется как форма присутствия связующего в КМ: смачивание поверхности частиц прекурсора стекла приводит к тому, что основная часть стекла (при содержании в КМ 10-20 об. %) присутствует в форме пленок на поверхности частиц наполнителей, а не между ними.

На поверхности МНК синтетического алмаза после обработки присутствуют отдельные углубления и сколы, в которых находятся продукты износа связки (рис. 3 а). Содержание кремния в продуктах износа достигает 0,43 мас. %, кислорода 10,44 мас. %. Поверхность ПК после обработки композиционным материалом алмаз – SiC – ОПС состоит из сглаженных участков, между которыми присутствуют участки сколов (рис. 3 б). Морфология поверхности износа ПК марки АРС-3 после его обработки АКМ алмаз – SiC – ОПС представляет собой совокупность исходных алмазных зерен со следами обработки, на отдельных зернах присутствуют участки сколов (рис. 3 в). Морфологию поверхности износа КМ системы алмаз – SiC – связующее (оксид-полимерное) формируют алмазные зерна с площадками износа, которые выступают над матрицей (связкой).

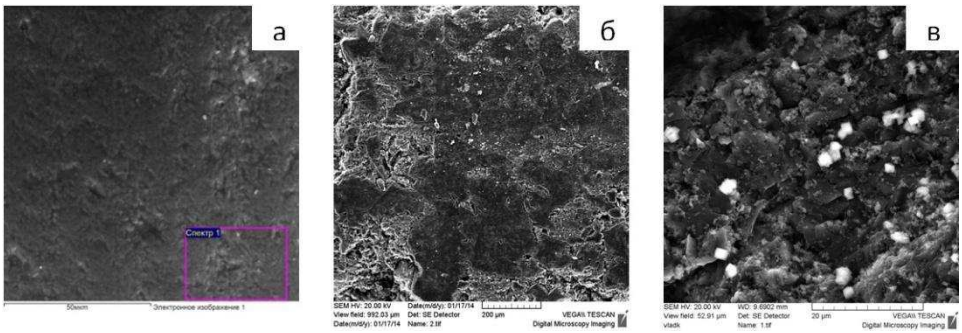


Рисунок 3 - Морфология поверхности износа после шлифования АКМ алмаз – SiC – ОПС: а – МНК синтетического алмаза; б – ПК марки АСПК; в – ПК марки АРС-3

На поверхности АКМ присутствуют и продукты износа связки (рис. 4 а). При обработке ПК алмаза марки АСПК алмазные зерна на поверхности алмазоабразивного композиционного материала изношены и находятся на одном уровне со связкой, на поверхности свя-зки присутст-вуют продукты ее износа (рис. 4 б). При обработке ПК типа АРС-3 на поверхности износа АКМ алмазные зер-на обнажены и выступают над связкой, на поверхности зерна присутствуют участки сколов, площадки износа на алмазных зернах отсутствуют (рис. 4 в).

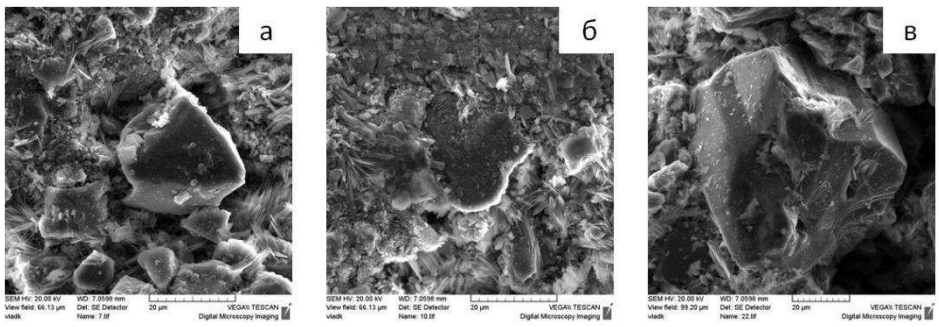


Рисунок 4 - Морфология поверхности износа композиционного материала алмаз – SiC – ОПС после шлифования: а – МНК синтетического алмаза; б – ПК марки АСПК; в – ПК марки АРС-3

Режущая способность алмазоабразивных композиционных материалов (круг формы 1А1 150 х 5 х 6 х 32) при обработке МНК синтетического алмаза составила 0,028 карат/мин, удельный расход алмаза – 72 карат/карат. РСп АКМ с ОПС при обработке синтетического алмаза и ПК марки АСПК составляет 0,028 и 0,09 карат/мин, а с ОС 0,021 и 0,06 карат/мин. Производительность шлифования АКМ с ОС при обработке закаленной стали составила 390, а с ОПС – 340 мм^3/мин. Таким образом, АКМ на основе оксид-полимерных матриц позволяют обрабатывать более широкий ассортимент материалов, чем при применении АКМ на керамических связках.

Работа выполнялась в рамках договора Т17 Арм-016 с БРФФИ.

УПРАВЛЕНИЕ ЦИКЛИЧЕСКОЙ РАБОТОЙ СИЛОВОГО ДВИГАТЕЛЯ НА ЭФФЕКТЕ ПАМЯТИ ФОРМЫ

Прядко А.И., Николаев В.И., Пульнев С.А., Чикиряка А.В.
ФТИ им. А.Ф.Иоффе, 194021 Санкт-Петербург, Россия,
nkvlad@inbox.ru

Приводы и двигатели на материалах с эффектом памяти формы (ЭПФ) имеют свою нишу в области применения, где крайне важны габариты, как, например, в мини- и микророботах. Известно, что в этом формате по соотношению развиваемой силы к массе они превосходят приводы, работающие на других принципах [1]. В данной работе исследованы аспекты управления циклической работой двигателя на кристаллах с ЭПФ при развитии в них полной и неполной деформации памяти формы [2].

Предварительно были проведены исследования свойств материала силовых элементов из монокристаллического сплава Cu–13.5%Al–5.0%Ni, выращенных вдоль направления <100> путем термоциклирования растяжением при постоянной нагрузке. Образцы имели по данным дифференциального сканирующего калориметрического анализа следующие характеристические температуры мартенситных превращений: $M_н$ = 52°C, $M_к$ = 39°C, $A_н$ = 49°C, $A_к$ = 60°C. Максимальная деформация памяти формы при термоциклировании достигает максимальной величины 8.5% при напряжении 62 МПа и при дальнейшем увеличении напряжения сохраняет свою величину. Примеры термодеформационных петель исследуемого монокристаллического сплава Cu–13.5%Al–5.0%Ni для напряжений 4, 40 и 180 МПа приведены на рис. 1.

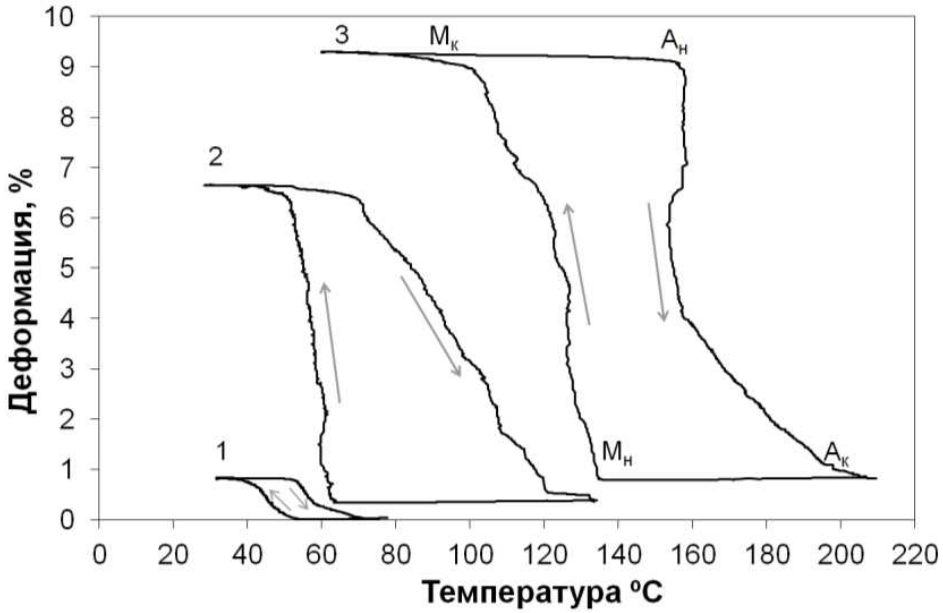


Рисунок 1 - Зависимость деформации от температуры при термоциклировании монокристалла сплава Cu–13.5%Al–5.0%Ni в режиме растяжения под нагрузкой при напряжениях 4, 40 и 180 МПа (кривые 1, 2 и 3 соответственно).

На рис. 2а. представлена структурная схема вращательного двигателя с двумя силовыми элементами СЭ1 и СЭ2, которые одними концами шарнирно закреплены на корпусе двигателя, а другими на равноплечем рычаге-коромысле, установленном на выходном валу двигателя.

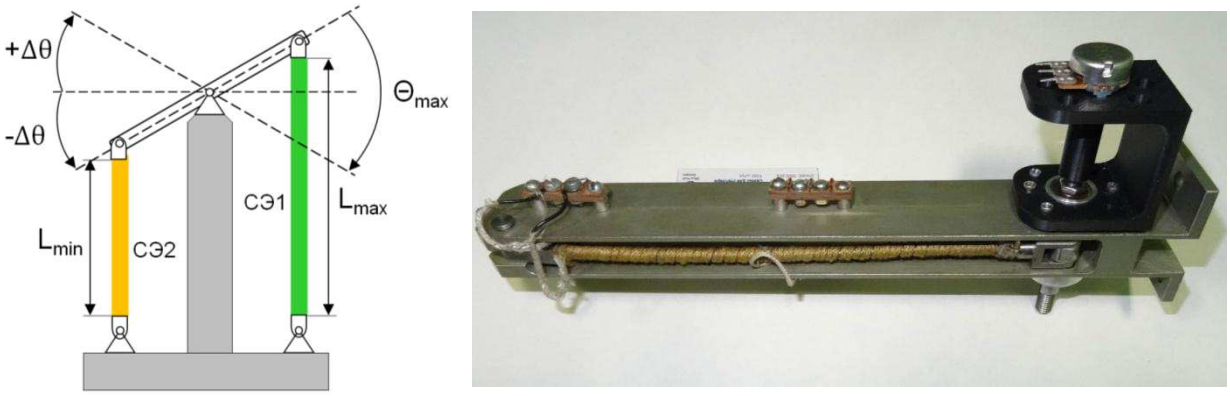


Рисунок 2 - Структурная схема (а) и макетный образец (б) циклического двигателя.

Оба силовых элемента, работающие на растяжение, выполнены из монокристаллов сплава Cu-Al-Ni в виде стержня, ориентированного вдоль $[100]_A$ и имеют индивидуальные спиральные электрические нагреватели. В соответствии с выбранной схемой был изготовлен макетный образец вращательного циклического двигателя, который представлен на рис 2б.

Управление двигателем осуществляется при помощи разработанной и изготовленной системы управления с программой, реализованной в среде MatLab. Охлаждение силового элемента происходит естественным путем по каналам кондуктивного, конвективного теплопереноса в окружающую среду и теплоотдачи излучением. Скорость охлаждения в диапазоне рабочих температур от 220 до 50°С по мере снижения температуры уменьшается примерно в два-три раза. При этом скорость нагрева силового элемента зависит от подаваемой на нагреватель мощности и может быть значительно больше скорости охлаждения. Эффективное управление тепловыми режимами рабочих элементов заключается в согласовании скоростей нагрева и охлаждения. При этом сила, развиваемая нагреваемым элементом, будет больше силы, необходимой для растяжения охлаждаемого элемента. Так как силовые элементы механически связаны друг с другом, выполняется следующее условие:

$\varepsilon_1(T1) + \varepsilon_2(T2) = \varepsilon_{эпф}$

Это принцип положен в основу алгоритма и его реализации в компьютерной программе по управлению двигателем в циклическом режиме.

На начальном этапе экспериментов по управлению двигателем в циклическом режиме работы отрабатывался алгоритм согласования скоростных режимов нагрева и охлаждения силовых элементов и осуществлялся подбор параметров ПИД-регулятора, после чего были проведены серии экспериментов, по управлению двигателем.

При испытании двигателя в качестве граничных температур диапазона были выбраны температуры 70°С и 170°С, которые обеспечивают работу двигателя в полном интервале мартенситных превращений у силовых элементов с памятью формы. В начальный момент времени силовые элементы находятся на разных концах петли гистерезиса (первый нагрет до 70°С, а второй до 170°С). Для начала поворота двигателя, второй элемент начинает охлаждаться (при выключенном нагревателе, естественным путем), а первый с той же скоростью начинает нагреваться. Углы поворота в двигателе изменяются в пределах от 0° до 61°. При этом изменение деформаций силовых элементов происходят согласованно, а величина максимальной деформации равна $\varepsilon_{эпф}$ = 7.6 %, что близко к значению полной деформации памяти формы в этих кристаллах вдоль направления [100]. Результаты испытаний двигателя в циклическом режиме, которые представлены в виде температурно-деформационных зависимостей силовых элементов, а также зависимость температур силовых элементов и угла поворота вала двигателя от времени представлены на рис. 3.

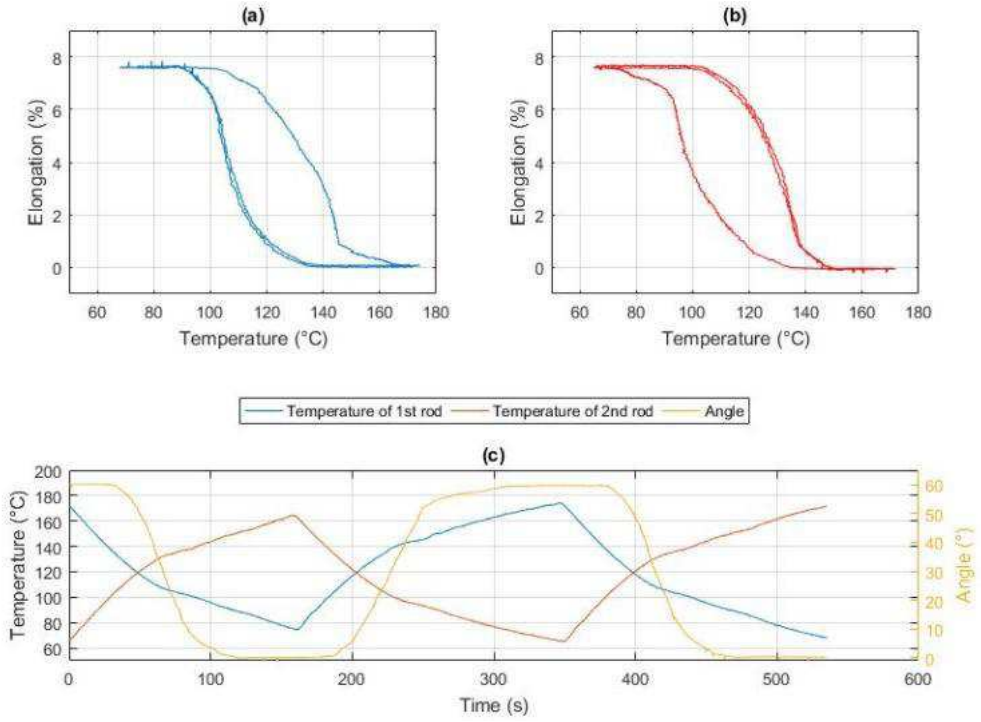


Рисунок 3 - (а) – зависимость удлинения первого силового элемента от температуры,
(б) – зависимость удлинения второго силового элемента от температуры,
(в) – зависимость температур силовых элементов и угла поворота вала двигателя от времени.

Аналогичные эксперименты работы двигателя в циклическом режиме проводились при неполном интервале мартенситных превращений у силовых элементов. Для этого были уменьшены рабочие диапазоны изменения температур.

Полученные результаты свидетельствую о возможности эффективного управления двигателем при повторяющихся циклах.

Литература

[1] S. Besseghini, S. Pittaccio, E. Villa, S. Viscuso. Sensors and Actuators, A 158, 2010, pp. 149-160.

[2] Николаев В.И., Аверкин А.И., Егоров В.М., Малыгин Г.А., Пульнев С.А., ФТТ, 2014, т.56, 3, 508-511.

ATOMISTIC SIMULATION OF SHOCK-WAVE COMPACTION OF METALS NANOPARTICLES

Ebel A.A., Al-Sandoqachi M.Kh.A., Mayer A.E.
Department of Physics, Chelyabinsk State University, 454001 Chelyabinsk, Russian,
Department of Nanotechnology, South Ural State University, 454080 Chelyabinsk, Russian
ebelaa@susu.ru

Shock wave compaction of particles [1,2] is one of the methods for producing nanostructured materials. A molecular-dynamic simulation of the compaction of metal nanoparticles under the action of a shock pulse of picosecond duration is considered. Such a compression pulse can occur when metals are irradiated with powerful femtosecond laser pulses. The layers of nanoparticles are placed in a container or placed freely on the surface of the sample and retained by adhesion forces [3,4]. The pressure pulse on the surface of the system was set by means of an additional external force acting on a thin layer of atoms. The external force acts during the pulse duration, after which the surface becomes free. A shock pulse is formed in the substrate, which is a shock wave and the following discharge wave. Under the action of the shock wave, compaction occurs due to strong plastic deformation of the nanoparticles. Calculations were carried out for aluminum and copper nanoparticles based on the embedded atom method (EAM). An analysis of structural defects was carried out using a centrally symmetric parameter. For the case of nanoparticles in a container, we studied the production of a compact, depending on the amplitude and duration of the shock compression pulse.Depending on the parameters of the action, either elastic compression of nanoparticles or their plastic deformation resulting in compaction was observed.It is shown that the impact of high impact pressures leads to an increase in the number of structural defects and to the danger of a sample breaking due to the rapid process of unloading behind the front of the shock wave. The parameters of the compression pulse are determined to obtain a compact. The impact of successive pulses of shock compression on the opposite surface of the substrate with a layer of nanoparticles adhered to by adhesion also leads to a gradual compaction of the layer into the nanostructured coating. The absence of ejection of nanoparticles is associated with a particularly high value of the adhesion force, which allows nanoparticles to adhere to each other and to the substrate when they are compacted by a shock compression pulse. Molecular-dynamic simulation shows that a rather wide range of parameters (amplitude, duration and number of compression pulses) can be obtained, leading to the compaction of nanoparticles without disrupting the integrity of the sample. The considered method can be generalized for the formation of nanostructured coatings of various compositions. The thickness of the nanocrystalline coating can be locally changed and controlled by the number of active pulses. The work is supported by the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation, state task No. 3.2510.2017/PP.

1. Gourdin W.H. Dynamic consolidation of metal powders // Progress in Materials Science. 1986. Vol. 30. № 1. P. 39-80.

2. Meyers M.A. Shock consolidation: microstructurally-based analysis and computational modeling / M.A. Meyers, D.J. Benson, E.A. Olevsky // Acta Materialia. 1999. Vol. 47. № 7. P. 2089-2108.

3. Mayer A.E. Shock-induced compaction of nanoparticle layers into nanostructured coating / A.E. Mayer, A.A. Ebel // Journal of Applied Physics. 2017. Vol. 122. № 16. P. 165901.

4. Ebel A.A Influence of deposited nanoparticles on the spall strength of metals under the action of picosecond pulses of shock compression / A.A. Ebel, A.E. Mayer // Journal of Physics: Conference Series. 2018. Vol. 946. № 1. P. 012045.

ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ $(Bi,Sb)_2Te_3$, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ИСКРОВОГО ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ

Богомолов Д.И.,[1] Лаврентьев М.Г.,[1,2] Панченко В.П.,[1,3] Воронов М.В.,[3] Табачкова Н.Ю.[1]

[1] Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия

[2] ООО "РМТ Электроникс", Москва, Россия

[3] АО Государственный научно-исследовательский и проектный институт редрометаллической промышленности «Гиредмет», Москва, Россия

ntabachkova@gmai.com

Причины, вызывающие рост термоэлектрической эффективности (ZT) в материалах p-типа на основе халькогенидов сурьмы и висмута, полученных прессованием из нанопорошков до сих пор остаются неясными. В настоящее время нет четких представлений о том, связан ли рост ZT с эффектами внутри зерен за счет большого количества дефектов, образующихся при помоле и прессовании порошка, или с влиянием межзеренных границ. Самой распространенной, точкой зрения является та, что в наноструктурных образцах рассеяние фононов на границах зерен происходит сильнее, чем рассеяние электронов, благодаря чему теплопроводность убывает быстрее электропроводности. Однако сравнение длин свободного пробега электронов и фононов с размерами зерен не подтверждают эту точку зрения.

Цель работы – изучение формирования структуры и свойств твердых растворов $(Bi,Sb)_2Te_3$ в зависимости от условий проведения процесса искрового плазменного спекания.

Порошки твердых растворов $(Bi,Sb)_2Te_3$ получали из синтезированного материала заданного состава. Компактные образцы получали методом искрового плазменного спекания в установке SPS–511S. Спекание проводили при температурах от 250 до 550ºС под давлением 50 МПа в течение 5 мин. Скорость нагрева до максимальной температуры изменяли от 50 до 400°С/мин. Структурные исследования порошков и спеченного материала проводили методом рентгеновской дифрактометрии и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Термоэлектрических свойства объемных материалов измеряли при комнатной температуре методом Хармана.

Поскольку свойства объемного материала в большой мере зависят от его структуры, было проведено исследование образцов на различных стадиях их получения от порошка до спеченного объемного материала. Методами рентгеновской дифрактометрии и ПЭМ было установлено, что частицы порошка твердого раствора $(Bi,Sb)_2Te_3$ сохраняли состав исходного материала, средний размер частиц порошка составлял ~10 нм.

Исследование фазового состава и тонкой структуры компактных образцов $(Bi,Sb)_2Te_3$ показали, что все образцы, были однофазные. По уширению дифракционных линий было обнаружено немонотонное изменение размеров областей когерентного рассеяния (ОКР) от температуры спекания. Для получения более полного представления о структуре образцов было проведено исследование методом ПЭМ, которое показало, что уже при 250 ºС зерна имеют размер на порядок больше исходных частиц порошка и продолжают расти по мере повышения температуры спекания до 400 ºС. Для образцов, спеченных при температурах от 250ºС до 350ºС, характерен разброс зерен по размерам, который уменьшается при температуре спекания 400ºС. По данным просвечивающей электронной микроскопии, в образцах, спеченных при 400ºС увеличивается количество межзеренных стыков, приближающихся к равновесным и внутренняя структура зерен становится более

совершенной. При температуре спекания 450ºС картина на изображениях ПЭМ резко меняется. В структуре появляется большое количество наноразмерных зерен (~10–20 нм), расположенных преимущественно внутри объема зерна. Размеры ОКР при этой температуре спекания уменьшаются. При температуре спекания 500ºС количество новых зерен существенно возрастает, а сами они увеличиваются в размерах и имеют хорошую огранку. В объеме «старого» зерна наблюдаются зерна разного размера: вновь зародившиеся и успевшие вырасти в процессе спекания. В некоторых случаях вновь выросшие мелкие зерна занимают весь объем «старого» зерна. В структуре спеченных при 500ºС образцов наблюдаются поры, размер и количество которых значительно больше, чем при температуре 450ºС. При температуре спекания 550ºС выросшие мелкие зерна занимают весь объем «старых» зерен, в результате чего формируется новая структура, состоящая из сравнительно крупных зерен.

Рассмотрим возможную связь термоэлектрических свойств материала, полученного методом искрового плазменного спекания при различных температурах, с соответствующими изменениями структуры. Возрастание электропроводности с повышением температуры спекания может быть обусловлено двумя факторами. С одной стороны, при низких температурах спекания (по крайней мере, до 350 ºС) образцы являются недоспеченными, о чем свидетельствует низкая относительная плотность материала. С увеличением температуры спекания до 350–400 ºС уменьшается доля межзеренных границ с высоким электрическим сопротивлением. С другой стороны, возрастание электропроводности при увеличении температуры спекания может быть связано с перераспределением и изменением формы нахождения неравновесных собственных точечных дефектов. При температуре спекания до 400 ºС теплопроводность возрастает в результате увеличения электронного вклада. Однако при температурах спекания выше 400 ºС, при которых происходит образование новых мелких зерен в объеме старого зерна, наблюдается уменьшение теплопроводности. Такое снижение теплопроводности при продолжающемся возрастании электропроводности может быть обусловлено только уменьшением решеточной (фононной) теплопроводности.

Соотношения времени нагрева в импульсах к времени отключения тока может позволить выявить роль процессов диффузии отдельных точечных дефектов с одной энергией активации и кооперативных процессов движения дислокаций и границ зерен с другой энергией активации. При уменьшении эффективного времени нагрева уменьшается средний размер зерен. Но количество мелких частиц внутри зерен тоже уменьшается. Значит процессы, связанные с кооперативным смещением дефектов (дислокаций и границ зерен) преобладают над диффузией точечных дефектов. Зарождение частиц связанное с диффузией точечных дефектов внутри зерен подавляется при уменьшении соотношения времени нагрева в импульсах к времени отключения тока. Увеличение количества импульсов в пакете усиливает роль процессов индивидуальной диффузии точечных дефектов приводящих к образованию новых зерен.

Увеличение скорости нагрева при искровом плазменном спекании не повлияло на структуру полученных образцов. Средний размер зерен и внутренняя структура зерна при увеличении скорости нагрева от 50 до 400°С/мин не изменилась, но появись крупные поры по границам зерен. Появление пор преимущественно по границам зерен говорит о том, что в данном случае существенную роль играет зернограничная диффузия.

Таким образом, в искровом плазменном спекании на формирование структуры оказывает существенное влияние кратковременный локальный перегрев в объёме

зерен, опережающий диффузию к границам зерен. В данных условиях эксперимента варьируя температурный режим, скорость нагрева и создание градиента температуры между центром и границей зерен с помощью чередования импульсов и их отключения не удалось подавить рост зерен связанных с рекристаллизацией. Но удалось разделить диффузионные процессы с разными энергиями активации формирующие структуру и выявить образование локальных частиц того же материала внутри объема зерен. Увеличивая градиент температуры между центром и границей зерна возможно влиять на структурные превращения связанные с участием индивидуальных точечных дефектов приводящих к зарождению новых частиц внутри объема зерен. Полученные результаты позволяют заключить, что наряду с известными процессами формирования наноструктуры, существует другой – высокотемпературный, самоорганизующийся процесс формирования наноструктурного материала, в основе которого лежит перераспределение и изменение формы нахождения неравновесных точечных дефектов. Это расширяет возможности управления свойствами объемного термоэлектрического материала на основе $(Bi,Sb)_2Te_3$.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 18-32-20211 мол_а_вед.

МОДЕЛЬ ПРЕВРАЩЕНИЯ И ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ СУБСТРУКТУРЫ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ В УСЛОВИЯХ МЕГАПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

Черепанов Д.Н., Соловьёва Ю.В., Старенченко В.А., Липатникова Я.Д.
Томский государственный архитектурно-строительный университет, Томск, Россия, d_n_ch@mail.ru

В работе представлены результаты математического моделирования процессов деформационного измельчения субструктуры металлических монокристаллов. Расширена модель дислокационной кинетики чистых ГЦК-металлов, учитывающая формирование малоугловых границ разориентации, сформулированная нами ранее [1 – 3]. В предлагаемом варианте модели наряду с накоплением малоугловых границ, учитывается формирование большеугловых границ разориентации. Сформулирован физический критерий образования большеугловых границ, на основе которого сконструировано математическое уравнение кинетики накопления плотности большеугловых границ разориентации. В модели учтены процессы первичной и вторичной динамической рекристаллизации.

При построении модели предполагалось, что N дислокационных источников в единице объёма за время Δt испускают порцию в среднем из Δn дислокационных петель, которые образуют скопление на границе зоны сдвига. Время Δt существования скопления определяется скоростью перемещения межузельных атомов, сгенерированных в зоне сдвига, к краевым сегментам дислокационных петель, поскольку переползание краевых сегментов приводит к перестроению дислокационных скоплений в малоугловые дислокационные стенки на границах зон сдвига. Каждый акт перестроения дислокационных скоплений в стенки приводит к снятию обратных полей напряжений и к испусканию источником очередной порции дислокационных петель. В результате такой пульсирующей работы дислокационного источника вокруг него образуются скопления дислокационных стенок, которые вносят определяющий вклад в локальную избыточную плотность дислокаций одного знака, рост которой ведёт к увеличению разориентировки фрагментов. Продолжение деформационного воздействия на фрагментированный металлический материал до мегапластических степеней деформации приводит последовательно к образованию большеугловых границ разориентации, поликристаллизму, измельчению зёрен, динамической рекристаллизации и вторичной фрагментации.

Предполагается, что основным механизмом формирования большеугловых стенок разориентации является перестроение скоплений из некоторого количества n_G малоугловых стенок наклона на границах зон сдвига вследствие того, что их суммарная энергия $\gamma_W n_G$ оказывается выше, чем энергия γ_G большеугловой стенки с разориентировкой, равной суммарной разориентировке $\theta_W n_G$ скопления малоугловых стенок. Таким образом, за время $n_G \Delta t$ каждый дислокационный источник генерирует пару большеугловых границ, и приращения продуктов деформации за этот промежуток времени принимают вид: $n_G \Delta a = n_G S_D b \Delta n N$ для деформации сдвига, производимой петлями, испускаемыми источниками дислокаций; $n_G \Delta c_k = n_G w_k S_D^s c_j b^2 \Delta n N$ для концентраций точечных дефектов k -го типа (межузельных атомов, моно- и би-вакансий); $n_G \Delta \rho_d^v = n_G n_d \ell_d \Delta n N$ и $n_G \Delta \rho_d^i = n_G n_d \ell_d \Delta n N$ для плотностей дислокаций в дипольных динамических конфигурациях вакансионного и межузельного типов; $n_G \Delta \rho_m = n_G P_D \Delta n N$ для плотности сдвигообразующих дислокаций, образующих скопления по периметру зон сдвига; $n_G \Delta N_W = n_G d_W F_e D_e^{-1} S_D w_W^m \Delta n N$ для плотности малоугловых границ (их площади в единице объёма). Здесь использованы обозначения: b – модуль вектора Бюргерса; $S_D = D_s D_e$ и $P_D = (F_e D_s + F_s D_e)$ – средняя площадь, заметаемая дислокационной петлёй и её средний периметр; D_s и D_e – средние диаметры зоны сдвига; F_e и F_s – геометрические факторы; S_D^s – площадь заметаемая винтовыми сегментами; c_j – линейная плотность порогов на винтовых сегментах; w_k - доля генерируемых точечных дефектов k -го типа; n_d и ℓ_d – число элементарных диполей и их средняя длина; d_W – расстояние между дислокациями, образующими малоугловую стенку наклона; θ_W– угол разориентировки, создаваемой малоугловой стенкой наклона; w_W^m – доля скоплений сдвигообразующих дислокаций,

перестраивающихся в малоугловые стенки под воздействием потоков межузельных атомов и сдвигового напряжения.

Для моделирования формирования большеуголовых границ предлагается ввести в рассмотрение плотность большеугловых границ N_G, как их площадь в единице объёма, которая в поликристаллах обратно пропорциональна среднему размеру зерна d_G. Тогда за время $n_G\Delta t$ образуются большеугловые границы с плотностью $n_G = \gamma_G\gamma_W^{-1}$в $n_G = \gamma_G\gamma_W^{-1}$ раз меньшей чем плотность малоугловых стенок, т. е. $\Delta N_G = n_G^{-1}\Delta N_W$.

Здесь впервые предлагается использовать энергетический критерий: $\gamma_G < n_G\gamma_W$ образования большеугловой стеноки из скопления малоугловых стенок наклона. Для средней энергии малоугловых стенок при условии $\theta_W \le \theta_M$ используется уравнение Рида-Шокли

$$\gamma_W = \frac{Gb\theta_W}{2\pi(1-\nu)}\left(1 - \ln\frac{b}{2\pi r_0\theta_W}\right) = \gamma_M\frac{\theta_W}{\theta_M}\left(1 - \ln\frac{\theta_M}{\theta_W}\right), \quad (1)$$

где r_0 – радиус ядра дислокации; ν – модуль Пуасона; $\theta_M \approx 10°$ – максимальный угол разориентировки малоугловых границ; γ_M – максимальная энергия малоугловых границ.

Известные значения γ_G [4] незначительно превышают γ_M, однако малоугловые стенки с максимальной энергией возникают только на поздней стадии фрагментации, поэтому в процессе перестройки в большеугловые границы участвуют малоугловые стенки с энергией значительно меньшей, чем γ_G, что и обуславливает энергетическую выгодность такой перестройки. Число n_G стенок в перестраивающемся их скоплении убывает с ростом γ_W.

В результате перестроек скоплений малоугловых стенок появляется большеугловые стенки с разориентировкой $\theta_G = \theta_W n_G$ и плотностью геометрически необходимых дислокаций

$$\rho_G = \frac{\theta_G}{bd_G} = \theta_G N_G b^{-1} = \theta_W n_G N_G b^{-1}. \quad (2)$$

В экспериментально наблюдаемый средний угол разориентировки, подсчитываемый по формуле

$$\theta = 2\arcsin(0{,}5bD_s\rho_\theta)\,. \quad (3)$$

вносят вклад все дислокации, образующие локально избыточную плотность дислокаций ρ_θ, включая скопления сдвигообоазующих дислокаций, малоугловые и большеугловые стенки.

Для интенсивности генерации (в процессе пластической деформации) большеугловых границ здесь впервые предлагается использовать уравнение

$$\frac{\mathrm{d}N_G}{\mathrm{d}a} = \frac{1}{n_G}\frac{\mathrm{d}N_W}{\mathrm{d}a} = n_G^{-1}d_W F_e D_e^{-1} b^{-1} w_W^m. \quad (4)$$

Превращение и измельчение деформационных субструктур происходит за промежутки времени: $\Delta t\Delta n^{-1}$ – испускания одной петли, Δt – образования малоугловых стенок, $n_G\Delta t$ – образования большеугловых стенок, различающиеся на порядки. Этим промежуткам соответствует формирование хаотической дислокационной субструктуры за время $\Delta t\Delta n^{-1}$, неразориентированной ячеистой субструктуры за время Δt и фрагментированной субструктуры за время $n_G\Delta t$.

Появление поликристаллической субструктуры происходит тогда, когда большеугловые стенки заполняют весь объём материала и начинают взаимодействовать между собой и стенками малоугловых границ.

Вследствие механизмов динамической рекристаллизации плотность границ зёрен уменьшается и начиная с некоторой степени деформации средний размер зерна сохраняется постоянным, хотя в крупных зёрнах происходит вторичная фрагментация и повторяется процесс формирования большеугловых стенок с последующим измельчением субструктуры и динамической рекристаллизацией совокупности зёрен некоторого минимального (для рассматриваемых условий деформирования) диаметра.

Для исследования динамической рекристаллизации методом математического моделирования, как правило, используется уравнение $\dot{d}_G = M_G\Delta F$ для скорости

изменения среднего диаметра зерна, где M_G – мобильность границ зёрен, ΔF- разность между движущей силой миграции границ и силами сопротивления [4].

Учитывая $N_G = d_G^{-1}$ и следствие $2d_G\dot{d}_G = 4b^2\gamma_G D_b^* k_B^{-1}T^{-1}$ из закона собирательной рекристаллизации $d_G^2 - d_G^2(0) = 4tb^2\gamma_G D_b^* k_B^{-1}T^{-1}$ (ширина границы принимается равной $2b$), где D_b^* – коэффициент зёрнограничной диффузии в условиях миграции границ [4], для скорости уменьшения плотности большеугловых границ вследствие динамической рекристаллизации получаем уравнение

$$\dot{N}_G = -d_G^{-2}\dot{d}_G = -N_G^2\dot{d}_G = -2N_G^3 b^2\gamma_G D_b^* k_B^{-1}T^{-1}. \quad (5)$$

Для первичной рекристаллизации со скоростью $\dot{d}_G = \alpha\gamma_G d_G^{-1}M$ получаем

$$\dot{N}_G = -\alpha\gamma_G M_G d_G^{-3} = -\alpha\gamma_G M_G N_G^3. \quad (6)$$

В случае вторичной рекристаллизации зависимость более сложная

$$\dot{N}_G = -\gamma_G M_G d_G^{-2}\frac{d_{кр}-d_{мелк}}{d_{кр}d_{мелк}} = -\gamma_G M_G N_G^2\frac{d_{кр}-d_{мелк}}{d_{кр}d_{мелк}}, \quad (7)$$

и зависит от распределения зёрен по размерам.

В итоге, имеем уравнение кинетики для плотности большеугловых границ

$$\dot{N}_G = \dot{a}n_G^{-1}d_W F_e D_e^{-1}b^{-1}w_W^m - \gamma_G(2N_G^3 b^2 D_b^* k_B^{-1}T^{-1} + \alpha M_G N_G^3 + M_G N_G^2\frac{d_{кр}-d_{мелк}}{d_{кр}d_{мелк}}). \quad (8)$$

В рамках сформулированной модели проведены численные расчеты для меди и никеля без учёта вторичной фрагментации до высокой степени сдвиговой пластической деформации, которую целесообразно называть мегапластической деформацией. Полученные зависимости от сдвиговой деформации для: сопротивления деформированию (кривые упрочнения); среднего размера фрагментов; среднего размера зерен; среднего угла разориентировки; концентраций точечных дефектов; суммарной плотности дислокаций (включая: сдвигообразующие ρ_m; в динамических дипольных конфигурациях ρ_d^v и ρ_d^i; в малоугловых стенках $\rho_W = N_W/d_W$; геометрически необходимые ρ_G); избыточной плотности дислокаций ρ_θ, попадают в полосы, образуемые доверительными интервалами для соответствующих экспериментальных данных, т. е. наблюдается хорошее согласие между данными численного и натурного экспериментов.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда, проект № 17-72-10042.

Список литературы

1. Старенченко В.А., Черепанов Д.Н., Соловьёва Ю.В., Попов Л.Е. Генерация и накопление точечных дефектов в процессе пластической деформации в монокристаллах с ГЦК структурой.// Изв. ВУЗов. Физика.- 2009, № 4, с. 60-71.

2. Старенченко В.А., Черепанов Д.Н., Селиваникова О.В. Моделирование пластической деформации кристаллических материалов на основе концепции упрочнения и отдыха в ГЦК-металлах.// Изв. ВУЗов. Физика.- 2014, том. 57, № 2, с. 4-14.

3. Черепанов Д.Н., Старенченко В.А., Селиваникова О.В. Генерация межузельных атомов в монокристаллах с ГЦК - структурой // Изв. ВУЗов. Физика.- 2015, том. 58, № 4, с. 16-23.

4. Чувильдеев В.Н. Неравновесные границы зерен в металлах. Теория и приложения. – М.: Физматлит, 2004. 304 с.

ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОВЕРХНОСТНЫХ Ti-Ta-СПЛАВОВ, СФОРМИРОВАННЫХ НА TiNi-ПОДЛОЖКЕ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННО-ПУЧКОВОГО СИНТЕЗА

[1]Дьяченко Ф.А., [1]Мейснер С.Н., [2]Яковлев Е.В., [1]Мейснер Л.Л.
[1]Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,
[2]Институт сильноточной электроники СО РАН,
г. Томск, Россия, E-mail: frozennonetroll@mail.ru

Введение. Сплавы на основе TiNi относятся к классу функциональных материалов, которые обладают способностью восстанавливать первоначально заданные форму и размеры благодаря эффектам памяти формы и сверхэластичности (ЭПФ-СЭ). Применение миниатюрных изделий (*микроактуаторов*) с неупругими эффектами в микроэлектромеханических системах позволяет решать множество нетривиальных задач, возникающих перед инженерами в сфере МЭМС-технологий [1].

Однако вопрос о состоянии функциональных и механических свойств и способах их улучшения не перестаёт представлять актуальность в физике упрочнения поверхности миниатюрных металлических материалов. В данной работе представлены результаты оценки функциональных и механических свойств многослойных нанокомпозитных поверхностных структур, сформированных на подложке сплава TiNi посредством осаждения легирующих компонентов и последующим их импульсном плавлении низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком (НСЭП). Благодаря комбинированной обработке на поверхности миниатюрного изделия можно сформировать тонкий слой, часто называемый в литературе поверхностным сплавом (ПС) [2]. Тем не менее, модификация поверхности миниатюрных изделий из TiNi сплавов не всегда положительно влияет на интегральные свойства исходного материала. В связи с этим необходимо при улучшении прочностных характеристик поверхности учитывать влияние обработок на такие важные функциональные свойства, как ЭПФ-СЭ.

Цель данной работы – оценить функциональные и механические свойства поверхностных Ti-Ta-сплавов, сформированных на TiNi-подложке методом электронно-пучкового синтеза.

Материал, методы обработки и исследования. В данной работе использовались образцы размерами 10×10×1 мм, которые были приготовлены методом электроэрозионной резки из пластины, изготовленной из промышленного сплава на основе TiNi марки ТН1 (ООО «Промышленный центр МАТЕК СПФ», Россия). Сплав выплавлен методом вакуумной индукционной плавки в печи с графитовым тиглем. Химический состав сплава: Ti–55.08 Ni–0.051 C–0.03 O–0.002 N (вес. %). Методика приготовления поверхности образцов TiNi-подложки подробно представлена в работе [3].

Формирование поверхностных Ti-Ta сплавов на TiNi-подложке осуществляли в едином вакуумном цикле на модифицированной автоматизированной установке «РИТМ-СП» (ООО «Микросплав», Россия) [2]. Подробное описание режимов осаждения Ti-Ta плёнок и последующее их НСЭП-плавление детально описаны в работе [4]. Для формирования поверхностных сплавов использовали плёнки двух составов: $Ti_{70}Ta_{30}$ и $Ti_{60}Ta_{40}$ (ат. %), толщина которых составляла ~50 нм. Число циклов «осаждения + импульсное плавление» составляло N = 20 и N = 30 соответственно, так, чтобы расчётная толщина поверхностного сплава не превышала ~1 и ~1,5 мкм. Далее поверхностные слои, синтезированные в описанных режимах, обозначены как $Ti_{70}Ta_{30}$/TiNi и $Ti_{60}Ta_{40}$/TiNi соответственно.

Исследование функциональных и механических свойств поверхностных Ti-Ta-сплавов на TiNi-подложке методом динамического наноиндентирования было проведено на установке Nano Hardness Tester (CSM, Швейцария) ЦКП НИИ ЯФ ТПУ (Россия, Томск). По полученным *P-h* диаграммам с использованием методики Оливера-Фарра [5] были определены значения динамической («невосстановленной») твёрдости H_{OP} и модуля Юнга E.

Параметр пластичности δ_H поверхностного слоя, который характеризует склонность материала необратимо деформироваться под действием нагрузки, оценивали, используя методологию [6]. Функциональные свойства поверхностного слоя оценивали, используя параметр η, характеризующий степень неупругого восстановления отпечатка индентора [7].

Результаты и их обсуждение. Функциональные и механические свойства поверхностных слоёв материала подложки и образцов с поверхностным Ti-Ta-сплавом разного состава проиллюстрированы на рисунке 1 в виде зависимостей динамической твёрдости H_{OP} (*а*), модуля Юнга E (*б*), параметра пластичности δ_H (*в*) и степени неупругого восстановления отпечатка η (*г*) от максимальной глубины проникновения нагруженного индентора h_{max} при изменении значения нагрузки P от 5 до 300 мН.

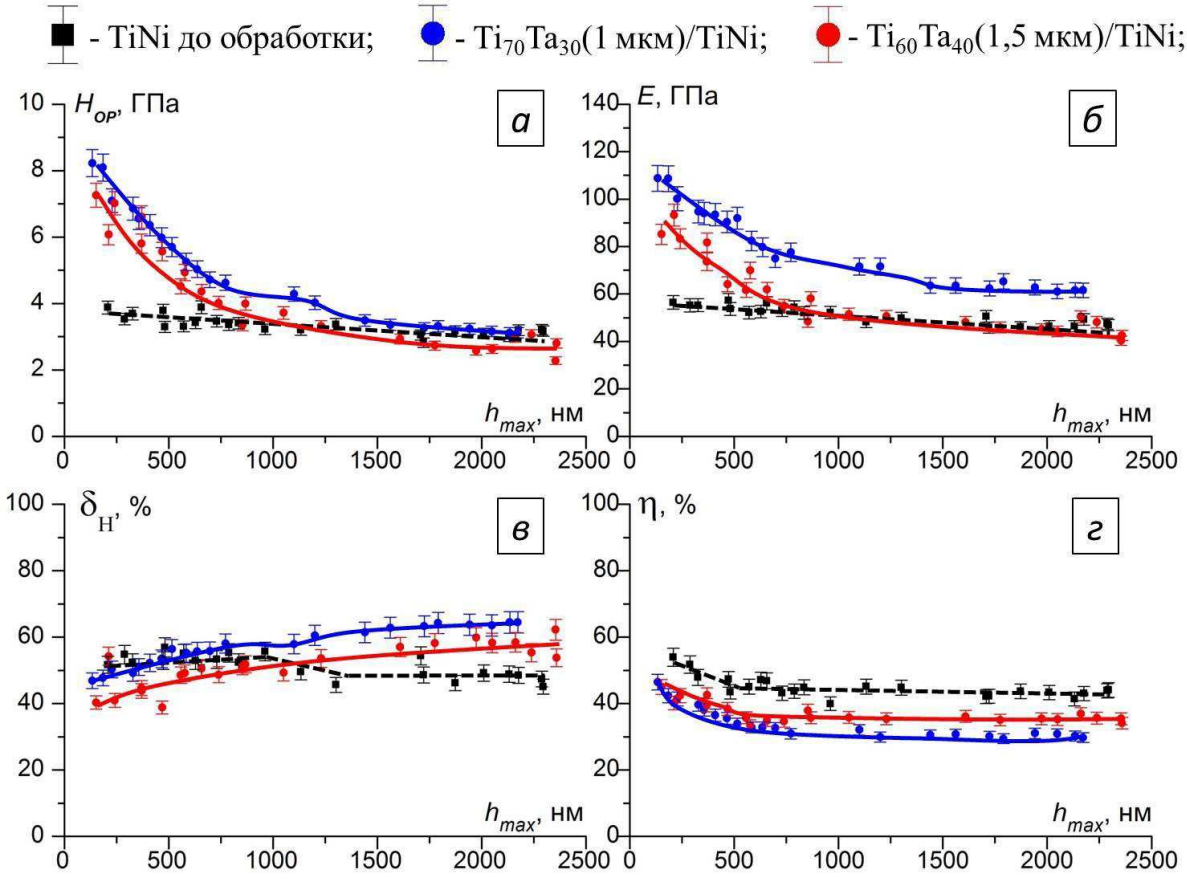


Рисунок 1 – Зависимости динамической твёрдости H_{OP} (*а*), модуля упругости E (*б*), характеристики пластичности δ_H (*в*) и степени восстановления отпечатка η (*г*) от максимальной глубины проникновения индентора h_{max} в образцах TiNi до и после формирования поверхностных Ti-Ta сплавов разного состава

Модификация поверхности сплава TiNi привела к градиентному изменению функциональных и механических характеристик. В поверхностном слое толщиной не более ~700 нм градиент их изменения больше, чем в подслое, расположенном на глубине большей расчётной толщины поверхностных сплавов, то есть на глубине более ~1 и ~1,5 мкм соответственно. Видно, что градиент изменения свойств поверхностного сплава $Ti_{60}Ta_{40}$/TiNi плавный и продолжительный (более ~1мкм) в отличие от $Ti_{70}Ta_{30}$/TiNi.

Сравнение механических свойств поверхностных сплавов разного состава показало, что вблизи поверхности (на глубине до ~500 нм) параметры отличаются:

$Ti_{70}Ta_{30}$/TiNi: $H_{OP} \approx (7\pm1)$ ГПа, $E \approx (95\pm5)$ ГПа $\delta_H \approx 50\%$.

$Ti_{60}Ta_{40}$/TiNi: $H_{OP} \approx (6\pm1)$ ГПа, $E \approx (75\pm15)$ ГПа $\delta_H \approx 45\%$.

Данные параметры становятся близки между собой по величине на глубине ~1,5 мкм, стабилизируются и не изменяют своих значений.

На рисунке 1*г* приведены результаты зависимости степени восстановления формы отпечатка индентора от его максимальной глубины проникновения η(h_{max}). Как видно, величина формовосстановления η плавно изменяется внутри слоя толщиной более ~2 мкм в обоих случаях обработки. Наличие поверхностных сплавов привело к понижению параметра η в модифицированных слоях (на глубине до ~1 мкм) не более чем на 10%. В нижележащих подслоях (на глубине более ~1 мкм) параметр η остаётся постоянным и меньшим, чем в поверхностном слое, не более чем на ~5%.

Заключение. Электронно-пучковый синтез поверхностных Ti-Ta сплавов, различных по толщине и составу на TiNi-подложке, приводит к градиентному изменению механических параметров, которые отличны друг от друга, однако становятся близки между собой по величине на глубине более ~1,5 мкм. Представленная модификация поверхности приводит к изменению функциональных свойств TiNi сплава не более чем на 10%.

Формирование поверхностных Ti-Ta сплавов проведено при финансовой поддержке Российского научного фонда (грант РНФ №18-19-00198 от 26.04.2018); исследование функциональных и механических свойств систем «поверхностный Ti-Ta сплав/TiNi подложка» выполнены в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23.

Список литературы

1. Mohd J.J., Leary M., Subic A., Gibson A.M. A review of shape memory alloy research, applications and opportunities // Mater. Des. – 2014. – Vol. 56. – P. 1078–1113.

2. Марков А.Б., Миков А.В., Озур Г.Е., Падей А.Г. Установка РИТМ-СП для формирования поверхностных сплавов // ПТЭ. – 2011. – №6. – С. 122–126.

3. Мейснер С.Н., Дьяченко Ф.А. Исследование физико-механических свойств и структуры поверхностных слоёв сплавов на основе никелида титана, сформированных облучением низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком // Избранные доклады IV Международной конференции студентов и молодых учёных. – Томск: Изд-во Том. гос. архит.-строит. ун-та. – 2017. – С. 42–47.

4. Meisner S.N., Yakovlev E.V., Semin V.O., Meisner L.L., Rotshtein V.P., Neiman A.A., D'yachenko F. Mechanical behavior of Ti-Ta-based surface alloy fabricated on TiNi SMA by pulsed electron-beam melting of film/substrate system // Appl. Surf. Sci. – 2018. – Vol. 437. – P. 217–226.

5. Pharr G.M., Oliver W.C. Measurement of thin film mechanical properties using nanoindentation // MRS Bulletin. – 1992. – Vol. 17. – P. 28–33.

6. Milman Yu.P., Galanov B.A., Chugunova S.I. Plasticity characteristic obtained through hardness measurement // Acta Met. Mater. – 1993. – Vol. 41. – № 9. – P. 2523–2531.

7. Crone W.C., Shaw G.A., Stone D.S., Johnson A.D., Ellis A.B. Shape recovery after nanoindentation of NiTi thin films // Charlotte. NC. – 2003. – P. 1–6.

ВЛИЯНИЕ ДОПИРОВАНИЯ МАЛЫМИ ДОБАВКАМИ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ НАНОПОРОШКОВ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ

Беличко Д.Р., Константинова Т.Е., Носолев И.К., Волкова Г.К., Лоладзе Л.В., Брюханова И.И., Малецкий А.В.

Донецкий физико-технический институт им.А.А.Галкина
Донецк, Украина
e-mail:danil.belichko@yandex.ru

Керамические материалы на основе нанопорошков диоксида циркония – это особый класс наноматериалов, которые имеют большой интерес в науке и технике. Совокупность уникальных свойств, таких как повышенная износостойкость, прочность, твёрдость, радиационная стойкость и хорошая биосовместимость данного материала обусловили широкое его применение во многих отраслях науки, медицины и промышленности. Сегодня керамика на основе диоксида циркония используется в качестве материала для эндопротезирования в ортопедии, травматологии и стоматологии, как материал для изготовления износостойких деталей в машиностроении, тяжёлой промышленности и металлургии, а также в энергетике в составе топливных элементов. Несмотря на широкий спектр применения диоксид-циркониевой керамики существует необходимость её изучения и улучшения свойств.

В работе [1] отмечено, что при допировании керамики малыми добавками оксида алюминия в ней проявляется устойчивость к тетрагонально-моноклинному превращению в гидротермальных условиях, что предотвращает её разрушение. Однако механизм создания этой устойчивости до сих пор не ясен и это вызывает интерес к изучению влияния допирования оксидом алюминия на структуру и механические свойства керамических материалов на основе диоксида циркония.

Порошки для исследования были получены методом совместного химического осаждения с введением различного количества оксида алюминия согласно формуле ZrO_2 + 3mol.%Y_2O_3 + nAl_2O_3, n=0,1,2,3,5.

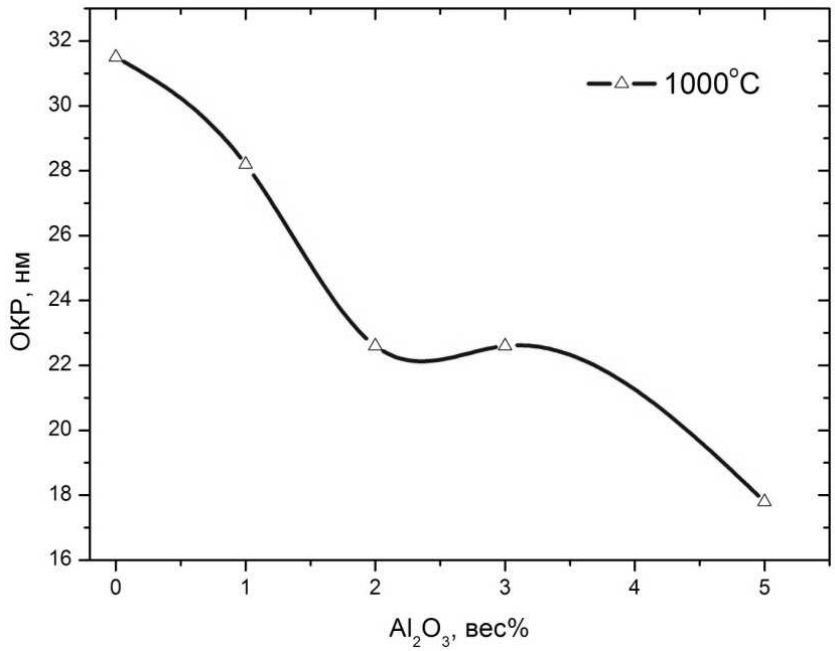


Рисунок 1 - Изменение размера областей когерентного рассеяния в диоксиде циркония с увеличением концентрации оксида алюминия

Рентгенофазовый анализ нанопорошков показал наличие в основном тетрагональной модификации в порошках диоксида циркония и уменьшение ОКР с увеличением концентрации Al_2O_3, хотя в свободном виде оксид алюминия не был обнаружен..

Далее порошки компактировались в в виде балочек в условиях высокого гидростатического давления равного 300 МПа и спекались при температуре 1500°С. Рентгенофазовый анализ керамики , полученной после спекания в печи показал наличие в исследуемых образцах более 90% тетрагонального диоксида циркония с небольшим количеством высокотемпературной кубической модификации (менее 10%) .

Зависимость плотности образцов от концентрации алюминия имела вид немонотонной кривой с максимумом в области 1 вес.% Al_2O_3.

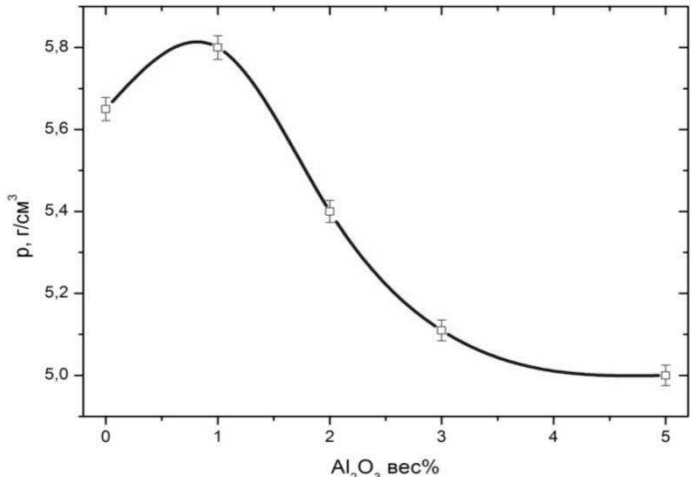


Рисунок 2 - Зависимость плотности исследуемых образцов диоксида циркония от концентрации легирующего оксида алюминия

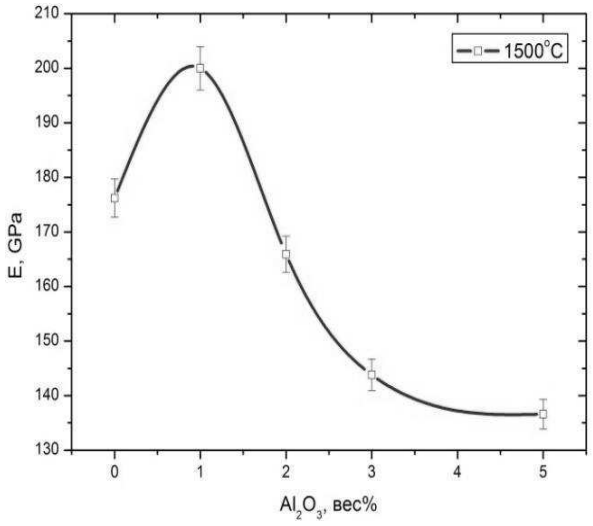


Рисунок 3 -Зависимость модуля Юнга диоксида циркония от концентрации легирующего оксида алюминия

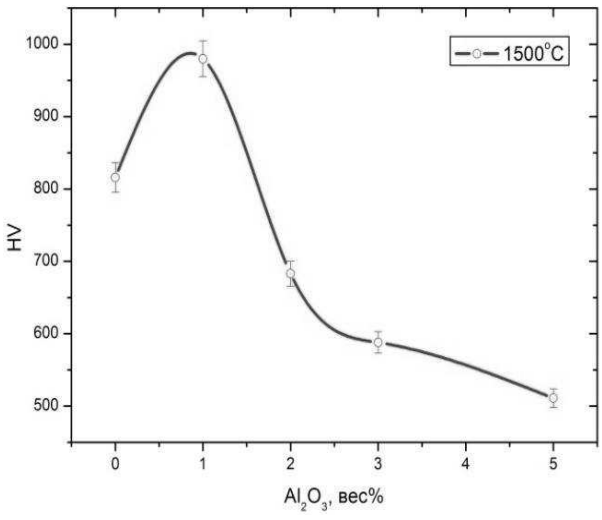


Рисунок 4 - Зависимость твёрдости по Виккерсу диоксида циркония от концентрации легирующего оксида алюминия

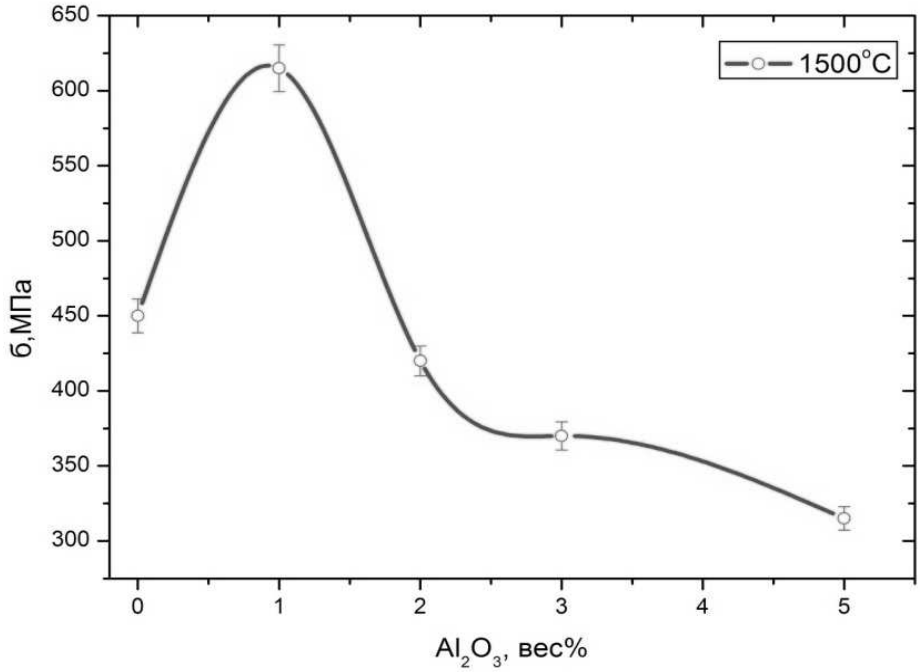


Рисунок 5 - Зависимость прочности исследуемых образцов от концентрации оксида алюминия

Методом составного пьезоэлектрического вибратора были получены значения резонансных частот исследуемых образцов и рассчитан модуль Юнга. Также были исследованы твёрдость по Виккерсу и прочность по методу 4-х точечного изгиба

Все приведенные выше зависимости имеют вид немонотонных кривых с максимумом соответствующем концентрации 1 вес.% Al_2O_3. Исследуемый материал представляет собой типичный пример порошковых наносистем, при консолидации которых достаточно очень малое количество действующего вещества. Полученный эффект обусловлен наличием большой удельной поверхности нанопорошковой системы. В данном случае показано что максимальный эффект уплотнения исследуемой порошковой системы, имеющей высокую удельную поверхность, наблюдается при введении всего 1 % алюминия. Однако, при увеличении концентрации алюминия происходит заметное ухудшение свойств керамики вероятно связанное с изменением состояния границ.

Литература

1. Фазовая стабильность керамики на основе нанопорошков ZrO_2–3 mol% Y_2O_3, компактированных в условиях высокого гидростатического давления / Ф.И. Глазунов, Г.К. Волкова, Т.Е. Константинова, И.А. Даниленко, В.А. Глазунова // Физика и техника высоких давлений. — 2014. — Т. 24, № 3-4. — С. 100-110.

НОВОЕ ПОКОЛЕНИЕ КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ ОКСИДНЫХ ПОРОШКОВ

Константинова Т.Е.[1], Даниленко И.А.[2], Брюханова И.И.[1], Лоладзе Л.В.[1]
Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина, ул.Р.Люксембург 71, Донецк, Украина, alta7@ukr.net ,
Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАН Украины, Киев, Пр. Науки, 48, Украина matscidep@aim.com

Технический прогресс с каждым годом предъявляет все новые и более жесткие требования к эксплуатационным характеристикам материалов и устройств, а одновременно с этим экономическая ситуация требует снижения затрат на производство изделий и стоимости материалов. Особенно ярко это проявляется в требованиях к износостойким изделиям, работающим в агрессивных условиях и при высоких температурах - это детали авиадвигателей, сопла, плунжеры и клапаны для различных систем подачи газов, жидкостей, сыпучих твердых тел и т.п. К настоящему времени свойства существующих материалов становятся недостаточными для удовлетворения этих растущих требований современного технического прогресса и в связи с этим задача создания качественно новых материалов с более высокими свойствами становится еще более актуальной. Одним из путей решения этой проблемы создание новых монолитных композиционных материалов с повышенной вязкостью разрушения и износостойкостью являются единственным решением этой проблемы. Ее решение состоит в выборе оптимальных типов материала матрицы и наполнителя, а также, что еще более важно, в возможности технологического решения воплощения научной работы в производство.

Среди керамических материалов особо выделяется диоксид циркония, обладающий необычайно широким набором свойств, в частности, высокой прочностью и трещиностойкостью, износо-, термо- и химической стойкостью, стойкостью к нейтронному потоку и высокой степенью биосовместимости. Этот материал является диэлектриком при комнатной температуре и хорошим ионным проводником при T>600^{o}C, а за счёт легирования ему можно придать люминесцентные и другие свойства. Такой уникальный набор свойств естественно притягивает огромный интерес к этому материалу в широком спектре направлений использования. Однако до сих пор коллосальные возможности диоксида циркония реализованы в малой степени, как в конструкционном, так и в функциональном назначении. Это связано прежде всего с тем, что у данного материала есть своя «ахиллесова пята», а именно склонность к низкотемпературной деградации. Имея очень высокую температуру плавления (2715^{o}C), керамический диоксид циркония (ZrO_2-3мол%Y_2O_3) в тетрагональной модификации, названный «керамической сталью» за уникальную среди керамических материалов прочность и трещиностойкость, растрескивается при относительно малых выдержках в атмосфере водяных паров и относительно низких температурах (30-300^{o}C). Естественно это ограничивает или даже исключает применение диоксидциркониевой керамики в качестве ответственных изделий, например имплантов или деталей машин, эксплуатируемых во влажной или агрессивной среде при температурах человеческого тела или нагреваемых в процессе работы.

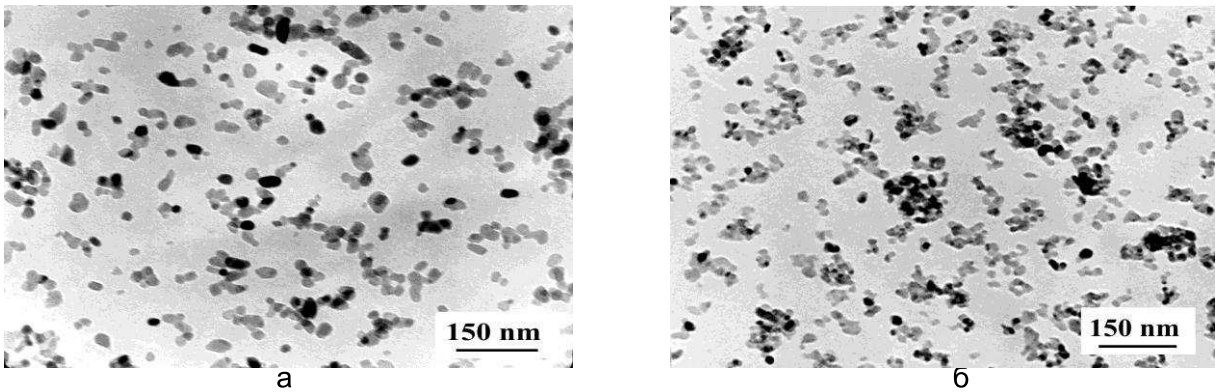
Механизм низкотемпературной деградации диоксидциркониевой керамики связан связан с мартенситным тетрагонально-моноклинным (Т-М) превращением, которое, как известно, и придает данному материалу очень высокий уровень свойств, в частности, это касается механических свойств - прочности, твердости, износостойкости, что позволило называть этот материал «керамической сталью». Отличие между трансформационным упрочнением и деградацией заключается в том, что в первом случае под влиянием напряжений впереди движущейся трещины образуются выделения М-фазы, имеющей больший удельный объём, чем исходная тетрагональная, которые останавливают трещину, а во втором - переход Т-М обусловлен взаимодействием ОН-групп с границами зерен диоксида циркония. Однако многие нюансы этого процесса в достаточной степени на сегодняшний день ещё не

изучены, хотя это крайне необходимо для предотвращения развития указанных опасных явлений.

В данной работе изучено влияние условий синтеза на склонность образцов к деградации, в частности, влияние типа прекурсора, выбранного для проведения синтеза, температуры синтеза, влияния легирования различными оксидами, размера и степени агрегации исходных наночастиц, условий компактирования и температуры спекания керамики. Исследования проведены с использованием технологии получения нанопорошков диоксида циркония, основанной на методе совместного осаждения исходных компонентов с подключением физических воздействий (СВЧ, ультразвук, импульсное магнитное поле), разработанной в отделе физического материаловедения Донецкого физико-технического института им. А.А. Галкина, г. Донецк. Технология позволяет получать слабоагрегированные монокристаллические нанопорошки с заранее определённым размером наночастиц и узким распределением их по размеру, заданным химическим и фазовым составом. Установлено, что все указанные выше внешние факторы могут изменять степень низкотемпературной деградации в ансамбле наночастиц. Установлена зависимость степени тетрагонально-моноклинного превращения нанопорошков от давления прессования и температуры последующего нагрева. Обнаружена деградация компактированных при разных давлениях в условиях гидростатического обжатия образцов на основе нанопорошков диоксида циркония при вылёживании прессованных образцов перед спеканием.

Результаты исследований показали существенное преимущество использования нанопорошков на основе диоксида циркония перед микронными порошками того же состава для предотвращения низкотемпературной деградации. Экспериментально реализованы исследования по использованию керамики на основе получаемых в ДонФТИ нанопорошков. Результаты экспериментов показали увеличение в 30-50 раз срока службы керамических деталей при эксплуатационных испытаниях по сравнению с аналогами из высокопрочной стали.

Во второй части данной работы особое внимание было уделено процессам синтеза нанопорошков композитного состава. Следует отметить, что эти исследования были направлены на создание и совершенствование нанокомпозитов на основе диоксида циркония 3Y-TZP и оксида алюминия Al_2O_3, особенно при низких концентрациях глинозема, в которых изучались эффекты взаимосвязи между способом получения нанопорошков, структурой нанокомпозита, механическими свойствами и скоростью износа, которые еще не получили достаточно глубокого понимания. Одной из самых важных и сложных задач в данной работе является получение порошков. На рис.1 представлены структуры получаемых нанопорошков, полученных ТЕМ (рис1.)



а б

Рисунок 1 - ТЕМ изображение 3Y-TZP and 3Y-TZP-1Al_2O_3 нанопорошков.(Т -700^oC)

Основная работа была направлена на разработку методов синтеза наноразмерных порошков, предотвращение их агрегации в процессе термической обработки, на достижение однородного распределения наночастиц в диоксидциркониевой матрице, на структуру композитов, вязкость разрушения и трибологические свойства керамических композитов 3Y-TZP / Al_2O_3, а также на поиск

эффектов взаимозависимости между структурой и механическими свойствами нанокомпозитов.

Твердость и вязкость разрушения измеряли при комнатной температуре методом вдавливания по Виккерсу на зеркально отполированных поверхностях с нагрузками 98 и 196 Н, соответственно. Распространение трещин изучали при нагрузках 196 N, трещины типа Palmquist распространялись в 3Y-TZP и композите с глиноземом. Значения вязкости разрушения были рассчитаны по уравнению Ниихара для трещин типа Palmquist. Уравнение Ниихара было выбрано потому, что расчетные данные оказались близки к данным метода SEPB. Плотность измеряли с использованием метода Архимеда. Микроструктура керамических образцов была изучена методом сканирующей электронной микроскопии (JSM 6490LV Jeol) на плоских полированных поверхностях и поверхностях излома. Результаты, полученные при испытаниях на вязкость разрушения, показаны на рис. 2. Что касается образцов из 3Y-TZP, вязкость разрушения и прочность на изгиб в четырех точках составляли 850 ± 50 МПа, 5,85 ± 0,4 МПа м1 / 2 и 6,04 г / см3 соответственно. Для композитов 3Y-TZP-nAl, полученных традиционным способом смешивания, наблюдалось лишь незначительное увеличение вязкости разрушения. Для композитов 3Y-TZP-nAl, полученных методом совместного осаждения, значение прочности несколько снижается (800 ± 50 МПа при 1-2 мас.% Al2O3), но значения вязкости разрушения при этом резко возрастают(рис.2)

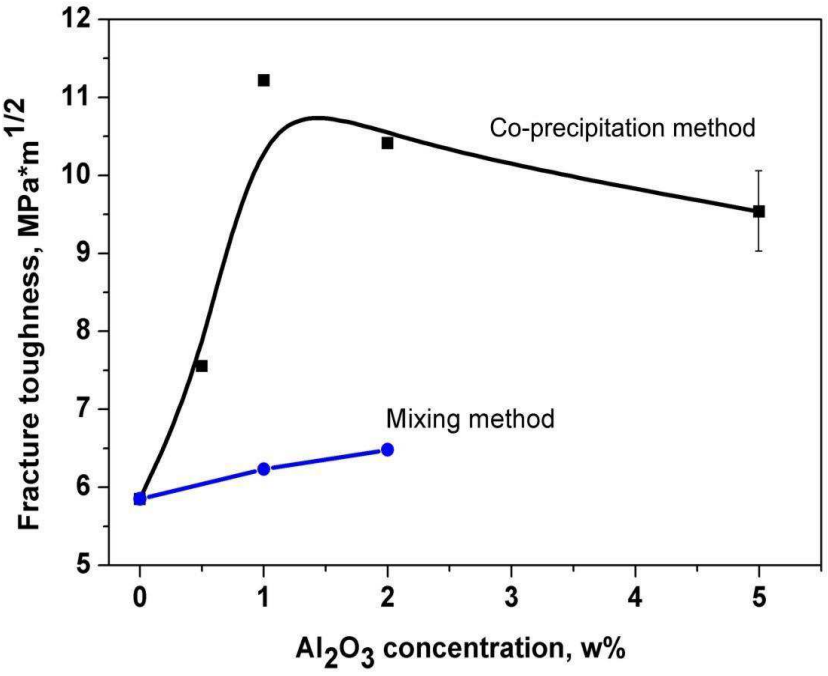


Рисунок 2 - Влияние концентрации оксида алюминия и метода получения порошков на износостойкость композитов на основе оксид алюминия - диоксид циркония

У нас есть основания полагать, что увеличение вязкости разрушения для циркониево-глиноземных композитов, полученных из соосажденных нанопорошков, обусловлено образованием сложной межзеренной структуры глиноземных включений с эффектом сегрегации алюминия на границы зерен диоксида циркония в процессе спекания.

ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ И МЕХАНИЗМОВ ДЕФОРМАЦИИ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА АУСТЕНИТНЫХ НЕРЖАВЕЮЩИХ СТАЛЕЙ ПРИ ХИМИКО-ДЕФОРМАЦИОННОЙ ОБРАБОТКЕ

Мельников Е.В., Астафурова Е.Г., Астафуров С.В., Майер Г.Г., Москвина В.А., Панченко М.Ю.
Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск, Россия, E-mail: melnikov-jenya@yandex.ru

Среди конструкционных материалов выделяются аустенитные нержавеющие стали (АНС), которые нашли широкое применение во многих отраслях промышленности. Они обладают хорошей коррозионной стойкостью и высокой пластичностью в закаленном состоянии, но при этом прочностные свойства АНС не высокие. Пластическая деформация является эффективным способом повышения прочности сталей за счет измельчения структуры, приводящим к формирования высокопрочного ультрамелкозернистого состояния. Основными механизмами деформации АНС выступают дислокационное скольжение, фазовые превращения (γ→α′, γ→ε, γ→ε→α′) и механическое двойникование. Понижение энергии дефекта упаковки за счет внедрения водорода может способствовать активации механического двойникование и реализации фазовых превращений при пластической деформации.

В работе изучали влияние механизмов деформации, структурно-фазовых превращений и механические свойства метастабильной 08Х18Н9Т и стабильной 01Х17Н13М3 аустенитной стали при химико-деформационной обработке (ХДО) – многоходовой холодной прокатки на плоских валках, комбинированной с электролитическим насыщением водородом.

Наводороживание электролитически отполированных образцов (пластины размером 10×15×1 мм) проводили в 1N растворе серной кислоты с добавлением тиомочевины при комнатной температуре и плотностях тока 10, 100 и 200 мА/см^2. Многоходовую прокатку проводили на 25÷85 % при деформаци 3÷4 % за один проход. Степень обжатия рассчитывали как $\varepsilon=((h_1-h_0)/h_0)*100$ %, где h_0 и h_1 – толщина пластины до и после прокатки. Продолжительность наводороживания ($t_н$) составляла 5-50 часов, температура деформации Т=300 К и Т=77 К (охлаждение образцов до температуры жидкого азота проводили перед каждым циклом прокатки).

Рентгеноструктурный (РСА) и рентгенофазовый (РФА) анализ сталей проводили на дифрактометрах Shimadzu XRD-6000 и Rigaku Ultima IV с использованием CuKα излучения. Количество образовавшегося при прокатке стали α'-мартенсита также определяли методом изменения удельной намагниченности в зависимости от напряжения магнитного поля на установке «Магнитометр Н-04» (магнитофазовый анализ, МФА). Зеренную и дислокационную структуру изучали методом анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов (ДОЭ) с использованием сканирующего электронного микроскопа Quanta 600 FEG при ускоряющем напряжении 30 кВ с гексагональной постановкой точек и шагом 0.05÷0.15 мкм и просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) JEM-2100 при ускоряющем напряжении 200 кВ. Образцы утоняли механической шлифовкой до 0.13÷0.15 мм и струйной полировкой в растворе 400 мл ледяной уксусной кислоты и 80 г $HClO_4$. Фольги готовили из сечений, параллельных плоскости прокатки. Микротвердость измеряли по методу Викерса с использованием микротвердомера ПМТ-3 с нагрузкой Р=200 г. Одноосное статическое растяжение образцов в форме двойных лопаток проводили на испытательной машине Instron 3369 при комнатной температуре со скоростью 4.2×10^{-4} с$^{-1}$.

Методы РФА и МФА показали, что прокатка стали 08Х18Н9Т приводит к образованию в структуре значительной доли α′-мартенсита. Введение водорода перед деформацией способствует более активной реализации фазового γ→α' превращения по сравнению с прокаткой без наводороживания (рис. 1). Этот эффект усиливается с увеличением продолжительности насыщения водородом. При деформации ε=85 % объемная доля α′-фазы ($V_{\alpha'}$) достигает 95÷99 %. Методом ПЭМ наблюдали тонкие пластины ε-мартенсита в аустенитных зернах. Однако его доля мала, так как ε-фаза не идентифицируется методом РФА. Значения микродеформации кристаллической решетки (Δd/d) для аустенита при ХДО увеличиваются на порядок с ~ 10^{-4} до ~ 10^{-3}, размеры областей когерентного рассеяния (ОКР) уменьшаются до 20÷100 нм (>200 нм в исходном состоянии), что свидетельствует о сильной фрагментации структуры и наличии высоких внутренних напряжений после ХДО. При одинаковой степени деформации продолжительность наводороживания и плотности тока слабо влияют на структурные параметры как γ-, так и α′-фазы.

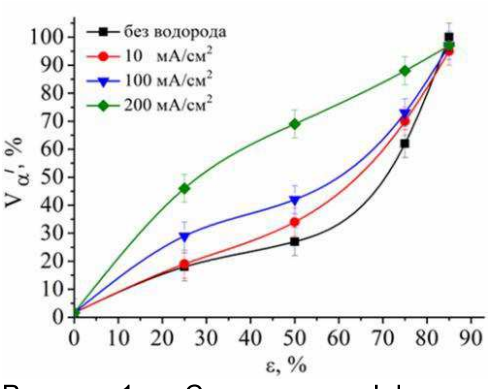


Рисунок 1 – Содержание α'-фазы в стали 08Х18Н9Т в зависимости от степени деформации

Методом ПЭМ в прокатанных образцах стали 08Х18Н9Т наблюдали двойники деформации в аустените с толщиной пластин t=15÷25 нм и расстоянием между двойниками e=25÷50 нм. При этом линейная плотность двойниковых границ ($\rho_{t\omega}$) по данным ДОЭ увеличивается с 0,1×10^6 м$^{-1}$ (в исходным состоянии) до 0,6×10^6 м$^{-1}$ (при ε=50 %). Согласно данным ПЭМ, электролитическое насыщение водородом образцов перед деформацией способствует формированию двойников с t=1÷15 нм, e=5÷15 нм и $\rho_{t\omega}$ до 1,8×10^6 м$^{-1}$ при прокатке до 50 %.

Прокатка приводит к повышению микротвердости (Hμ) стали 08Х18Н9Т от 1,8 ГПа до 4,8 ГПа (ε=85 %). Предварительное введение водорода перед деформацией слабо влияет на значения Hμ. В исходно закаленном состоянии сталь сочетает умеренную прочность ($\sigma_{0.1}$=355 МПа, σ_B=610 МПа) с достаточно высокой пластичностью (δ=73 %). После прокатки на ε=25 % предел текучести повышается в 2.3 раза, предел прочности – в 1.5 раза, а удлинение до разрушения уменьшается в ≈ 5. Предварительное легирование водородом (в течение 5 часов) перед прокаткой на 25 % приводит к значительному увеличению равномерного удлинения образцов при растяжении – пластичность повышается в ≈ 2 раза по сравнению с образцами, прокатанными без наводороживания. Предел текучести при этом уменьшается на 60÷100 МПа, предел прочности на 10÷40 МПа относительно значений для образцов, прокатанных без насыщения водородом.

При степени осадки ε=50 % при ХДО, величина предела текучести стали 08Х18Н9Т при растяжении $\sigma_{0.1}$ достигает 1225 МПа, σ_B=1280 МПа, а δ уменьшается до 4 % (относительно исходно закаленного состояния). На диаграмме "напряжение-деформация" отсутствует участок равномерной деформации, при достижении максимального напряжения начинается процесс локализации пластического течения (образование локализованной полосы, а затем шейки). Наводороживание и прокатка на ε=50 % не оказывают заметного влияния на вид кривых "σ-ε", но пластифицирующее действие водорода наблюдается. Увеличение продолжительности насыщения водородом (с 5 до 50 часов) сопровождается понижением характеристик прочности и увеличением пластичности.

Методами РФА и МФА не было выявлено никаких фаз кроме аустенита в образцах стали 01Х17Н13М3 после ХДО при Т=300 К. При ХДО размеры ОКР уменьшаются до 7÷32 нм (>200 нм в исходном состоянии), а Δd/d возрастает с ~ 10^{-4} (в исходном состоянии) до ~ 10^{-3}. После деформации при 77 К, значения ОКР несколько выше, чем при комнатной температуре – 28÷69 нм, а микродеформация кристаллической решетки и параметр решетки практически не зависят от температуры деформирования прокаткой. Методом МФА было обнаружено формирование

небольшой доли α'-мартенсита в образцах, прокатанных при 77К, однако ее доля не превышает 5 %. Такое количество α'-фазы не идентифицируется методом РФА, на рентгенограммах наблюдали рефлексы только от γ-фазы.

ПЭМ исследования и ДОЭ анализ свидетельствуют о том, что двойникование, как механизм деформации, активно развивается при ХДО и выступает одним из основных деформационных механизмов в стали 01Х17Н13М3 (рис. 2). ПЭМ исследования прокатанных образцов показали, что в аустените наблюдаются зерна с невысокой плотностью двойниковых границ $\rho_{t\omega}=6\times10^6$ м$^{-1}$ (ε=50 %) при t=50÷150 нм, e=40÷130 нм и отдельные зерна (по-видимому, они были наиболее благоприятно ориентированы для двойникования), в которых плотность двойниковых границ была выше 16×10^6 м$^{-1}$ при t=15÷25 нм, e=15÷40 нм. Предварительное наводороживание способствует образованию большего количества двойников, уменьшению их толщины и расстоянию между ними и, как следствие, увеличению линейной плотности двойниковых границ до 13×10^6 м$^{-1}$ в большинстве зерен и до 34×10^6 м$^{-1}$ в зернах, благоприятно ориентированных для двойникования. Механическое двойникование реализуется в нескольких системах одновременно. Понижение температуры прокатки при ХДО способствует усиления вклада от двойникования, оно наблюдается во всех зернах, а $\rho_{t\omega}$ достигает 40×10^6 м$^{-1}$ при t=10÷40 нм, e=20÷60 нм.

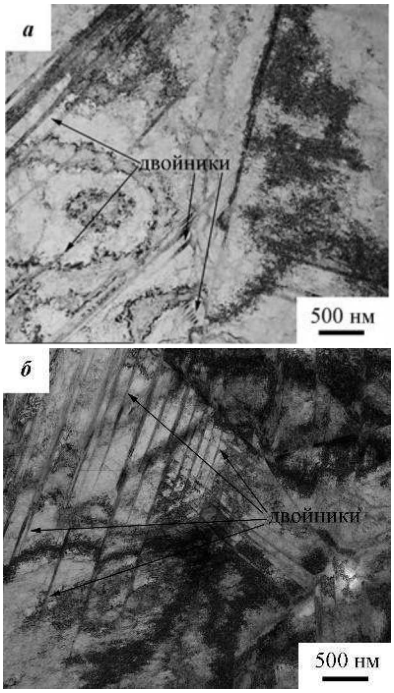


Рисунок 2 – ПЭМ-изображения структуры стали 01Х17Н13М3 после прокатки до ε=50% при Т=300 К (а) и 77 К (б)

При деформации микротвердость стали 01Х17Н13М3 увеличивается с 2,2 ГПа до 4,4 ГПа (ε=85 %). Понижение температуры прокатки и увеличение плотности тока при наводороживании способствуют дополнительному росту микротвердости. В исходно закаленном состоянии сталь 01Х17Н13М3 обладает следующими механичскими свойствами: $\sigma_{0.1}$=375 МПа, σ_B=665 МПа и δ=65 %. Деформация на 25 % сопровождается повышением $\sigma_{0.1}$ до 800 МПа, σ_B до 900 МПа и уменьшением δ до 15 %. Предварительное наводороживание вызывает увеличению как характеристик прочности, так, и пластичности стали при ХДО.

Прокатка стали 01Х17Н13М3 на 50 % приводит к повышению $\sigma_{0.1}$ до 1080 МПа, σ_B до 1150 МПа и уменьшению δ до 10 %. Значения предел текучести и предел прочности наводороженных образцов подрастают, а относительное удлинение снижается по сравнению с образцами, прокатанными без наводороживания. Анализ диаграмм «напряжение-деформация» показал, что механические свойства образцов, прокатанных при температуре 77 К характеризуются более высокими значениями предела прочности и предела текучести и меньшими значениями относительного удлинения по сравнению с образцами, деформированными при 300 К.

Таким образом, химико-деформационная обработка исследуемых аустенитных сталей приводит к повышению прочности и снижению пластичности исследуемых сталей. Предшествующее прокатке наводороживание способствует усилению вклада от деформационного двойникования и фазовых превращений при пластической деформации.

МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА АУСТЕНИТНОЙ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ, ПОЛУЧЕННОЙ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ ПРОВОЛОЧНОЙ 3D ПЕЧАТИ

Мельников Е.В., Астафурова Е.Г., Астафуров С.В., Майер Г.Г., Москвина В.А, Панченко М.Ю., Рубцов В.Е., Колубаев Е.А.
Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск, Россия,
E-mail: melnikov-jenya@yandex.ru

В работе исследовали механические свойства аустенитной нержавеющей стали, полученной с использованием аддитивного проволочном выращивании. Методом электронно-лучевой 3D печати из проволоки (d=1 мм) стали 08Х18Н9 была выращена заготовка с размерами 80×30×10 мм. Из полученной заготовки вырезали плоские пропорциональные образцы в форме двойных лопаток с размерами рабочей части 12×2.6×1.5 мм, ось растяжения образцов совпадала с направлением подачи проволоки (вдоль слоев наплавки и движения пучка) и с направлением роста заготовки (поперек слоев). Испытания проводили методом одноосного растяжения со скоростью деформации 4.2×10^{-4} $с^{-1}$ при комнатной температуре. Твердость образцов по методу Виккерса определяли на микротвердомере Duramin 5 при нагрузке на индентор 200 гр.

Анализ кривых течения стали показал, что в зависимости от ориентации образцов относительно направления роста заготовки наблюдается анизотропия механических свойств (рисунок 1).

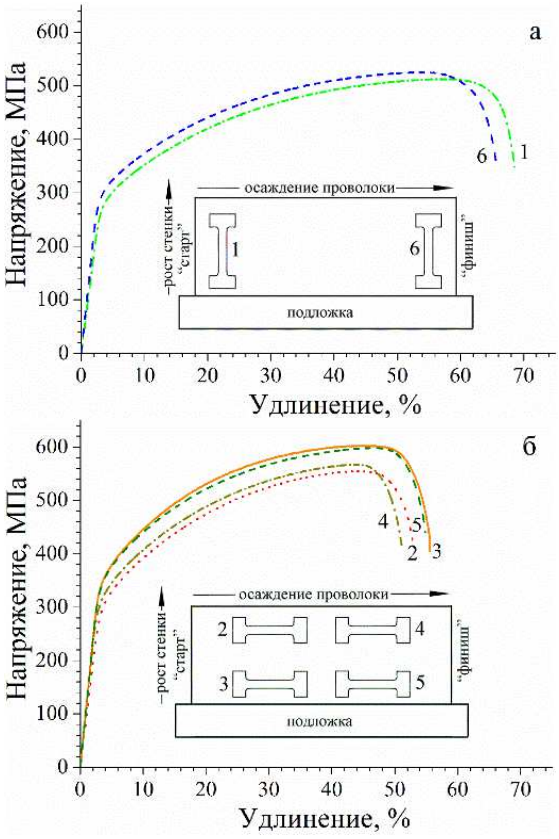


Рисунок 1 – Инженерные кривые течения для образцов стали 08Х18Н9, вырезанных поперек (а) и вдоль направления подачи проволоки (б)

Так, образцы 1 и 6 (рисунок 1 а), вырезанные вдоль роста стенки (поперек слоям), имеют более низкие значения предела текучести ($\sigma_{0.2}$), предела прочности (σ_B) и большую пластичность (δ) в сравнении с образцами 2-5 (рисунок 1 б), вырезанными вдоль слоев. Различия в механических свойства также есть и у образцов, вырезанных вдоль направления подачи проволоки при наплавке (рисунок 1 б). Образцы 2 и 4, вырезанные в верхней части заготовки имеют меньшие значения как предела текучести и предела прочности, так и удлинения до разрушения по сравнению с образцами 3 и 5, вырезанными у подложки.

Измерения микротвердости (Hμ) вдоль направления роста стенки показали, что она не однородна по высоте. Величины Hμ уменьшаются с удалением от подложки, что коррелирует с данными о механических свойствах стали при растяжении.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23. Исследования проведены с использованием оборудования ЦКП «Нанотех» ИФПМ СО РАН.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ РЕАЛИЗАЦИИ СВЕРХПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ В ВЫСОКОАЗОТИСТОЙ ВАНАДИЙСОДЕРЖАЩЕЙ СТАЛИ

Мельников Е.В., Астафуров С.В., Майер Г.Г., Москвина В.А., Панченко М.Ю., Гальченко Н.К., Астафурова Е.Г.
Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск, Россия, melnickow-jenya@yandex.ru

В работе исследована возможность реализации сверхпластического течения в высокоазотистой ванадийсодержащей аустенитной стали. В качестве объекта исследования была выбрана сталь Fe-19Cr-22Mn-1.5V-0.3C-0.6N (масс. %). Из исходной литой заготовки вырезались стальные бруски, которые подвергали часовому отжигу при температуре 1200°C с последующей закалкой в воду. Для формирования мелкозернистой гетерофазной структуры проводили термомеханическую обработку закаленных образцов, состоящую в многоходовой прокатке до общей степени осадки 80% с промежуточными часовыми отжигами при температурах 900-1050 °C. После термомеханической обработки из заготовок вырезали плоские образцы в форме двойных лопаток для проведения механических испытаний. Размер рабочей части образцов составляли 12×2,7×1,5 мм. Одноосное растяжение образцов проводили в температурном интервале от 25 до 1000 °C с начальными скоростями деформации от $4{,}2\times10^{-5}$ до $2{,}1\times10^{-3}$ $с^{-1}$ на электромеханической испытательной машине LFM-125, оснащенной высокотемпературной камерой (Walter + Bai AG, Швейцария).

На основе анализа структурно-фазовых состояний исследуемой стали после различных термомеханических обработок был сделан вывод о том, что ванадийсодержащие высокоазотистые стали являются перспективным материалом, способным деформироваться в режиме сверхпластического течения. Экспериментально определенные режимы термомеханических обработок позволяют сформировать в стали гетерофазные высокодефектные состояния на основе аустенита с малым содержанием ферритной фазы и различной объемной долей дисперсных частиц карбонитридов ванадия и хрома. В диапазоне скоростей деформации от $4{,}2\times10^{-4}$ до $2{,}1\times10^{-3}$ $с^{-1}$ и температурах испытания от 900 до 1000 °C образцы демонстрируют признаки сверхпластического течения (удлинение до разрушения образцов превышает 400%, показатель скоростной чувствительности напряжения течения превышает 0,3, напряжения течения составляют менее 40 МПа). Были определены режимы термомеханических обработок, позволяющие реализовать в исследуемой высокоазотистой ванадийсдержащей стали сверхпластическое течение с величиной удлинения до разрушения до 900% (при скорости деформации $4{,}2\times10^{-4}$ $с^{-1}$ и температуре механических испытаний 950°C).

Исследование выполнено при финансовой поддержке Российского научного фонда (грант № 17-19-01197).

МЕХАНИЗМЫ ДЕФОРМАЦИИ И РАЗРУШЕНИЯ ТРЕБЕКУЛЯРНОЙ КОСТИ ОКОЛОСУСТАВНОЙ ЛОКАЛИЗАЦИИ ПРИ ОДНООСНОМ СЖАТИИ

Зайцев Д.В.[1,2], Гилев М.В.[1-3], Измоденова М.Ю.[3]

[1]Уральский Федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, Россия, 620002, Екатеринбург, ул. Мира, 19, dmitry.zaytsev@urfu.ru

[2] Институт высокотемпературной электрохимии Уральского отделения Российской академии наук, Россия, 620137, Екатеринбург, ул. Академическая, 20, gilevmikhail@gmail.com

[3] Уральский государственный медицинский университет Минздрава Российской Федерации, Россия, 620028, Екатеринбург, ул. Репина, 3, izmodenova96@gmail.com

Особым видом перелома трабекулярной кости является внутрисуставной импрессионный перелом. Для него характерен механизм, предусматривающий приложение травмирующей силы через смежный сустав. При этом, происходит импакция одной части суставной поверхности в другую, что приводит к тяжелым повреждениям костной ткани. Поэтому одноосное сжатие является предпочтительной схемой нагружения для моделирования внутрисуставного импрессионного перелома. В ходе хирургического лечения внутрисуставных импрессионных переломов костей конечностей наравне с аутологичной костью для аугментации дефекта используются современные биокомпозитные материалы. Совместимость остеозамещающего материала и костной ткани по механическим характеристикам является одним из условий, определяющим благоприятные функциональные результаты. Понимание взаимосвязи между микроструктурой трабекулярной кости и ее микроструктурой, позволит создать тканеэквивалентные материалы для функционального замещения дефекта костной ткани. Целью работы было изучение механических свойств трабекулярной кости субхондральной области при одноосном сжатии в зависимости от её особенностей микроструктуры для определения физических механизмов образования импрессионных внутрисуставных переломов костей конечностей. Трабекулярная кость человека является сложноорганизованным иерархическим композитом природного происхождения. Первый уровень (≈100нм) – это минерализованные коллагеновые волокна. На втором уровне (1- 10мкм) волокна образуют тонкие пластинки толщиной около 7 мкм, в которых они лежат в несколько слоев. В пределах одного слоя волокна лежат в одном направлении, но по отношению к соседним слоям/плоскостям, они повернуты. Группы костных пластин, располагаясь по линиям наибольших нагрузок, формируют костные перекладины или трабекулы губчатого вещества. Губчатое вещество неоднородный и анизотропный материал. Высокая деформируемость губчатого вещества связана с его пористостью. Пористость губчатого вещества составляет 30- 90%. Поэтому подобного рода исследование должно включать в себя описание механизмов деформации костной ткани на всех структурных уровнях.

Анатомические исследования были проведены на фрагментах костной ткани 20 трупах людей мужского (12) и женского пола (8), умерших в возрасте от 34 до 71 лет (среднее значение показателя 42,3±8,6 лет). Для исследования забирались фрагменты трабекулярной костной ткани околосуставной области из пяточной кости в области задней таранной поверхности, проксимального отдела большеберцовой кости в области латерального мыщелка и лучевой кости в дистальной ее части. Критерием исключения являлись видимые не вооруженным глазом заболевания сустава. Забор материала для исследования осуществлялся согласно протоколу экспериментального исследования, который был одобрен локальным этическим комитетом ФГБОУ ВО УГМУ,

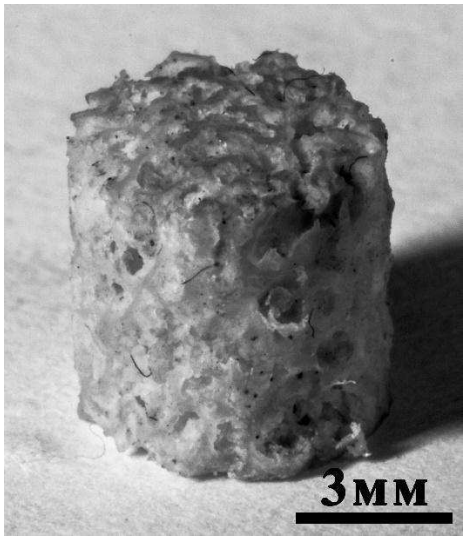


Рисунок 1 - Образец, изготовленный из трабекулярной кости для испытаний на одноосное сжатие.

Екатеринбург. Из костных фрагментов при помощи корончатой алмазной фрезы были изготовлены образцы цилиндрической формы, при этом ось цилиндра, соответствующая направлению сжатия, совпадала с вектором осевой нагрузки кости. При сверлении, костный фрагмент был полностью погружен в воду для предотвращения его нагрева и, как следствие, повреждения органического матрикса. После сверления края цилиндрической заготовки отрезались алмазным диском. Во время резки, на место реза также подавалась вода. Стоит отметить, что рез производился на максимально близком расстоянии от хряща. Далее, торцы цилиндрической заготовки обрабатывали на алмазном диске с водным охлаждением, до достижения плоскопараллельности торцов и нужной толщины образца. Окончательно, образцы были 6 мм в диаметре и 6 мм в высоту (рис. 1). Перед проведением механических испытаний, для оценки влияния плотности костной ткани на ее физические свойства измеряли физическую плотность костной ткани образцов путем их взвешивания на электронных весах VIBRA AJ-420CE и измерения линейных размеров с помощью микрометра МКЦ-25. Испытания на одноосное сжатие выполняли на установке Shimadzu AG-X 50kN со скоростью нагружения 0,5 мм/мин. Микроструктуру костной ткани аттестовывали на сканирующем электронном микроскопе JSM-6390 LV. Для определения относительной плотности костной ткани, до испытания, была проведена компьютерная томография образцов на томографе Toshiba Aquilion 64.

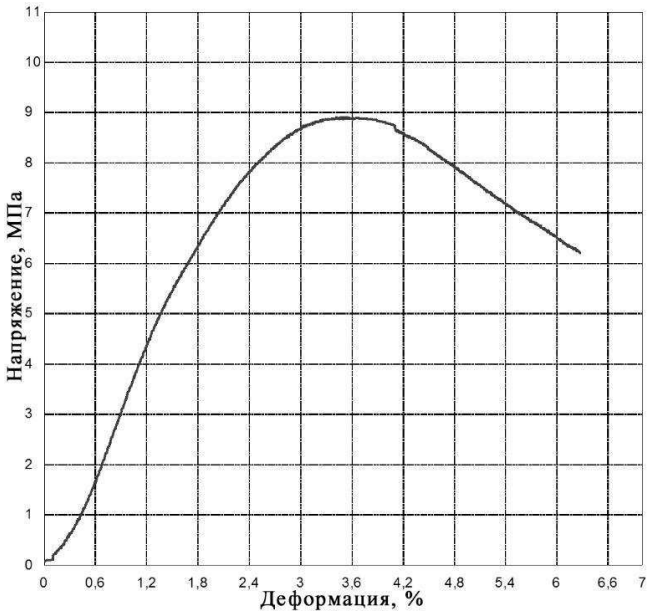


Рисунок 2 - Деформационная кривая образца из трабекулярной кости при одноосном сжатии.

Деформационное поведение образцов из трабекулярной кости при одноосном сжатии было подобно поведению упруго-пластичных тел. Образцы были способны выдержать значительную деформацию без разрушения их на части. Образцы линейно деформировались практически до максимального значения напряжения (рис. 2). Затем напряжение снижалось, и образец далее мог деформироваться без разрушения до деформации более 30%. Аттестация образца после испытания показала, что образец не разрушился, несмотря на то, что претерпел значительную необратимую деформацию. Было видно, что на боковых поверхностях образцов отсутствовали трещины.

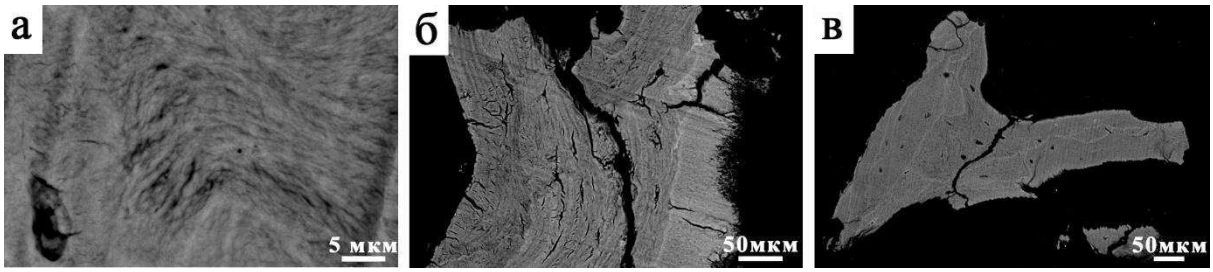


Рисунок 3 - Микроструктура трабекулярной костной ткани после механического нагружения:
а – область расслоения органического матрикса в трабекуле;
б – множественное растрескивание трабекулы;
в – перелом трабекулы

Максимальное напряжение, которое достигалось при сжатии образцов лежало в диапазоне 5-10 МПа. Деформация при максимальном напряжении была примерно 2-3%. Предполагается, что точка максимального напряжения является характеристикой, определяющей максимальную нагрузку, которую кость способна выдержать без необратимой деформации. В клинической практике это приводит к возникновению импрессионных переломов. Проведенные исследования, показали, что наблюдается значительный разброс механических характеристик, как между группами, так и внутри каждой группы. Данное обстоятельство связано с большим возрастным интервалом выбранных объектов для исследования. Также некоторый разброс может быть вызван различным выбором места забора образцов из костных фрагментов, так как известно, что плотность костной ткани и, как следствие, их механические свойства неодинаковы в различных участках субхондральной области. Для подтверждения зависимости механических свойств от содержания в кости минеральных веществ перед испытаниями была измерена физическая и денсиметрическая плотности. При проведении денситометрии средняя плотность латерального мыщелка большеберцовой кости составила 218±39HU, дистального эпиметафиза лучевой кости 319±45HU, пяточной кости 328±36HU. При измерении физической плотности 0,93±0,03 г/мм^3 *10^{-3}; 0,96±0,02 г/мм^3 *10^{-3} и 1,0±0,02 г/мм^3 *10^{-3}, соответственно. Показано, что наблюдается повышение механических свойств костной ткани с увеличением ее плотности, как физической, так и денситометрической. При этом денситометрическая плотность находится в прямой зависимости от физической плотности.

Исследование микроструктуры костной ткани после нагружения выявило повреждения трабекул (рис.3). Их можно разделить на три типа: область расслоения органического матрикса в трабекуле (рис. 3а); множественное растрескивание или появление большого количества микротрещин в трабекуле (рис. 3б) и перелом трабекулы (рис. 3в). На основании полученных микрофотографий можно предположить, что под нагрузкой, после достижения предела упругости, вначале происходит расслоение органического матрикса и образование микропор между коллагеновыми волокнами. Далее, в области расслоения формируется микротрещина. Количество микротрещин начинает увеличиваться с нагрузкой. По достижению критической концентрации микротрещин, они начинают объединятся, что приводит к зарождению и росту основной трещины, из-за которой происходит разрушение трабекулы. При увеличении массы образцы увеличивается количество трабекул и, как следствие, увеличивается его прочность. Разрушение образца не происходит, даже при больших деформациях благодаря сложному распределению трабекул и высокой пористости, когда разрушение отдельных трабекул не приводит к росту макроскопических трещин.

Работа выполнена при поддержке РФФИ №18-38-20097.

ТОНКАЯ СТРУКТУРА И ОСОБЕННОСТИ АТОМНОГО БЛИЖНЕГО ПОРЯДКА В ПОВЕРХНОСТНОМ Ti-Ni-Nb СПЛАВЕ, СФОРМИРОВАННОМ НА TiNi ПОДЛОЖКЕ ЭЛЕКТРОННО-ПУЧКОВЫМ МЕТОДОМ

Марков А. Б., Яковлев Е. В., Ротштейн В. П.,
Мейснер Л. Л., Нейман А. А., Семин В. О.*
Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск, Россия
Институт сильноточной электроники СО РАН, Томск, Россия
Томский государственный педагогический университет, Томск, Россия
Томский государственный университет, Томск, Россия
**E-mail: lpfreedom14@gmail.com*

Сплавы на основе Ti-Ni-Nb обладают высокой коррозионной стойкостью, повышенной пластичностью, и являются, в частности, перспективными материалами для водородопроницаемых мембран [1]. Помимо этого сплавы $Ti_{50}Ni_{50-x}Nb_x$ и $Ti_{50-x}Ni_{50}Nb_x$ (x=0÷3 ат. %) проявляют высокотемпературный эффект памяти формы с большим температурным гистерезисом, что позволяет рассматривать их в качестве материалов для актуаторов в микро-электромеханических системах. Одним из активно развиваемых в настоящее время способов получения многокомпонентных высоколегированных сплавов, в частности – на основе системы Ti-Ni-Nb, в виде поверхностных слоев с диффузионной границей раздела с металлической подложкой, является формирование поверхностных сплавов путем жидкофазного перемешивания систем типа «Ti-Nb пленка/TiNi подложка» импульсным воздействием низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком. Скорость закалки тонкого (до 1–2 мкм) поверхностного слоя, расплавленного электронным пучком, может достигать значений ~ 10^8 К/с. По этой причине структурные состояния, закаленные в таких ***поверхностных сплавах*** [2], являются сильнонеравновесными. Особый интерес представляет оценка возможностей получения нанокристаллических, аморфных и квазикристаллических структур в быстрозакалённом поверхностном слое. Понимание принципов формирования апериодических квазикристаллических и аморфных структур в интерметаллических системах переходных металлов является фундаментальной физической задачей. В настоящий момент остается неясным вопрос о том, каким образом происходит зарождение и рост квазикристаллической фазы из расплава и на свободных поверхностях кристаллов.

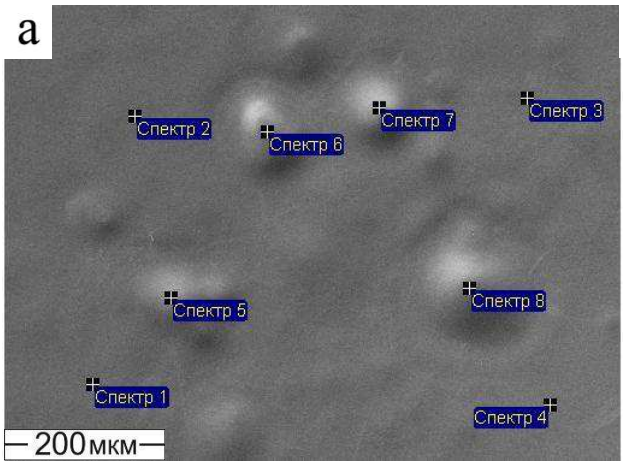
Цель данной работы – исследование градиентной структуры поверхностного Ti-Ni-Nb сплава, сформированного аддитивным способом на основе импульсного электронно-пучкового жидкофазного перемешивания систем «пленка $Ti_{70}Nb_{30}$(100 нм)/подложка TiNi».

Синтез поверхностного сплава осуществлялся на автоматизированной установке «РИТМ-СП» (Микросплав, Россия) [3] на подложке из сплава ТН1 (далее – TiNi подложка, производство ООО промышленный центр «МАТЭК-СПФ»). Способ синтеза описан в [4]. Перед формированием поверхностного сплава TiNi подложку обрабатывали импульсным низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком (НСЭП) при плотности энергии до E_S=3 Дж/см^2 и длительности импульса τ~2.3 мкс. Поверхностные сплавы были получены чередованием операций магнетронного осаждения $Ti_{70}Nb_{30}$ (ат. %) пленки толщиной 100 нм и её совместного плавления–перемешивания с TiNi подложкой импульсным НСЭП (при E_S<2 Дж/см^2, длительность импульса τ~2.3 мкс). Количество циклов синтеза системы «пленка $Ti_{70}Nb_{30}$(100 нм)/ подложка из TiNi» составляло N=10, так что суммарная толщина синтезированного слоя не превышала 1 мкм. Поверхностный Ti-Ni-Nb сплав, сформированный описанной выше способом, далее будет обозначаться как «TiNb-ПС».

Исследования поверхностных Ti-Ni-Nb сплавов проводили на оборудовании центра коллективного пользования «Нанотех» ИФПМ СО РАН (г. Томск, Россия). Электронно-микроскопические исследования в режимах светлого и темного поля, микро- и нанодифракциии проводили на просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) JEM-2100 (JEOL, Япония) при ускоряющем напряжении 200 kV и на растровом электронном микроскопе (РЭМ) EVO 50 (Zeiss, Германия). Элементный состав материала определяли с помощью энергодисперсионного спектрометра INCA Energy (Oxford Instruments, Великобритания), установленного на сканирующем и просвечивающем электронных микроскопах. Погрешности измерений для метода ЭДС/РЭМ составляли: для титана, циркония, тантала и никеля ± 2 ат. %, углерода ± 5 ат. % и кислорода 4 ат. %. Образцы для ПЭМ были приготовлены на установке ионного травления EM 09100IS (JEOL, Япония) в геометрии «cross-section».

Состав материала в участках анализа, отмеченных на рис. 1а заметно отличается.-В центре областей, напоминающих «кратеры», средний химический состав поверхностного сплава составляет ~ $Ti_{45}Ni_{47}Nb_8$ (ат. %), тогда как в областях, свободных от «кратеров» ~ $Ti_{50}Ni_{30}Nb_{20}$ (ат. %). Концентрации примесных атомов (кислорода, углерода) в поверхностном слое фиксируются в пределах чувствительности (ПЧ) метода ЭДС/РЭМ.

а



б

Спектр №	Ti, ат. %	Ni, ат. %	Nb, ат. %
1	50	33	17
2	51	30	19
3	54	24	22
4	53	26	21
5	46	46	8
6	44	56	< ПЧ
7	44	49	7
8	48	41	11

Рисунок 1 - РЭМ-изображение (а) поверхности «TiNb-ПС», на котором отмечены участки элементного анализа. Количественные результаты элементного анализа приведены на (б).

Электронно-микроскопические исследования вызволили установить, что в поперечном сечении поверхностного сплава «TiNb-ПС» сформировалась градиентная структура общей толщиной ~ 2 мкм, включающая (i) наружный кристаллический слой толщиной до 500 нм с нанозеренной и дендритной структурами (рис. 2), (ii) нижележащий аморфный подслой толщиной 500–700 нм, (iii) подслой TiNi подложки, в котором присутствует эвтектика и пластинчатый R-мартенсит. Впервые для данной группы сплавов на основе Ti-Ni-Nb методом нанодифракции в наружном поверхностном слое (рис. 2) были обнаружены квазикристаллы, предположительно, декагональной симметрии (рис. 2, ②), окруженными нанокристаллами фазы β-(Ti,Nb) (рис 2, ①) и аморфной матрицей (рис 2, ③).

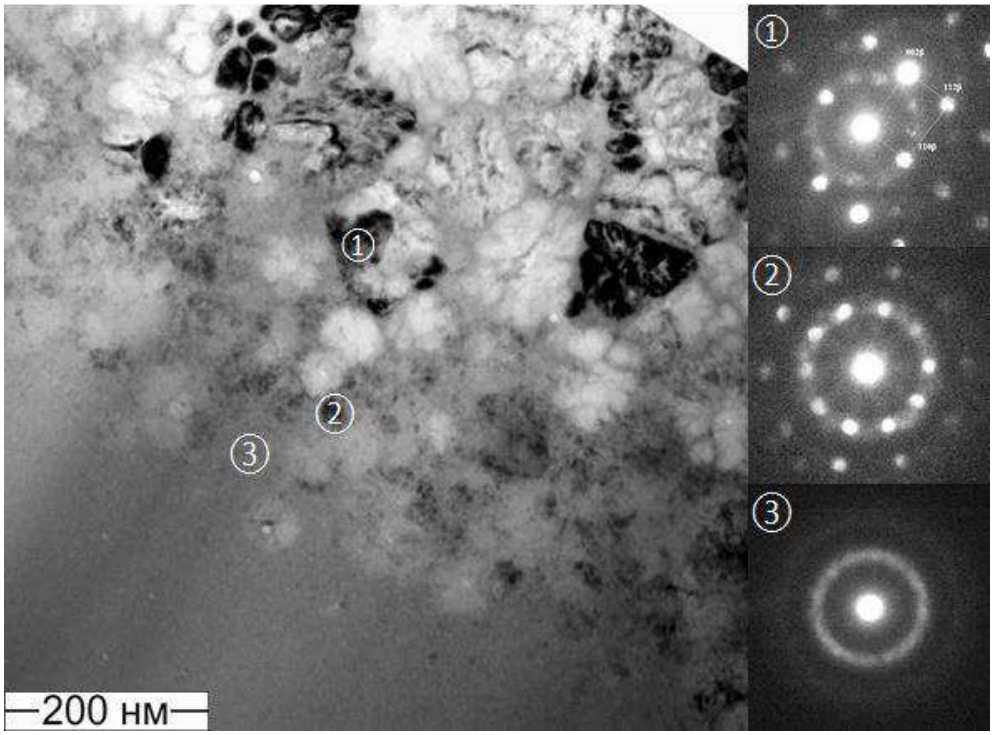


Рисунок 2 - Светлопольное ПЭМ-изображение структуры наружного слоя в поверхностном Ti-Ni-Nb сплаве. На вставке справа – нанодифракции от выделенных (①, ②, ③) участков

На основе экспериментальных картин нанодифракции от аморфной фазы, расположенной под кристаллическим слоем, были построены функции радиального распределения атомов в поверхностном сплаве. Сделано заключение о типе ближнего атомного порядка в аморфной матрице и его взаимосвязи со структурой топологического ближнего порядка в квазикристаллах.

Работа выполнена по проекту РНФ № 18-19-00198 (от 26.04.2018).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. High hydrogen permeability in the Nb-rich Nb–Ti–Ni alloy / W. Luo [et al] // J. Alloys Compd. – 2006. – Vol. 407. – P. 115–117.

2. Поут Дж. М. Модифицирование и легирование поверхности лазерными, ионными и электронными пучками / Дж. М. Поут [и др.] ; под ред. А. А. Углова. – М. Машиностроение, 1987. – 424 с.

3. Установка РИТМ-СП для формирования поверхностных сплавов / А. Б. Марков [и др.] // Приборы и техника эксперимента. – 2011. – № 6. – С. 122–126.

4. Microstructural characterization of Ti-Ta-based surface alloy fabricated on TiNi SMA by additive pulsed electron-beam melting of film/substrate system / L. L. Meisner [et al] // J. Alloys Comp. – 2018. – Vol. 730. – P. 376–385.

ИЗЛУЧАТЕЛЬНАЯ РЕКОМБИНАЦИЯ В ТОНКИХ ПЛЕНКАХ ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ $Cu(In,Ga)Se_2$, ОБЛУЧЕННЫХ ИОНАМИ ВОДОРОДА

[1]Бородавченко О.М., [1]Мудрый А.В., [1]Живулько В.Д.,
[2,3,4]Якушев М.В., [2]Сулимов М.А.

[1]Научно-практический центр НАН Беларуси по материаловедению»,
г. Минск, Беларусь, mudryi@physics.by
[2]Уральский федеральный университет, Екатеринбург, Россия
[3]Институт химии твёрдого тела УрО РАН, Екатеринбург, Россия
[4]Университет Стратклайда, Глазго, Великобритания

В связи с возрастающим интересом к исследованию новых материалов для создания высокоэффективных преобразователей солнечной энергии важное место заняли полупроводниковые твердые растворы $Cu(In,Ga)Se_2$ (CIGSe). Этот прямозонный полупроводник обладает высоким коэффициентом фундаментального поглощения $\alpha \sim 10^5$ см$^{-1}$ и высокой радиационной стойкостью. Экспериментально установлено, что деградация электронных свойств солнечных элементов на основе CIGSe происходит при облучении дозой $\sim 10^{16} – 10^{17}$ см$^{-2}$, что на порядок выше, чем для других материалов (Si, GaAs, InP и др.) [1]. Кроме того, был обнаружен эффект пассивации оборванных электронных связей на поверхности и границах раздела кристаллических зерен, приводящий к улучшению физических характеристик материала при облучении ионами водорода [2]. Однако к настоящему времени процессы радиационного дефектообразования все еще остаются недостаточно изученными.

В настоящей работе представлены новые данные по установлению влияния условий облучения тонких пленок CIGSe на изменение их оптических характеристик. Тонкие пленки CIGSe были получены методом соиспарения высокочистых элементов Cu, In, Ga и Se из независимых источников на стеклянные натрийсодержащие подложки, покрытые Mo. Облучение пленок ионами водорода осуществлялось в диапазоне энергий 2.5 – 10 кэВ дозой $3 \cdot 10^{15}$ см$^{-2}$. Измерение спектров фотолюминесценции (ФЛ) проводилось при температуре жидкого гелия ~ 4.2 K при непосредственном погружении исследуемых образцов в охлаждающую жидкость. В качестве источников возбуждения использовались твердотельные лазеры, работающие на длинах волн ~ 405 нм и ~ 532 нм, плотность мощности лазерного излучения составляла ~ 8 Вт/см^2.

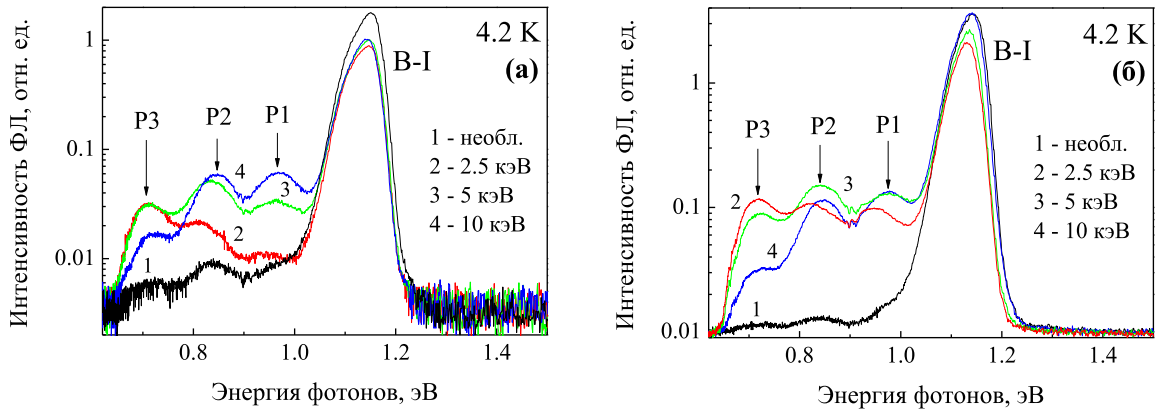


Рисунок 1 - Спектры ФЛ необлученной и облученных тонких пленок CIGSe, снятые с использованием лазеров с длинами волн 405 нм (а) и 532 нм (б)

На рис. 1(а) представлены спектры ФЛ тонких пленок CIGSe – необлученной и облученных ионами водорода, снятые при возбуждении неравновесных носителей заряда лазером с длиной волны 405 нм. Спектры ФЛ характеризуются высокоинтенсивной полосой близкраевой люминесценции B-I ~ 1.149 эВ, энергетическое положение которой смещается в низкоэнергетическую область приблизительно на ~ 10 мэВ при увеличении энергии облучения. Наблюдаемый эффект обусловлен образованием радиационно-индуцированных дефектов, приводящих к увеличению флуктуаций потенциала кристаллической решетки твердых растворов CIGSe, что отражается в изменении интенсивностей и энергетического положения полос ФЛ. Интерпретация механизма излучательной рекомбинации, ответственного за появление полосы близкраевой люминесценции, неоднозначна. Во многих работах основным механизмом излучательной рекомбинации считается рекомбинация на донорно-акцепторных парах, образующихся в пленках при их выращивании [3]. Однако, по-нашему мнению, этот процесс обусловлен оптическими переходами с участием свободных электронов зоны проводимости и дырок, локализованных на примесных акцепторных уровнях вблизи валентной зоны и подверженных влиянию сильных флуктуаций кристаллической решетки CIGSe.

Низкоэнергетическая спектральная область < 1.05 эВ характеризуются наличием трех дополнительных полос: P1 ~ 0.97 эВ, P2 ~ 0.84 эВ, P3 ~ 0.71 эВ, рис. 1(а). Их присутствие в спектре ФЛ необлученной пленки позволяет сделать предположение о наличии собственных ростовых дефектов в исходном материале, образующихся из-за отклонения состава твердых растворов от стехиометрии. При облучении с увеличением энергии внедряемых ионов водорода происходит дополнительное образование радиационно-индуцированных дефектов, являющихся центрами излучательной рекомбинации и заметное увеличение интенсивностей соответствующих полос ФЛ. Кроме этого возможно перераспределение каналов излучательной и безызлучательной рекомбинации, что также влияет на изменение относительной интенсивности примесных полос ФЛ. С ростом энергии внедряемых ионов наблюдается заметное увеличение интенсивностей полос P1 и P2, а также их спектральное смещение в высокоэнергетическую область. Как видно на рис. 1(а), интенсивность полосы P3 увеличивается при облучении ионами с энергиями 2.5 – 5 кэВ, но уменьшается для энергии ~ 10 кэВ.

На рис. 1(б) представлены спектры ФЛ этих же образцов, снятые с использованием лазера с длиной волны 532 нм. Большая глубина проникновения лазерного излучения позволила зарегистрировать спектры ФЛ с большей интенсивностью полос. Обращает на себя внимание тот факт, что интенсивности полос люминесценции B-I в спектрах необлученной и облученной ионами водорода с энергией 2.5 кэВ пленках практически совпадают, что может быть проявлением эффекта пассивации оборванных электронных связей внедренными ионами водорода в более глубоких слоях пленок. Характер перераспределения относительных интенсивностей трех полос в низкоэнергетической области спектра ФЛ на рис. 1(б) имеет некоторые отличия, по сравнению с рис. 1(а). На рис. 1(б) наблюдается уменьшение интенсивности полосы P3 в спектрах ФЛ пленок, облученных ионами с энергией 5 – 10 кэВ. Интенсивность полосы P2 растет при увеличении энергии ионов, рис. 1(а), но на рис. 1(б) заметно ее уменьшение в спектре ФЛ пленки, облученной ионами с энергией 10 кэВ. Для полосы P1 наблюдается увеличение интенсивности в спектрах ФЛ пленок, облученных во всем диапазоне энергий 2.5 – 10 кэВ. Это указывает на влияние различных каналов безызлучательной рекомбинации (уровней ловушек для неравновесных носителей заряда) в местах локализации радиационно-индуцированных дефектов, которые являются центрами излучательной рекомбинации.

С целью определения ширины запрещенной зоны исследовавшихся пленок были зарегистрированы спектры возбуждения люминесценции (СВЛ). В качестве источника возбуждения использовалась вольфрамовая лампа накаливания мощностью ~ 250 Вт. При записи СВЛ энергия детектирования соответствовала максимуму полосы близкраевой люминесценции. Математическая обработка СВЛ была проведена с применением следующей зависимости [4]:

$$\alpha \propto \int_0^{\infty} \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{1}{2}\left(\frac{E_g - E_{g,mean}}{\sigma}\right)^2\right)\left(\frac{\sqrt{h\omega - E_g}}{h\omega}\right) dE_g,$$

где α – коэффициент поглощения, σ – стандартное отклонение, E_g – ширина запрещенной зоны, $E_{g,mean}$ – среднее значение ширины запрещенной зоны, hω – энергия фотонов.

На рис. 2 в качестве примера приведены спектры ФЛ и СВЛ необлученной пленки CIGSe. Определенное численное значение ширины запрещенной зоны E_g составило ~ 1.174 эВ.

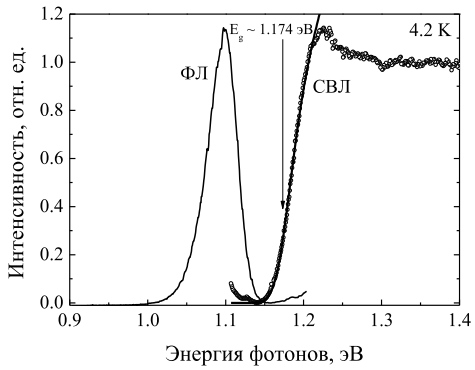


Рисунок 2 - Спектры фотолюминесценции и спектры возбуждения люминесценции необлученной пленки CIGSe

Основываясь на экспериментально установленном значении E_g ~ 1.17 эВ и энергетическом положении примесных полос ФЛ – P1 ~ 0.97 эВ, P2 ~ 0.84 эВ, P3 ~ 0.71 эВ, оценено энергетическое положение глубоких акцепторных уровней в запрещенной зоне тонких пленок CIGSe, составившее ~ 0.20 эВ, 0.33 эВ и 0.46 эВ, соответственно. В качестве наиболее вероятных структурных дефектов, ответственных за появление полос P1, P2 и P3в спектрах ФЛ, могут быть – атомы меди, замещающие индий Cu_{In}, и комплексы вакансия меди–вакансия селена (V_{Cu}–V_{Se}) или вакансия индия V_{In}, соответственно [5].

Работа выполнена при финансовой поддержке Белорусского республиканского фонда фундаментальных исследований (проект Ф18М-042) и гранта Российского научного фонда №17-12-01500.

Литература

1. M. Yamaguchi. J. Appl. Phys. 78, 1476 (1995).

2. M. V. Yakushev, R. W. Martin, F. Urquhart, A. V. Mudryi, H.-W. Shock, J. Krustok, R.Pikington, A. E. Hill, R. D. Tomlinson. Jap. J. Appl. Phys. 39, 320 (2000).

3. N. Rega, S. Siebentritt, J .Albert, S. Nishiwaki, A. Zajogin, M. Luxsteiner, R. Kniese, M.Romero. Thin Solid Films 480–481, 286 (2005).

4. T. Gokmen, O. Gunawan, T. K. Todorov, D. B. Mitzi. Appl. Phys. Lett. 103, 103506 (2013).

5. J. Pohl, K. Albe. Phys. Rev. B 87, 245203 (2013).

КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ $Mn_{1-x}Fe_xNiGe$ (0,05≤x≤0,30)

Римский Г.С., Магонов С.Н., Митюк В.И., Янушкевич К.И.
НПЦ НАН Беларуси по материаловедению, Брест, Беларусь, rimskiy@physics.by

Введение.

Интерметаллические сплавы и твердые растворы, которые обладают магнитоструктурными фазовыми переходами, представляют интерес для теории и практики благодаря наличию таких эффектов как, магнитосопротивление, магнитокалорический эффект, магнитострикция. Фазовые превращения в них связаны с изменением плотности электронных состояний вблизи поверхности Ферми. В связи с этим исследование особенностей деформации элементарной кристаллической ячейки, изменение параметров ячейки под воздействием температуры, давления, легирования является важным для понимания механизма фазовых превращений. Сплавы и твердые растворы на основе MnNiGe являются удобными модельными объектами изучения статических и динамических искажений кристаллической решетки, поскольку в них реализуются магнитоструктурные превращения, как первого, так и второго рода. Цель работы - изучение особенностей кристаллического упорядочения и магнитных свойств закаленных образцов твердых растворов $Mn_{1-x}Fe_xNiGe$ ($0,05 \le x \le 0,30$).

Методика эксперимента.

Поликристаллические порошки получены синтезированы в однозонной печи сопротивления с последующей закалкой в воде. Состав и параметры кристаллической ячейки изучены в *CuKα*-излучении. Температурные зависимости удельной намагниченности исследованы пондеромоторным методом в интервале температур $80 \le T \le 700$К. Удельная намагниченность насыщения и параметры петель гистерезиса образцов определены в магнитных полях до 14 Тл при температурах 5 и 80 К.

Результаты и обсуждение.

На рисунке 1 представлены рентгенограммы твердых растворов $Mn_{1-x}Fe_xNiGe$ ($0,05 \le x \le 0,30$).

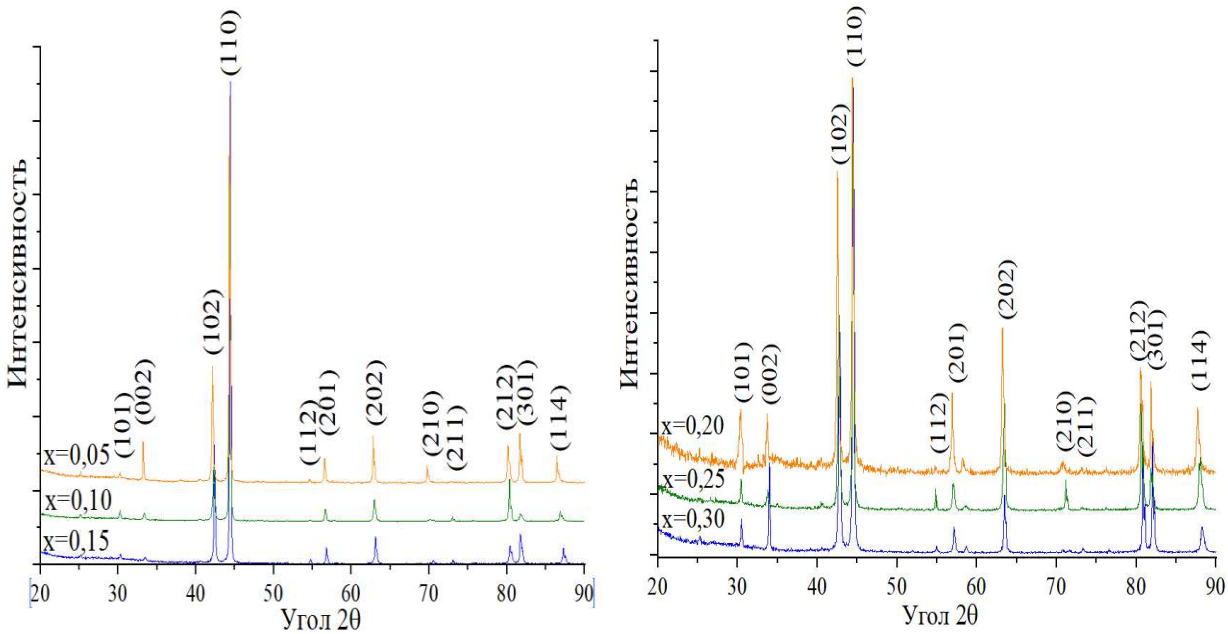


Рисунок 1 – Рентгенограммы порошков образцов $Mn_{1-x}Fe_xNiGe$ составов x = 0,05; 0,10; 0,15; 0,2; 0,25, 0,3

Анализ рентгенограмм показал кристаллическую однофазность составов. Установлено, что составы $Mn_{1-x}Fe_xNiGe$ (0,05≤x≤0,30) обладают гексагональной структурой типа Ni_2In ($B8_2$) пространственной группы $P6_3/mmc$ (D_{6h}^4). В таблице 1 приведены значения параметров *a* и *c*, соотношения осей *c/a*, величины объемов элементарных ячеек *V* и рентгеновская плотность $\rho_{рен}$ порошков системы $Mn_{1-x}Fe_xNiGe$.

Таблица 1 - Величины *a* и *c*, соотношения осей *c/a*, объемы *V* элементарных ячеек и рентгеновская плотность $\rho_{рен}$ образцов $Mn_{1-x}Fe_xNiGe$

x	*a,нм*	*c,нм*	*c/a*	*V*, 10^{-2} нм^3	$\rho_{рен}$(г/см^3)
0.05	0,409	0,535	1,31	7,751	7,981
0.1	0,408	0,535	1,31	7,713	8,022
0.15	0,408	0,534	1,31	7,698	8,040
0.2	0,407	0,534	1,31	7,661	8,081
0.25	0,407	0,533	1,31	7,646	8,099
0.3	0,406	0,529	1,30	7,552	8,201

Температурные зависимости удельной намагниченности составов 0,05≤x≤0,30 представлены на рисунке 2.

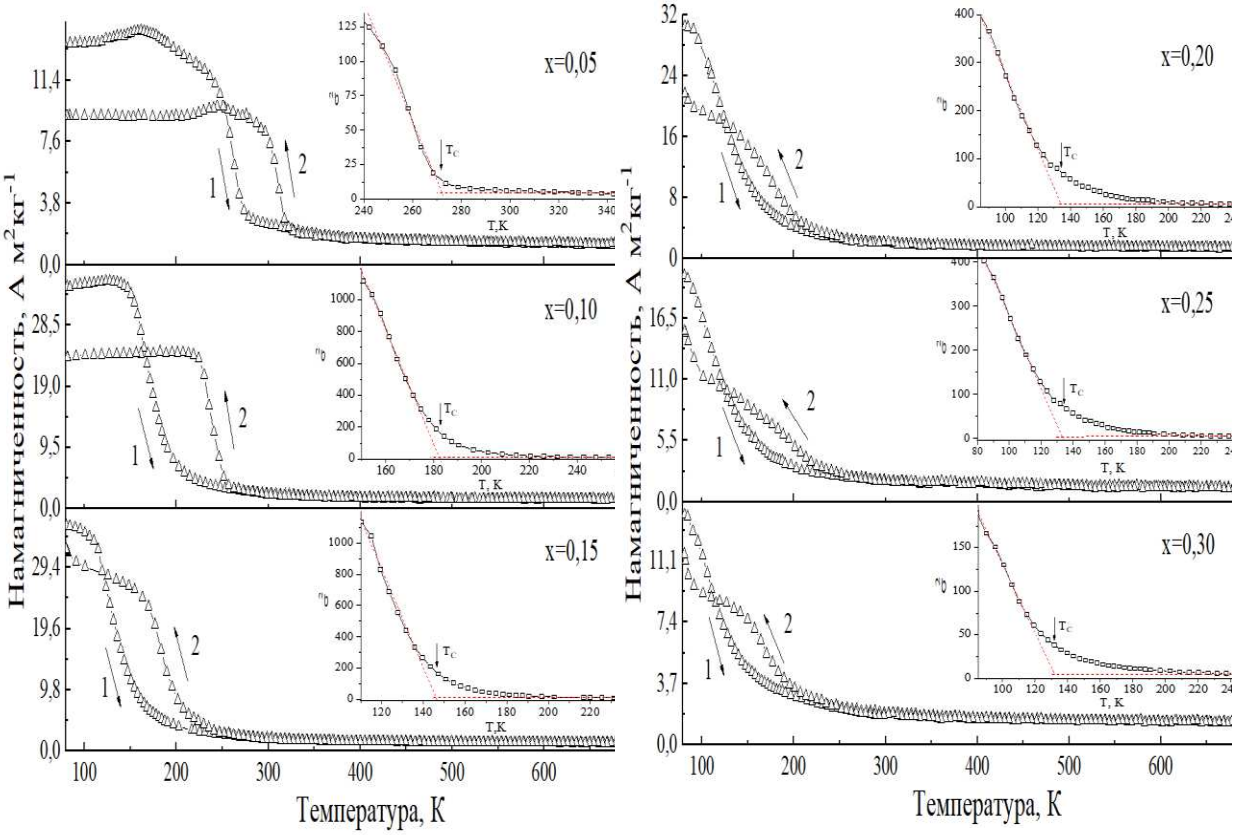


Рисунок 2 – Температурные зависимости удельной намагниченности $Mn_{1-x}Fe_xNiGe$ составов x = 0,05; 0,10; 0,15, 0,20; 0,25; 0,30 при нагреве (1) и охлаждении (2) в магнитном поле 0,86 Тл. На вставке приведены зависимости $\sigma^2 = f(T)$ определения температур Кюри.

Из зависимостей рисунка 2 $\sigma=f(T)$ следует, что вблизи температур T_C разрушения дальнего магнитного упорядочения наблюдается гистерезис. Значения удельной намагниченности, средних магнитных моментов при 80К и T_C представлены в табл.2.

Таблица 2 - Величины удельной намагниченности при 80К, температуры Кюри и средних магнитных моментов $Mn_{1-x}Fe_xNiGe$ (0,05≤x≤0,30)

x	σ_{80K}, $А·м^2·кг^{-1}$	T_C, *K*	$\mu_{80K.}$,$\mu_Б$
0.05	13,7	272	0,45
0.10	34,5	183	1,15
0.15	36,1	147	1,20
0.20	30,1	135	1,02
0.25	20,4	133	0,68
0.30	13,9	132	0,46

На рисуноке 3 представлены зависимости удельной намагниченности. При температуре 300К образцы парамагнитны.

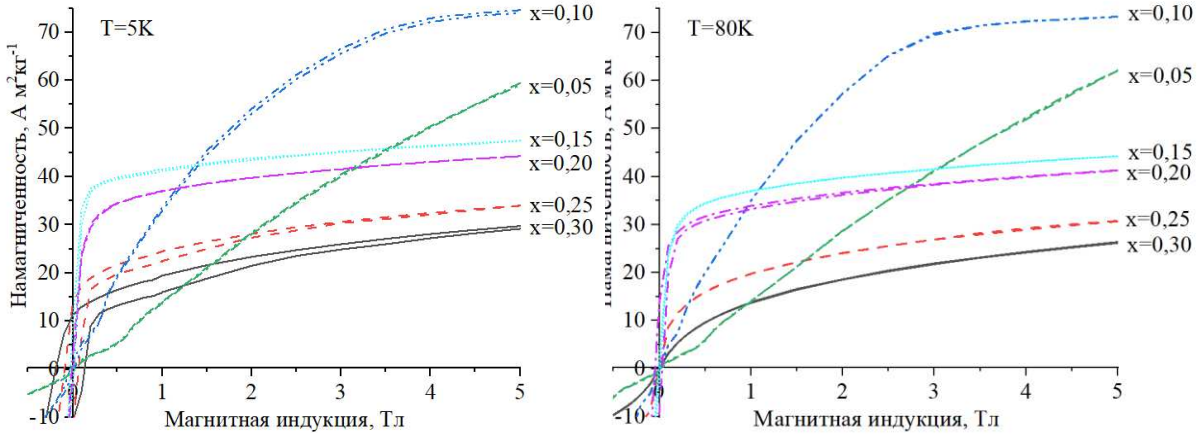


Рисунок 3 – Петли гистерезиса удельной намагниченности $Mn_{1-x}Fe_xNiGe$ составов *x* = 0,05; 0,10; 0,15, 0,20; 0,25; 0,30 при температурах 5 и 80 К.

Величины магнитных характеристик твердых растворов системы $Mn_{1-x}Fe_xNiGe$ при 5 и 80 К приведены в таблице 3.

Таблица 3 - Удельная намагниченность насыщения, магнитный момент, удельная остаточная намагниченность, коэрцитивная сила при температурах 5 и 80К

x	T=5K					T=80 K				
	σ_s, $А·м^2·кг^-$	μ, μ_B	σ_r, $А·м^2·кг^-$	H_c, Э	σ_s/σ_r	σ_s, $А·м^2·кг^-$	μ, μ_B	σ_r, $А·м^2·кг^-$	H_c, Э	σ_s/σ_r
0,05	–	–	0,6	550	–	–	–	0,34	385	–
0,10	72,91	2,43	1,8	625	40,51	69,85	2,33	0,6	250	116,42
0,15	38,51	1,29	10,75	520	3,58	34,05	1,14	0,875	70	38,91
0,20	31,01	1,04	14,5	930	2,14	25,49	0,85	0,77	90	33,10
0,25	20,08	0,67	13,4	1600	1,50	17,73	0,59	0,34	25	52,15
0,30	14,97	0,50	11,3	3350	1,32	12,35	0,41	0	0	0

Выводы.

1. Методом синтеза в твердой фазе с последующей закалкой в воду получены однофазные образцы $Mn_{1-x}Fe_xNiGe$ в интервале концентраций 0,05≤x≤0,30.

2. Увеличение концентрации железа приводит к уменьшению параметров элементарной кристаллической решетки.

3. Установлено, что температура Кюри исследованных образцов уменьшается при увеличении концентрации *x* железа при замещении.

РОЛЬ ВАКАНСИЙ И РАСТВОРЕННЫХ АТОМОВ В СПЛАВАХ НА ОСНОВЕ α-Fe ПРИ КВАЗИГИДРОСТАТИЧЕСКОЙ МЕГАПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ КРУЧЕНИЕМ В НАКОВАЛЬНЕ БРИДЖМЕНА

Жуков О.П., Филиппова В.П., Томчук А.А., Басов С.В., Неумоин К.В., Сундеев Р.В., Шалимова А.В., Головачёв С.Г.

ГНЦ РФ «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им.И.П.Бардина», г.Москва, Россия; zhukov.op@yandex.ru

Методом рентгеновской дифрактометрии анализировалось изменение периода кристаллической решетки твердых растворов на основе α-Fe, подвергнутых деформации кручением под высоким давлением (КВД), с применением наковальни Бриджмена. Исследуемые сплавы, закаленные в воду с предплавильных температур для растворения всех компонентов, содержали элементы, являющиеся основными легирующими (Ni, Cr, Mo, Al, B) или примесями (P, S, Sn) в конструкционных сталях. Деформирование осуществлялось кручением на 1 оборот при внешнем вертикальном давлении 40 Гпа, в изотермических условиях, при комнатной температуре, на воздухе. Параметр ОЦК кристаллической решётки твердого раствора на основе α-Fe, $a_{зак}$, определяли по угловому положению максимума пика Cu-излучения $K\alpha_1$ дифракционной линии (310) α-Fe, по стандартной методике, описанной в [2], с усреднением результатов измерений по площади образца около 12 мм^2.

В Талице представлены средние значения изменения периода ОЦК кристаллической решетки α-Fe для исследованных образцов в деформированном состоянии по сравнению с недеформированным, ($a_{деф}$–$a_{зак}$), и отличию периода ОЦК кристаллической решетки твердого раствора от чистого α-Fe, ($a_{спл}$–a_{Fe}), для недеформированных сплавов, а также приведены данные о концентрации основных элементов и примесей в исследованных сплавах.

Таблица - Результаты исследования концентрационного, $a_{зак}$-a_{Fe} , и деформационного, $a_{деф}$–$a_{зак}$, изменения периода кристаллической решетки твердых растворов на основе α-Fe

Сплав	Химический состав сплава, ат. %					Изменение периода решетки	
	P	S	N	C	Другие элементы	$a_{зак}$-a_{Fe}, 10^{-6}нм	$a_{деф}$–$a_{зак}$, 10^{-6}нм
Fe-0,13P	0,13	0,007	0,02	0,03	0,06Al; 0,05Si	-59	-13
Fe-0,02S	0,005	0,016	0,01	0,01	0,07Ni; 0,04Si	-66	-877
Fe-0,02B-0,07P	0,07	0,005	0,03	0,02	0,2 Ni; 0,02B; 0,1Si	37	-315
Fe-0,2Sn-0,01P	0,01	0,005	0,01	0,01	0,01Cr; 0,1Ni; 0,17Sn	171	-693
Fe-2Cr-0,05P	0,05	0,005	0,05	0,01	2,6 Cr	186	200
Fe-2Cr-0,2P	0,20	0,003	0,04	0,03	2,3 Cr	68	770
Fe-3Ni-0,03P	0,03	0,005	0,003	0,01	3,1 Ni	90	333
Fe-3Mo-0,15P	0,15	0,004	0,10	0,01	3,1 Mo; 0,1 Si	909	710
Fe-3Mo-0,03P	0,03	0,006	0,06	0,01	3,0 Mo; 0,1 Si	1002	500
Fe-3Al-0,06P	0,06	0,007	0,01	0,02	3,4 Al	708	443

Полученные экспериментальные данные показывают, что изменения периода кристаллической решетки деформированного образца по сравнению с недеформированным ($a_{деф}$–$a_{зак}$) имеют разный знак для сплавов различного состава, что свидетельствует об уменьшении, ($a_{деф}$–$a_{зак}$) < 0, или увеличении, ($a_{деф}$–$a_{зак}$) > 0, периода кристаллической решетки под действием приложенной интенсивной пластической деформации. Заметим, что остаточные напряжения должны тоже изменять период кристаллической решётки деформированных сплавов, но поскольку, согласно проведенным оценкам, деформация для всех сплавов была одинаковая, то вклад остаточных напряжений считаем постоянным. Далее рассмотрим возможные причины наблюдаемых изменений периода кристаллической решетки в зависимости от состава сплава и деформации.

Наблюдаемое изменение периода кристаллической решетки по сравнению с чистым α-Fe, ($a_{спл}$–a_{Fe}), согласно результатам работы [3], пропорционально концентрации растворенных атомов, с соответствующим знаком у коэффициента пропорциональности (минус - для сжимающих искажений, плюс - для растягивающих), т.е. P, S, Si – уменьшают период кристаллической решетки α-Fe, а Ni, Cr, Mo, Al, Sn, B, C, N – увеличивают.

В соответствии с принципом Ле-Шателье, воздействие на равновесную систему сжимающей деформации должно вызывать процессы, уменьшающие межатомные расстояния, а следовательно и период кристаллической решетки. Можно предложить как минимум четыре механизма деформационного уменьшения периода кристаллической решетки, ($a_{деф}$ – $a_{зак}$) < 0, при КВД.

1) Под действием приложенной сжимающей нагрузки КВД в квазигидростатических условиях наковальни Бриджмена происходит увеличение концентрации вакансий, которые влияют на период кристаллической решетки аналогично «сжимающим» атомам, т.е. уменьшают его.

2) Согласно принципу Ле-Шателье, при сжатии, создаваемом деформацией КВД, должна повышаться растворимость элементов, атомы которых вносят сжимающие искажения в решетку α-Fe (это: P, S и Si), что может привести к уменьшения периода кристаллической решетки.

3) Аналогично, при сжимающей деформации должна понижаться растворимость элементов, атомы которых вносят растягивающие искажения в решетку α-Fe, это: Mo, Cr. Ni, Al, Sn (образующие твердый раствор замещения) и B, N, C (образующие твердый раствор внедрения). Атомы твердого раствора, вызывающие растягивающие искажения (Mo, Cr. Ni, Al, Sn, B), могут образовывать микро выделения фаз или сегрегации на дислокационных скоплениях и внутренних поверхностях, что снимает внутренние искажения кристаллической решетки и приводит к уменьшению периода, по сравнению с недеформированным состоянием.

4) Следующий механизм уменьшения периода кристаллической решетки при деформации КВД связан с тем, что атомы твердого раствора внедрения (B, N, C) могут взаимодействовать с образующимися вакансиями, занимая их место, и в результате такого замещения «растягивающие» искажения внедренных атомов превращаются в «сжимающие», поэтому ($a_{деф}$ – $a_{зак}$) < 0 при наличии B, N, C в составе сплава .

В свете вышесказанного, возможна следующая интерпретация полученных экспериментальных результатов, представленных в Таблице для ($a_{деф}$ – $a_{зак}$) < 0.

В сплавах Fe-0,13P и Fe-0,02S при деформации КВД образуется большое количество вакансий по сравнению с недеформированным состоянием. Поэтому период кристаллической решетки при деформировании – уменьшается (см. Таблицу).

В сплаве Fe-0,02B-0,07P, по-видимому, растягивающие искажения, вносимые атомами внедрения (главным образом B) в кристаллическую решетку α-Fe, поглощаются образующимися в результате деформации вакансиями, количество которых относительно больше, по сравнению с атомами B. Растворимость последнего в α-Fe гораздо меньше, чем Mo, Cr. Ni, Al. Кроме того, согласно принципу Ле-Шателье, растворимость B, увеличивающего период решетки, должна уменьшаться при сжимающей деформации. Поэтому период решетки деформированного Fe-0,02B-0,07P, по сравнению с недеформированным образцом, уменьшается, ($a_{деф}$ – $a_{зак}$) < 0.

В сплаве Fe-0,2Sn-0,01P, несмотря на наличие компонента Sn, увеличивающего межатомные расстояния в α-Fe, наблюдается деформационное уменьшение периода кристаллической решетки, ($a_{деф} - a_{зак}$) < 0. В деформированном образце Fe-0,2Sn-0,01P, по-видимому, происходит выделение атомов Sn в виде микро-фаз или сегрегаций на внутренних поверхностях и скоплениях дефектов, образующихся при деформации, т.к. растворимость этого элемента в α-Fe при комнатной температуре очень мала, и должна уменьшаться при сжимающей деформации. Поэтому по сравнению с недеформированным образцом наблюдается уменьшение периода решетки.

Далее, рассмотрим механизм деформационного увеличения периода кристаллической решетки, ($a_{деф} - a_{зак}$) > 0, для сплавов Fe-Me-P (Me: Mo, Ni, Cr, Al),

Равновесное взаимное расположение атомов в исходном (недеформированном) твердом растворе, содержащем одновременно «растягивающие», и «сжимающие» атомы, таково, что атомы, вызывающие растягивающие искажения кристаллической решетки (Mo, Cr. Ni, Al), располагаются в некоторой близости от атомов, создающих области сжатия (P, S). Таким образом, при достаточно большой концентрации растворенных элементов происходит ощутимая взаимная компенсация упругих искажений, по сравнению с двойными сплавами, содержащими растворенные атомы только одного сорта. Взаимная компенсация растягивающих и упругих искажений приводит к уменьшению отличия периода кристаллической решетки от чистого металла. Это экспериментально подтверждается в [3] для тройных твердых растворов на основе α-Fe. Происходит обмен местами растворенных атомов замещения, вызывающих растягивающие искажения (Mo, Cr. Ni, Al), с образующимися при деформации КВД вакансиями, которые вносят сжимающие искажения в кристаллическую решетку. При этом, вакансии исчезают, и в кристаллической решетке остаются искажения только от растворенных атомов. Однако, по сравнению с недеформированным материалом, не успевает происходить сближение растягивающих и сжимающих атомов, т.к. в процессе деформации генерируются новые вакансии. Отсутствие взаимной компенсации искажений, вносимых сжимающими и растягивающими растворенными компонентами приводит к деформационному увеличению периода кристаллической решетки сплавов Fe-Me-P (Me: Mo, Ni, Cr, Al), по сравнению с недеформированным состоянием: ($a_{деф} - a_{зак}$) > 0 (см. Таблицу). На справедливость описанного механизма указывает возрастание величины ($a_{деф} - a_{зак}$) при относительном увеличении количества P, наблюдаемое для сплавов Fe-Me-P (Me: Mo, Ni, Cr, Al). Объясняется это тем, что несмотря на сжимающие искажения кристаллической решетки атомами P, при увеличении их концентрации возрастает доля потерянной компенсации растягивающих искажений, вносимых атомами Me, поэтому ($a_{деф} - a_{зак}$) > 0.

Полученные результаты указывают на то, что изменения параметра кристаллической решетки при деформации КВД контролируются взаимодействиями между растворенными атомами, вызывающими сжимающие (P, S) и растягивающие (Mo, Ni, Cr, Al, Sn, B) искажения, и между атомами и вакансиями, образующимися в процессе деформации.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект РФФИ № 17-08-01250).

Список литературы

1. Zhilyaev A.P., Langdon T.G. Using High-pressure Torsion for Metal Processing: Fundamentals and Applications. // Progress in Metals Science, 53 (2008), p.893-979.

2. Тэйлор А. Рентгеновская металлография, пер. с англ. В.Г. Лютцау и др./ под редакцией проф. Б.Я. Пинеса – М.: Металлургия, 1965. - 663с.

3. Филиппва В.П., Макушев С.Ю. Анализ зависимости периода кристаллической решетки твердого раствора на основе α-Fe от концентраций растворенных элементов // Проблемы черной металлургии и материаловедения. 2015. №4. С.74-81.

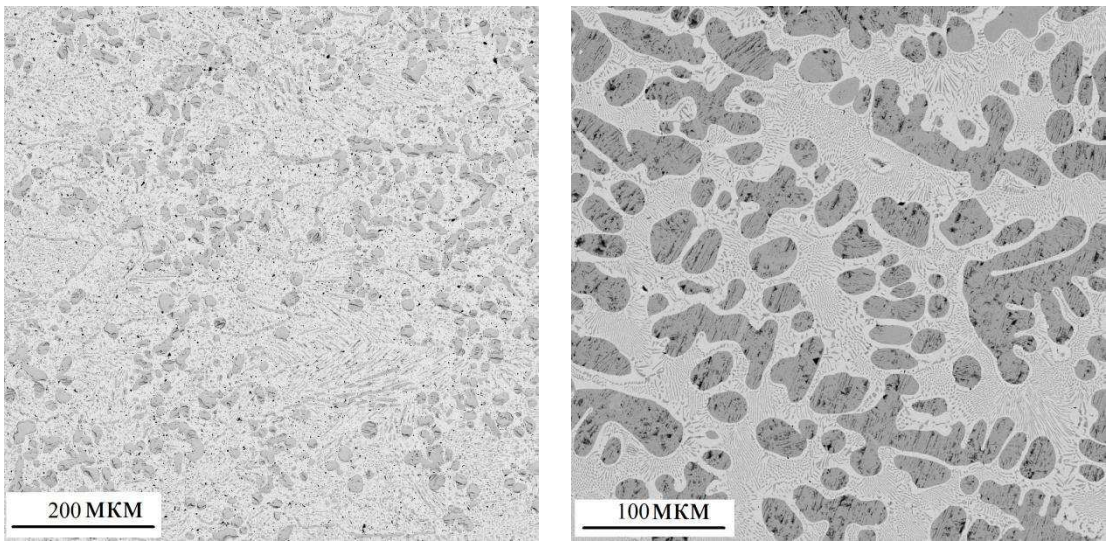
СТРУКТУРА И ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫЕ МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ СИСТЕМЫ NB-C

Прохоров Д.В., Карпов М.И., Гнесин Б.А.
**Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, prohorov@issp.ac.ru*

Изучены структура и механические свойства сплавов Nb80C20 и Nb40Mo40C20 при температурах 20–1500°C. Образцы сплавов Nb80C20 и Nb40Mo40C20 (ат.%) получали в два этапа. На первом исходные сплавы выплавляли методом электронно-лучевой вакуумной плавки в ручьевом медном водоохлаждаемом кристаллизаторе. На втором этапе полученные заготовки подвергали вакуумной электронно-лучевой зонной плавке с двукратным перемещением зоны вдоль оси заготовки. Скорость ее перемещения составляла 4 мм/мин. Полученные слитки имели диаметр 14-16 мм и длину 90 мм.

Кратковременные механические испытания проводили по схеме трех-точечного изгиба в температурном диапазоне от комнатной до 1500°C в вакуумной камере установки INSTRON 1195 со скоростью нагружения 0,5 мм/мин. Образцы для проведения испытаний с размерами 2×3×20 мм вырезали из слитков электроэрозионным способом. Ползучесть сплавов исследовали при трех-точечном изгибе в температурном интервале 1200-1500°C в атмосфере аргона.

Общий вид структуры сплава Nb80C20 характерен для сплава заэвтектического состава (рис. 1). Крупные, имеющие преимущественно округлую форму зерна (белого цвета на рис. 1 а) имеют состав, близкий к фазе Nb2C. По общему виду и размеру – это первичные выделения карбида. Определить состав частиц фазы серого цвета в эвтекичесой смеси не удалось по причине их субмикронного размера. Матричная фаза – твердый раствор на основе ниобия. Средний состав соответствует сплаву Nb75C25, что близко к составу зашихтованного сплава. Данные рентгеноструктурного анализа не подтверждают наличие в сплаве фазы Nb2C (рис. 2 а) В спектре присутствуют только линии твердого раствора на основе ниобия и карбида NbC с гексагональной структурой.

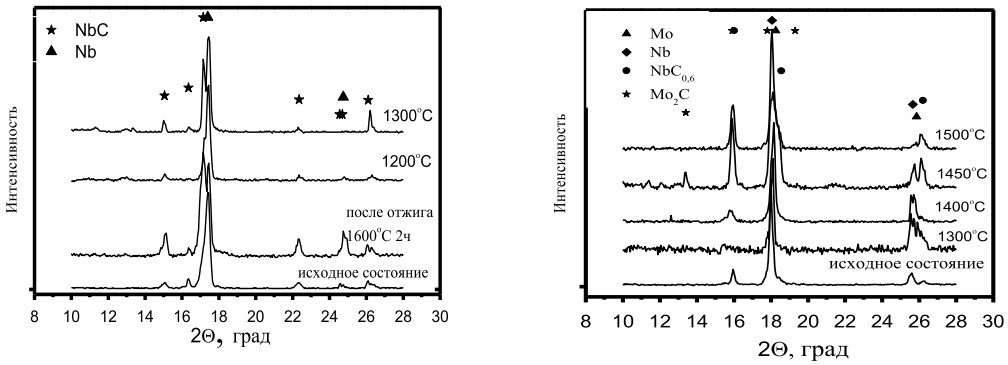


а б

Рисунок 1- Характерная микроструктура Nb-C сплавов а – Nb80C20 и б – Nb40Mo40C20

Структура поперечного шлифа сплава Nb40Mo40C20 приведена на рис. 1б. Крупные дендриты округлой формы имеют средний состав Nb44Mo8C48. Это близко к составу карбида (Nb44Mo8)C. Наличие такого карбида в сплаве подтверждают данными рентгеноструктурного анализа (рис. 2 б). Это карбид с кубический решеткой

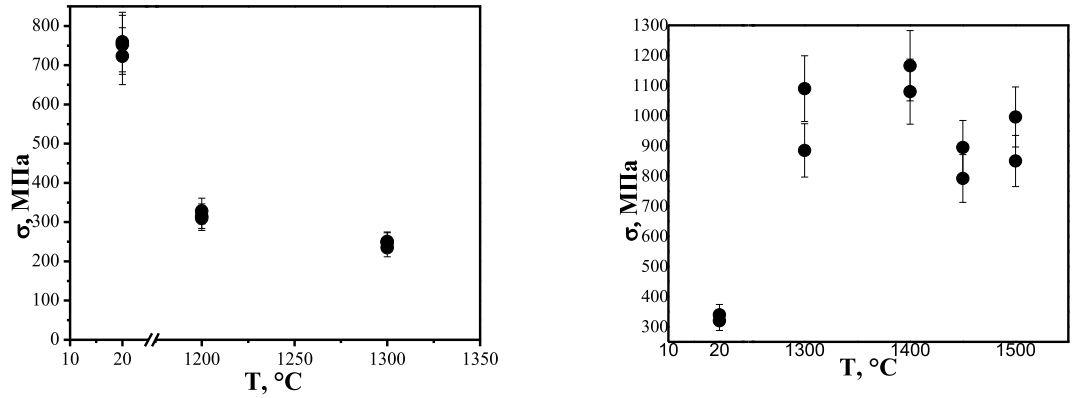
(NbMo)C0,6. Междендритное пространство заполнено дисперсными субмикронными частицами этого карбида, находящихся в матрице из твердого раствора примерного состава Nb10Mo40. Фактически это уже твердый раствор на основе молибдена. Данные рентгеноструктурных исследований показывают, что в процессе испытаний на длительную прочность при 1300–1450 °С структура сплава Nb40Mo40C20 остается стабильной (рис. 2).



а б

Рисунок 2 - Рентгенограммы сплавов в исходном состоянии после плавки и после испытаний на ползучесть а – Nb80C20 и б – Nb40Mo40C20

Характер изменения кратковременной прочности сплавов с температурой испытания различен (рис. 3). У сплава Nb80C20 кратковременная прочность снижатся с 750 МПа при комнатной температуре до 240 МПа при 1300 °С. У сплава Nb40Mo40C20 при комнатной температуре прочность низкая и составляет 330 МПа. Однако с повышением температуры испытания прочность увеличивается, достигая максимума (1150 МПа) при 1400°С, и далее снижается до 900 МПа с повышение температуры до 1500°С. Трещиностойкость при комнатной температуре сплава Nb40Mo40C20, имеющего наилучшую высокотемпературную прочность, оказалась невысокой: коэффициент концентрации напряжений K* = 4,6-5,2 МПа·м½.



а б

Рисунок 3 - Зависимость предела кратковременной прочности от температуры испытания для сплавов а – Nb80C20 и б – Nb40Mo40C20

Наиболее интересными являются результаты испытания на высокотемпературную ползучесть, приведенные на рис. 4. У нелегированного сплава Nb80C20 100-часовая прочность (величина напряжения, вызывающая деформацию 1% за 100 ч) составляет 110 МПа при 1200 °С и 50 МПа при 1300 °С. В то же время у сплава Nb40Mo40C20 более высокая 100-часовая прочность, составившая 160-190 МПа, отмечена при более высоких температурах испытания – 1400–1500°С. Максимальное значение 100-часовой прочности, равное 190 МПа, получено при 1450°С.

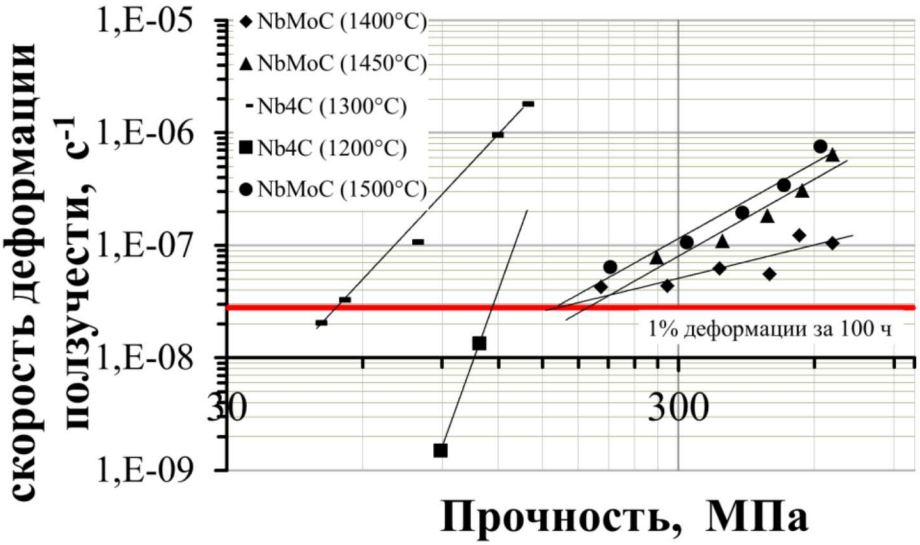


Рисунок 4 - Зависимости скорости деформации при ползучести от напряжения при различных температурах испытания

Работа выполнена в рамках государственного задания ИФТТ РАН и Программ Президиума РАН «Наноструктуры: физика, химия, биология, основы технологий».

АНАЛИЗ ВЛИЯНИЯ ТОЧЕЧНЫХ ДЕФЕКТОВ НА ПЕРИОД ОЦК КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ РЕШЕТКИ α-Fe МЕТОДОМ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКТОМЕТРИИ

Филиппова В.П., Жуков О.П., Макушев С.Ю., Пименов Е.В., Басов С.В., Неумоин К.В., Головачёв С.Г.

ГНЦ РФ «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им.И.П.Бардина», г.Москва, Россия; varia.filippova@yandex.ru

Согласно принципам равновесной термодинамики, в идеальном кристалле в состоянии теплового равновесия всегда присутствует определенное количество вакансий, концентрация которых экспоненциально увеличивается при повышении температуры, в соответствии с известной формулой Больцмана, полученной применением классической статистики молекулярного газа к металлам:

$$C_v = \frac{n}{N} = \exp(-E_v / kT) \qquad (1),$$

где E_v>0 – энергия образования вакансии. Традиционно, вакансии, межузельные атомы и бивакансии рассматриваются как точечные дефекты, которые в чистом кристалле могут существовать одновременно. Причем, считается, что количество последних должно быть гораздо меньше первых. Традиционно рассматривают два механизма образования вакансии: как перенос атома из внутреннего объема кристалла на его поверхность, с образованием выступа (по Шоттки); или как перемещение из узла кристаллической решетки в междоузлие (по Френкелю). Механизм образования бивакансии рассматривают как результат взаимодействия двух вакансий (по Шоттки), по аналогии с общими правилами реакций в газовых смесях или разбавленных растворах: $V+V \rightarrow V_2$. Таким образом, согласно закону действующих масс концентрация вакансий [V] и бивакансий [V_2] связаны условием:

$$[V_2] = K[V]^2 \qquad (2),$$

где $K = \alpha \cdot \exp(U/kT)$; α − число возможных ориентаций бивакансий в кристалле, равное половине координационного числа (то есть числа ближайших соседей для данного узла: 8 для ОЦК решетки, 12 для ГЦК и ГПУ решетки); U – энергия связи вакансий в бивакансию, которая равна разности энергии образования двух вакансий и одной бивакансии: $U = 2E_v - E_{2v}$. Величина U заметно меньше энергии образования одиночной вакансии, поэтому концентрация бивакансий не превышает концентрацию одиночных вакансий. Согласно приведенным утверждениям получается следующее выражение для концентрации бивакансий:

$$C_{2v} = (C_{1v})^2 \exp(-E_{2v} / kT), \qquad (3),$$

Согласно (3), C_{2v} только при высоких температурах может достигать «заметного» значения, которое, однако, гораздо меньше концентрации вакансий. Концентрация межузельных атомов, создающих области локального растяжения кристаллической решетки, также существенно мала, так как они «поглощаются» вакансиями, которые являются областями локального сжатия. Поэтому, при обычных условиях (когда не слишком высокие температура и внешнее давление) влиянием на объем кристалла бивакансий и межузельных атомов пренебрегают по сравнению с вакансиями.

В настоящей работе, на основании данных о периоде ОЦК кристаллической решетке чистого α-Fe и твердых растворов на его основе, полученных методом рентгеновской дифрактометрии, анализируются концентрационные соотношения вакансий и бивакансий, образующихся при закалке из предплавильных температур.

Данные рентгеновской дифрактометрии ($a_{спл}$, a_{Fe}), получены с использованием установки типа «ДРОН-УМ1» по стандартной прецизионной методике [1]. При этом фиксировался рефлекс от большеугловой линии для плоскости (310) в рентгеновском излучении Fe K_β. В качестве единого эталона для каждой серии измерений рассматривали образец чистого отожженного железа (a_{Fe}), что позволило исключить систематическую ошибку и обеспечить точность определения $a_{спл}$ порядка 0,01%.

На рис. 1 представлены полученные данные по периоду ОЦК кристаллической решетки ($a_{спл}$) в зависимости от концентрации Р для сплавов на основе α-Fe (образцы №№ 1, 2, 3, 4, 5) и чистого железа (образец № 0). Координаты прямой линии на рис.1 определялись по положению центра тяжести рентгеновской дифракционной линии образцов № 1, 2, 3, 4, 5, как описано выше, и тангенсу угла наклона из [2] для Р в α-Fe.

В работе [3] получены аналогичные данные по периоду ОЦК решетки α-Fe в зависимости от концентрации Р для сплавов α-(Fe, P). При этом записывалась спектральная линия (310) рентгеновского излучения Cu $K_{\alpha 1 \alpha 2}$, которая для ОЦК железа расположена в прецизионной области дифракционного спектра и является самой интенсивной в данном диапазоне. Расчёт периода кристаллической решетки в работе [3] проводился по положению середины дифракционной спектральной линии Cu $K_{\alpha 1}$ для плоскости (310). Результаты [3], представлены на рис.2.

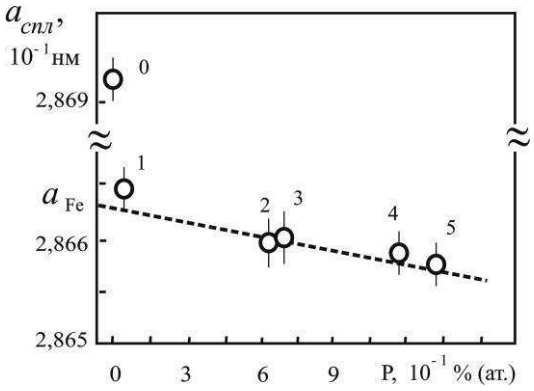


Рисунок 1 - Экспериментальные данные, полученные методом рентгеновской дифрактометрии, по периоду ОЦК кристаллической решетки ($a_{спл}$) сплавов на основе α-Fe в зависимости от Р.

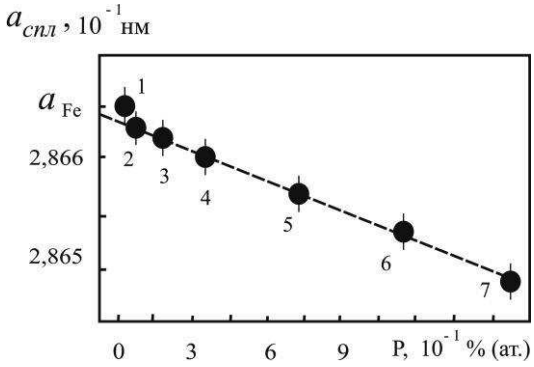


Рисунок 2 - Зависимость периода кристаллической решетки твердого раствора на основе α-Fe от концентрации Р для двухкомпонентных сплавов Fe_{α}-P по данным работы [3].

Как показано на рис.1 и рис.2: фосфор (Р) уменьшает период решетки α-Fe: ($a_{спл} < a_{Fe}$), что согласуется с полученными ранее данными [2]. Однако, для образцов с малым содержанием Р (№0 и №1), наблюдается отклонение от линейной концентрационной зависимости в сторону увеличения периода решетки. Причем, чем меньше концентрация Р, тем больше отклонение ($a_{спл} > a_{Fe}$).

Результаты компьютерного моделирования, выполненного в работе [4] с использованием потенциала парного взаимодействия атомов Fe-Fe, показывают, что вакансии вносят сжимающую деформацию в ОЦК кристаллическую ячейку α-Fe, а бикакансии – растягивающую (рис.3, а, б).

Согласно (рис.3, а, б), вакансии должны приводить к уменьшению периода решетки, а бивакансии – к увеличению (в зависимости от их количественного соотношения). Следовательно, возможным механизмом увеличения периода кристаллической решетки, $a_{спл} > a_{Fe}$, наблюдаемого методом рентгеновской дифрактометрии, в образцах чистого α-Fe и сплавах с малыми концентрациями Р после закалки в воду из предплавильных температур (рис.1 и рис.2) является образование бивакансий, приводящее к растягивающим упругим искажениям кристаллических ячеек (рис. 3б).

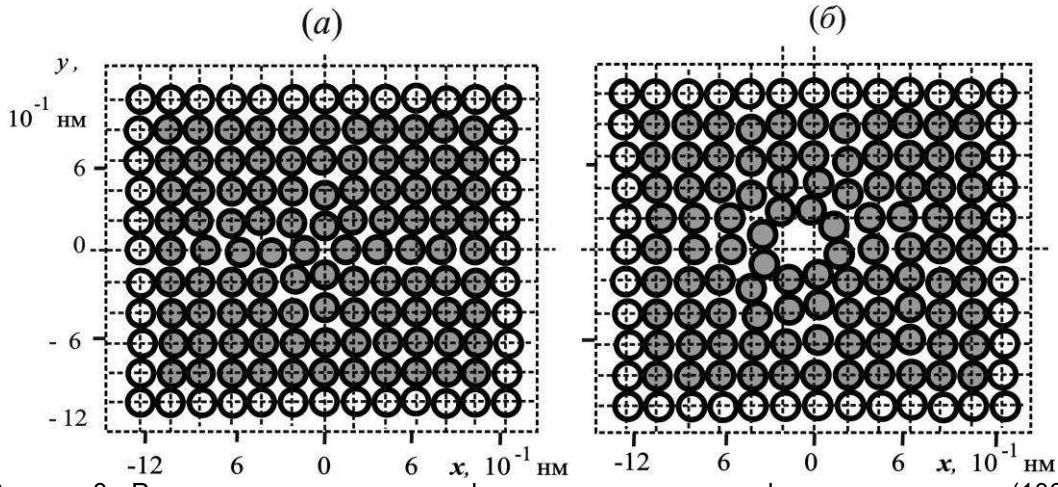


Рисунок 3 - Равновесные атомные конфигурации точечных дефектов в плоскости (100) ОЦК кристаллической решетки α-Fe, смоделированные методом молекулярной динамики в [4]: (а) – вокруг одиночной вакансии; (б) – вокруг бивакансии.

По данным рентгеновской дифрактометрии и компьютерного моделирования получается, что количество бивакансий в исследованных образцах чистого α-Fe и сплавах, содержащих малое количество растворенных атомов P, выше, чем вакансий, что приводит к отклонению концентрационной зависимости от линейного соотношения в сторону увеличения периода решетки (№ 0 и № 1 на рис.1 и рис.2).

На основании полученных результатов, механизм образования бивакансий в чистом металле можно описать как объединение вакансий внутри кристаллической решетки. При увеличении концентрации вакансий внутри объема с повышением температуры (1), вероятность их объединения в бивакансии гораздо выше, чем вероятность двух соседних атомов одновременно переместиться из объема на поверхность кристалла, поэтому механизм Шоттки для образования бивакансии – менее вероятен.

В сплавах, в отличие от чистых металлов, невозможно наблюдать влияние точечных дефектов на период кристаллической решетки, потому что возрастает вероятность их взаимодействия с растворенными атомами. В результате последнего, количество точечных дефектов уменьшается, так как при каждом акте взаимодействия: вакансия или бивакансия исчезает, а примесный атом, занимая ее место, остается в твердом растворе. Таким образом, с увеличением объемной концентрации растворенных элементов наблюдается линейная зависимость периода кристаллической решетки от состава твердого раствора, что согласуется с [2, 3].

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, в рамках гранта РФФИ № 19-08-00959.

Список литературы.

1. Тэйлор А. Рентгеновская металлография. М.: Металлургия, 1965, 663 с.
2. Филиппова В.П., Макушев С.Ю. Анализ зависимости периода кристаллической решетки твердого раствора на основе α-Fe от концентраций растворенных элементов. //Проблемы черной металлургии и материаловедения. - 2015.- №4. - С.74-81.
3. Hattendorf H., Buchner A.R., Inden G. An investigation of the lattice parameters of α-(Fe, P) alloys. // Materials Technology, Steel Research. 1988. V. 59. №6. P.279-280.
4. Жуков О.П., Филиппова В.П., Томчук А.А., Неумоин К.В., Басов С.В., Глезер А.М., Перлович Ю.А., Крымская О.А., Мурадимова Л.Ф. Влияние кручения под высоким давлением на параметры кристаллической решетки α-Fe и твердых растворов на его основе //Деформация и разрушение материалов. 2018.№5.С.25-31.

ФОРМИРОВАНИЕ МАГНИТОИНДУЦИРОВАННОЙ МАРТЕНСИТНОЙ ДВОЙНИКОВОЙ СТРУКТУРЫ В СПЛАВАХ ГЕЙСЛЕРА В РАЗНЫХ ТЕРМОДИНАМИЧЕСКИХ УСЛОВИЯХ

Дильмиева Э.Т. [1], **Кошкидько Ю.С.** [1,2], **Коледов В.В.** [1], **Шавров В.Г.** [1]
[1] *Институт радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН, Москва, Россия*
[2] *Институт низких температур и структурных исследований им. В. Тшебятовского ПАН, Вроцлав, Польша*
kelvit@mail.ru

Структура сплавов Гейслера изучается с использованием множества методов: оптической, растровой, просвечивающей, атомной силовой и фотоэмиссионной электронными микроскопиями, рентгеновской и нейтронной дифракциями [1,2]. Данные методы позволяют изучать особенности структуры сплавов Гейслера. В частности, зависимость микроструктуры от химического состава [2], наблюдение индивидуальных мартенситных пластин, идентификация кристаллической структуры сплавов [3], определение влияния микроструктуры на механизм деформации в результате многократных циркулирующих мартенситных переходов и соответствующий контроль разрушения [4], определение размеров мартенситных пластин [1], установление кристаллографии мартенсита, определение параметров двойникования [5]. Исследователи применяют также теоретические методы для описания мартенситного перехода [6]. Однако, особенностью изучаемых сплавов Гейслера является, то, что структурный фазовый переход индуцируется, как температурой, так и магнитным полем. Поэтому изучение эволюции микроструктуры при магнитоструктурном переходе под действием температуры и магнитного поля представляет большой интерес для исследователей [7,8]. По сравнению с экспоненциально растущим числом работ по сплавам Гейслера, всего лишь небольшая их часть посвящена изучению мартенситного перехода под действием внешних параметров. Эволюцию мартенситного перехода под действием температуры или магнитного поля фиксируют либо на видеозапись, либо на серию фотографий.

Исследования мартенситного перехода под действием температуры позволили изучить движение границ структурного перехода [8], процесс зародышеобразования и его влияния на эволюцию превращения [7], а также определить влияние теплового гистерезиса на движение границ фаз[7]. Результаты изучения мартенситного перехода под действием магнитного поля представлены в работах [9-11]. Известно, что для полного завершения структурного превращения в сплавах Гейслера необходимы высокие магнитные поля. Поэтому в работах [9,11] используют импульсные магнитные поля до 35.5 Тл, при этом считается, что условия эксперимента адиабатические из-за короткого времени воздействия импульса поля. Авторы [9] на основе полученных результатов оптического наблюдения за мартенситным переходом под действием импульсных магнитных полей до 31 Тл и данных из кривых намагниченности построили фазовую диаграмму от магнитного поля для сплава Гейслера семейства Ni-Co-Mn-In. Необходимо отметить, что в представленных работах изучение микроструктуры сплавов Гейслера в сильных магнитных полях проводились в адиабатических условиях. Однако, при изотермических условиях превращение мартенсита в магнитных полях будет происходить иначе. На данный момент, работы по изучению структурного превращения в сплавах Гейслера в высоких магнитных полях в изотермических условиях в литературе неизвестны. С учетом нерешенных задач в области изучения магнитоиндуцированного мартенситного перехода в сплавах Гейслера в сильных магнитных полях авторы разработали метод исследования микроструктуры твердого тела в магнитном поле. Данный метод включает в себя операцию наблюдения поверхности металлографического шлифа при помощи оптического микроскопа, расположенного в поле биттеревского магнита, при одновременном точном локальном измерении температуры. С этой целью была создана специальная установка. Данная установка представляет собой оптический микроскоп, работающий в магнитных полях до 14 Тл и в температурном диапазоне от 77К до 423К, позволяющий проводить

металлографические исследования в *in-situ* режиме и измерять температуру образца [12]. Разработанная установка позволяет проводить исследования при адиабатических и изотермических условиях. Применение биттеревского магнита обусловлено следующим. Применение сверхпроводящих магнитов не позволяет проводить эксперименты при адиабатических условиях, т.к. время развёртки поля довольно большое. Это приводит к рассеванию тепла в результате длительного намагничивания образца. Скорость развёртки поля в сверхпроводящем магните уступает скорости в биттеревском магните. Ограничение применения импульсных магнитных полей связано с малым временем импульса. Малое время импульса исключает проведение экспериментов по наблюдению микроструктуры в изотермических условиях [13]. Поэтому применение биттеревского магнита является оптимальным, т.к. позволяет проводить эксперименты с необходимой скоростью и для изотермических, и для адиабатических условий.

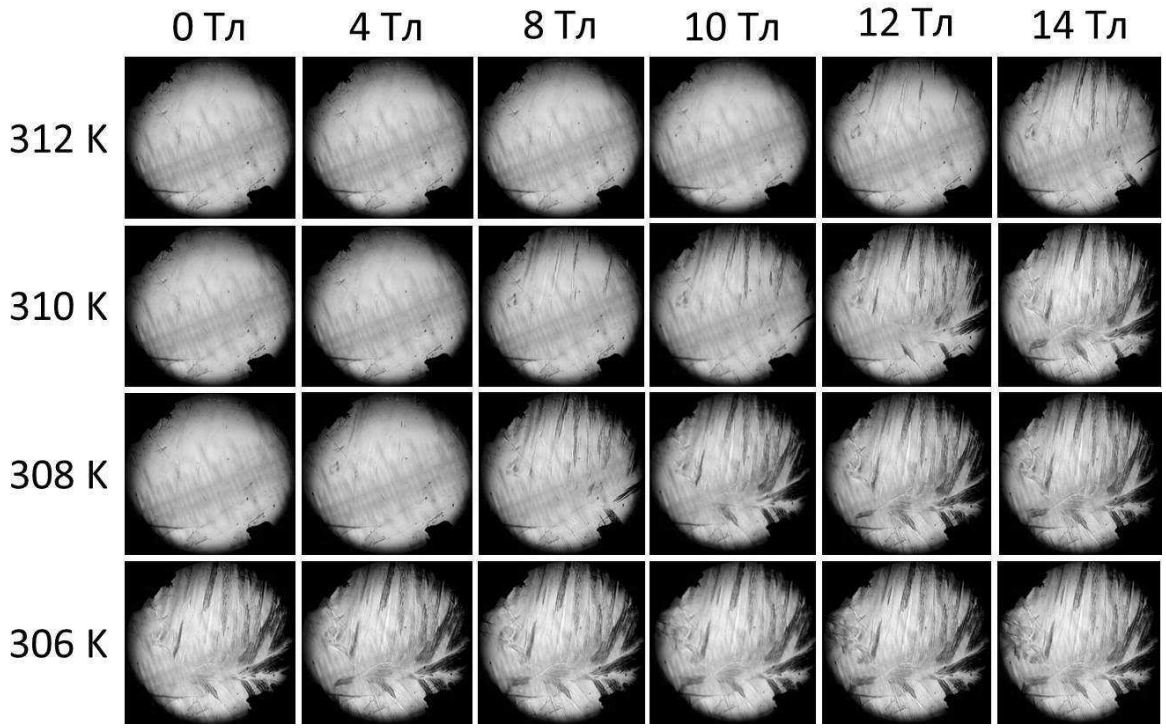


Рисунок 1 - Формирование мартенситной структуры под действием магнитного поля в образце сплава Гейслера $Ni_{2.16}Mn_{0.84}Ga$ при различных начальных температурах эксперимента $T_{нач}$, установленных после охлаждения, в изотермических условиях (размер кадра 2x2 мм^2) [12]

В качестве образцов были выбраны сплавы Гейслера, актуальные на данный момент в качестве рабочего тела в холодильных машинах: поликристалл $Ni_{2.16}Mn_{0.84}Ga$ ($T_{АМ}>T_{комн}$) [14], поликристалл $Ni_{43}Mn_{46}Sn_{11}$ ($T_{АМ}<<T_{комн}$) [15,16] и монокристалл $Ni_{2.19}Mn_{0.81}Ga$ ($T_{АМ}>T_{комн}$) [17]. По результатам исследований получены видеозаписи процесса эволюции мартенситных двойников при структурном переходе под действием магнитного поля до 14 Тл с одновременной фиксацией изменения температуры образцов с прямым и обратным МКЭ (рис. 1). Обнаружена разница протекания магнитоиндуцированного фазового перехода 1-го рода при адиабатических и изотермических режимах. Разработана качественная модель, объясняющая разницу протекания магнитоструктурного перехода образца сплава Гейслера $Ni_{2.16}Mn_{0.84}Ga$ при разных термодинамических условиях. В образце $Ni_{43}Mn_{46}Sn_{11}$ продемонстрировано влияние оставшиеся структуры мартенсита в результате отсутствия термоциклирования на значения изотермического выделения/поглощения тепла. В монокристаллическом сплаве Гейслера $Ni_{2.19}Mn_{0.81}Ga$ обнаружено, что после

термоциклирования для зарождения мартенситной фазы необходимо большее магнитное поле, чем при отсутствии дополнительного нагрева. На основе полученных результатов построены (T-μ_0H) фазовые диаграммы фазового перехода 1-го рода для сплавов Гейслера $Ni_{2.16}Mn_{0.84}Ga$, $Ni_{43}Mn_{46}Sn_{11}$, $Ni_{2.19}Mn_{0.81}Ga$ до 14, 12 и 10 Тл, соответственно.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, проект № 18–07–01320.

Литература

[1] P. Czaja, W. Maziarz, et.al., // Intermetallics 55, 1 (2014).
[2] T. Krenke, M. Acet, et.al., // Phys. Rew. B. 72, 014412 (2015).
[3] W. Maziarz // Sol. State Phen. 186, 251 (2012).
[4] P. Czaj, R. Chulist, et.al., // J. Mater. Sci. 52, 10 (2012).
[5] R.C. Pond, B. Muntifering, P. Mullner // Acta Materialia. 60, 9 (2012).
[6] R. Niemann, S. Fahler // J. Alloys Comp. 703, 280 (2017).
[7] Gottschall, K.P. Skokov, et.al., // Appl. Phys. Lett. 106, 021901 (2015).
[8] R.M. Grechishkin, O.V. Gasanov, et.al., // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering.77, 012045 (2015).
[9] T. Kihara, I.Katakura, et.al., // J. Alloys Comp. 577, S722 (2013).
[10] M. R. Sullivan, D. A. Ateya, et.al., // J. Appl. Phys. 95, 11 (2004).
[11] X. Xu, I. Katakura, T. Kihara, et.al., // Mater. Trans. 54, 3 (2013).
[12] E.T. Dilmieva, et.al., Bulletin RAS. Physics 81 (2017) 1428-1434.
[13] T. Kihara, X. Xu, W. Ito, et.al., // Phys. Rev. B. 90, 214409 (2014).
[14] V.V. Khovailo, V. Novosad, et.al., Phys. Rev. B 70, 174413 (2004).
[15] H. Xiao, C. Yang, R. Wang, et.al., Phys. Lett. A, 380, 3414 (2016).
[16] Z.D. Han, D.H. Wang, et.al., Mater. Scien. Engin. B 157, 40 (2009).
[17] A.N. Vasil'ev, E.I. Estrin, V.V. Khovailo, et.al., Inter. J. Appl. Electromagn. Mech. 12, 35 (2000).

СЛОИСТЫЕ САМОЗАЛЕЧИВАЮЩИЕСЯ КОМПОЗИТЫ НА ОСНОВЕ БОРОСИЛОКСАНОВОЙ МАТРИЦЫ

Ситников Н.Н.[1], Хабибуллина И.А.[1], Мащенко В.И.[2], Шеляков А.В.[3], Высотина Е.А.[1], Мостовая К.С.[1]

[1]ГНЦ ФГУП «Центр Келдыша», г. Москва, Россия

[2]Московский государственный областной университет, г. Москва, Россия

[3]Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», г. Москва, Россия

В настоящее время направление искусственно созданных материалов или композиционных систем, способных частично или полностью восстанавливать исходные характеристики после причиненных им повреждений, переживает бурное развитие. Искусственные самозалечивающиеся материалы открыли бы огромные возможности, в особенности в тех случаях, когда необходимо обеспечить работоспособность материалов в труднодоступных зонах на как можно более длительный срок. Способность искусственных материалов к самовосстановлению каких-либо свойств может позволить увеличить срок их службы, снизить затраты на поддержание их в рабочем состоянии и ремонт, а также повысить уровень безопасности конструкции или изделия в целом.

На основании проанализированной литературы и собственных экспериментальных данных авторами предлагается следующее определение: эффект самозалечивания (самовосстановления) в искусственных материалах – полное или частичное уменьшение площади поверхности повреждения материала за счёт направленного массопереноса и консолидации границ (связей) с полным или частичным восстановлением функциональных характеристик материала [1-3]. Данные эффекты наблюдаются в материалах после их повреждения, которые обычно сопровождаются нарушением сплошности с увеличением площади поверхности. В таких материалах консолидация границ повреждения (отвечает за понятие «залечивание») происходит после их сведения, реализуемого посредством массопереноса (отвечает за понятие «само»). Процессы массопереноса и консолидации границ могут происходить автономно (например, за счёт течения материала) или неавтономно, т.е. залечивание стимулируется внешним воздействием, например, повышением температуры или воздействием ультрафиолетового излучения. Механизмы самовосстановления искусственных материалов подразделяются на «внешние» и «внутренние» по способу организации процессов самозалечивания. «Внешние» механизмы самовосстановления основаны на специально внедренных в матрицу основного материала восстанавливающих компонентах, например, микрокапсул с залечивающими веществами, а «внутренние» механизмы самовосстановления не требуют наличия каких-либо дополнительных восстанавливающих составов.

Самозалечивающиеся материалы зачастую представлены в виде композиционных систем, состоящих из разнородных компонентов керамических материалов, цементов, твёрдых растворов и сплавов. На сегодняшний день самозалечивание в «чистых» материалах наиболее успешно реализуется в полимерах (олигомерах или форполимерах) благодаря относительно большим скоростям диффузии из-за наличия поперечных молекулярных связей и их способности при определённых условиях к восстановлению связей за счет сшивания полимерных цепей.

Одним из наиболее перспективных направлений создания самовосстанавливающихся систем считаются слоистые композиционные материалы (сэндвичные панели), имеющие в своём составе слой или несколько слоёв, обладающих каким-либо механизмом самозалечивания. В такой схеме каждый слой выполняет свою определённую функцию, а в общей системе слоистый композиционный материал способен минимизировать повреждения и восстанавливать свои исходные макрохарактеристики. Подобные сэндвичные панели могут включать различные твёрдые, вязкие или жидкие наполнители, которые при возникновении

дефекта материала вступают между собой в реакции, образуя твёрдую фазу. В подавляющих случаях в композиционных капсулированных материалах залечивание представляется как заполнение возникающих в материале несплошностей какой-то другой субстанцией, отличной от основного материала, иногда с совершенно отличными от матричного материала свойствами. На самом деле при этом происходит не восстановление исходных характеристик материала, а формирование нового материала с другой структурой и свойствами. Тем не менее, самовосстановление в большинстве случаев подразумевает восстановление объемной или поверхностной целостности изделия с одновременным частичным или полным восстановлением важных эксплуатационных свойств, таких как герметичность, прочностные характеристики, электропроводность, экстерьер и т.д.

В работе предложена принципиальная архитектура слоистого самозалечивающегося композитного материала (ССКМ) с внутренней боросилоксановой матрицей. Разработанная многослойная схема имеет преимущество в простоте исполнения и наиболее удобна для проверки эффективности подбираемых материалов для каждого слоя ССКМ. На основе анализа доступных в научно-технической литературе свойств и характеристик самовосстанавливающихся полимеров в качестве самозалечивающегося слоя, удовлетворяющего требования прототипа ССКС, был выбран материал на основе соединений боросилоксана (БС). Боросилоксан представляет собой соединения на основе полиорганосилоксанов (силиконов, силоксанов) с группировками связей Si-O-B. Такие соединения обладают свойствами силиконовых масел и полимерных материалов, сочетая в себе такие характеристики, как текучесть при статической нагрузке и упругость при кратковременной или ударной нагрузке. В различных вариантах ССКМ были использованы один или несколько слоёв БС с различными наполнителями. В качестве материалов внешних слоёв были выбраны монолитный вакуумноплотный листовой силикон и плетёная стекловолокнистая ткань, пропитанная силиконом. Выбор внешних слоёв из материалов на основе силикона обосновывается тем, что эти материалы при контакте с боросилоксаном проявляют хорошую адгезию, которая обусловлена однотипными связями. Дополнительно в БС добавлялись углеродные и полиамидные волокна с целью его армирования. Полученные образцы БС показали хорошую растекаемость и консолидацию границ при их сведении, как в армированном состоянии, так и в исходном состоянии. Образец макета ССКМ, состоящий из трёх слоёв, с внутренней боросилоксановой матрицей толщиной около 2 мм представлен на рисунке 1.

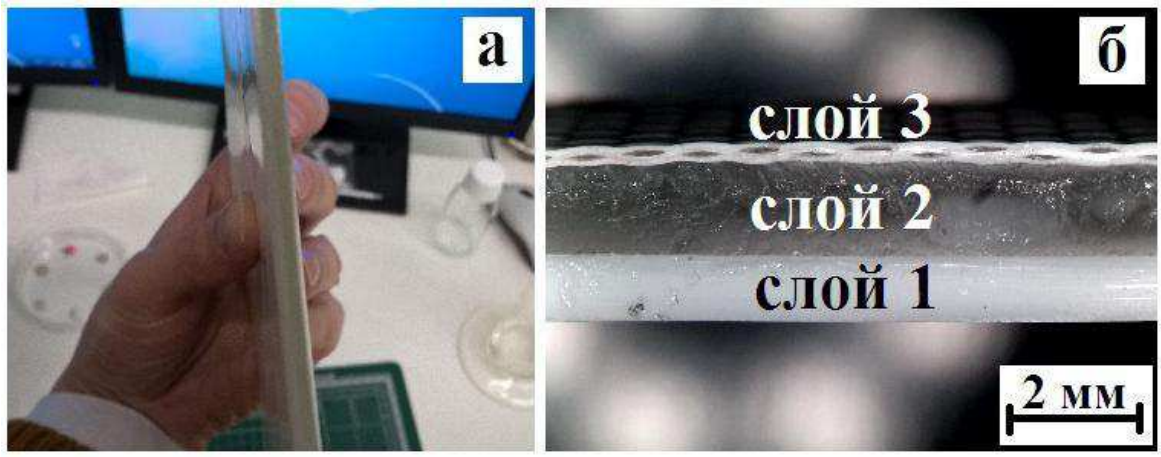


Рисунок 1 - Типичный вид трехслойного ССКМ с внутренним слоем из боросилоксана: вид в профиль (а), поперечное сечение (б)

Для изучения свойств самозалечивания макета ССКМ, была изготовлена установка для изучения характеристик ССКМ после пробоя каким-либо объектом. Установка представляет собой камеру, выполненную из металлической трубы, одна

сторона которой (лицевая часть установки) представляет собой фланец («окошко»), в котором зажимается макет ССКМ. Другая сторона трубы заварена (задняя часть установки), таким образом, чтобы образовывался закрытый объем. В задней части установки находятся клапаны для напуска и выпуска газа, создающего давление в объёме установки, давление отслеживается по манометру. Во фланцевое окошко помещается образец ССКМ и газоплотно фиксируется в нём, в камере создаётся избыточное давление порядка 0,1-0,3 ат. При возникновении пробоя разработанный ССКМ в установке под давлением будет стремиться уменьшить напряжения в боросилоксановой матрице за счёт заполнения образовавшегося дефекта, тем самым свести и прижать друг к другу повреждённые области. В этом случае область разрушения будет минимизирована, а в местах контакта ранее разъединённых поверхностей БС реализовано залечивание дефекта. Во внутреннем объёме установки располагается видеокамера с подсветкой для визуального контроля прокола, его формы и динамики залечивания ССКМ. Данная установка позволяет изучать процессы самозалечивания в изготовленных композитах после их сквозного пробоя каким-либо объектом. Оценка реализации эффекта самозалечивания в испытываемых образцах ССКМ и динамика залечивания проводилась по перепаду давления в камере, после образования в композите какого-либо дефекта с нарушением его сплошности. Когда давление в камере после пробоя снижается, а затем стабилизируется, принимаем, что отверстие от повреждения затянулось и произошла консолидация границ в БС. Испытания самозалечивающихся свойств композита осуществлялись посредством его пробоя различными по диаметру заострёнными пробойниками диаметром от 0,8 мм до 2 мм, а также посредством сквозного разреза скальпелем.

При сквозном пробое все образцы ССКМ с внутренней борсилоксановой матрицей продемонстрировали эффект самозалечивания, давление в камере после пробоя стабилизировалось за времена менее 1 секунды. При сквозном порезе ССКМ скальпелем с погружением лезвия на его полную длину образовывался разрез длиной около 6 мм. При извлечении лезвия скальпеля из композита в камере наблюдался перепад давления 0,03 ат. от исходного 0,25 ат. Время самозалечивания ССКМ составило около 2 секунд, после которого давление в камере стабилизировалось.

Полученные ССКМ на основе боросилоксановой матрицы, а также разработанные подходы к их созданию и испытанию могут быть использованы при конструировании современных устройств и механизмов с повышенными требованиями к жизнестойкости, работающими в труднодоступных для оперативного ремонта местах, в том числе, в экстремальных условиях окружающей среды, например, таких как космическое пространство.

Работа поддержана грантом РФФИ № 18-29-18095(мк).

Список литературы

1. Bekas D.G., Tsirka K., Baltzis D., Paipetis A.S. Selfhealing materials: A review of advances in materials, evaluation, characterization and monitoring techniques // Composites Part B, 2016, № 87, pp. 92–119.

2. Ситников Н.Н., Хабибуллина И.А., Мащенко В.И., Ризаханов Р.Н. Оценка перспектив применения самовосстанавливающихся материалов и технологий на их основе // Перспективные материалы, № 2, 2018, с. 5-16.

3. Ситников Н.Н., Хабибуллина И.А., Мащенко В.И. Самовосстанавливающиеся материалы: обзор механизмов самовосстановления и их применений // Видеонаука, № 1 (9), 2018, с. 1-29.

СТРУКТУРА И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СВЕРХУПРУГИХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ TI-ZR

Конопацкий А.С.[1], Шереметьев В.А.[1], Дубинский С.М., Жукова Ю.С., Филонов М.Р., Браиловский В.[2], Прокошкин С.Д.[1]

1 Национальный Исследовательский Технологический Университет «МИСиС», Москва, Россия, konopatskiy@misis.ru

2 Высшая Технологическая Школа, Монреаль, Канада

Аннотация. Сплавы Ti-18Zr-15Nb, Ti-41Zr-8Nb ат.% были получены методом вакуумно-дугового переплава. Изучение структуры сплавов проводили после термомеханической обработки, включавшей холодную прокатку со степенью истинной деформации e = 0,3 и последующий отжиг при температуре 550°C в течение 30 мин, с закалкой в воде. Установлено, что сплав с более высоким содержанием циркония обладает более высоким кристаллографическим ресурсом обратимой деформации. Функциональные усталостные испытания выявили несовершенство сверхупругого поведения сплава Ti-41Zr-8Nb, связанное с его неоптимальным фазовым составом, по сравнению со сплавом Ti-18Zr-15Nb.

Введение

Сплавы с памятью формы (СПФ) привлекают большое внимание научного сообщества в течение длительного времени. Подобный интерес во многом вызван большими перспективами применения данных сплавов для решения практических задач, находящихся на стыке материаловедения и медицины. Среди множества различных химических композиций сплавов данного класса можно выделить никелид титана TiNi, демонстрирующий как выраженный эффект памяти формы, так и сверхупругое поведение [1-4]. Также большое развитие получили СПФ, состоящие только из безопасных компонентов, таких как Ti, Nb, Zr, Ta. Развитие данных материалов обусловлено их более высокой биосовместимостью с организмом человека [5-8]. В то же время данные сплавы демонстрировали менее выраженное сверхупругое поведение и, в целом, более низкие функциональные свойства по сравнению с TiNi. По этой причине одним из наиболее перспективных направлений в данной области является поиск оптимальных химических составов и схем термомеханической обработки (ТМО), обеспечивающих безникелевым сплавам высокий комплекс функциональных свойств [9, 10].

Материалы и методы

Сплавы Ti-18Zr-15Nb (18-15) и Ti-41Zr-8Nb (41-8) ат.% были получены методом вакуумно-дугового переплава (в скобках приведены условные обозначения сплавов). Схема ТМО состояла в холодной прокатке со степенью истинной деформации e = 0,3 и последующем отжиге при температуре 550°C в течение 30 мин, с закалкой образцов в воде. Рентгенографические исследования проводили на установке PANalitical X'Pert PRO, излучение $Cu_{K\alpha}$. Механические испытания проводили на установке MTS Minibionix. В использованной схеме циклических механических испытаний на растяжение образец нагружали до величины деформации 2% после чего нагрузку снимали и цикл повторяли снова. Испытания проводили до разрушения образца.

Результаты и обсуждение

Результаты рентгенографического анализа приведены на рисунке 1. После ТМО в сплаве 18-15 не наблюдалось достаточное содержание мартенситной фазы, поэтому она была сформирована за счет дополнительной пластической деформации (5-7%) образца [11]. Полученный таким образом образец обозначен как 18-15CR.

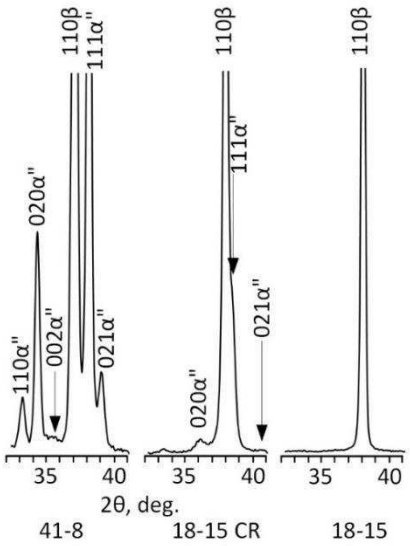


Рисунок 1 – Рентгенограммы образцов 18-15, 18-15 CR и 41-8.

Из рисунка 1 видно, что после ТМО сплав 41-8 содержит значительное количество мартенситной фазы, что может повлечь за собой несовершенное сверхупругое поведение материала, а также указывает на недостаточное содержание компонентов сплава, стабилизирующих высокотемпературную исходную фазу. Результаты расчета показали, что кристаллографический ресурс обратимой деформации (КРД) у сплава 18-15 составляет примерно 5,5%, в то время как у 41-8 – около 8%.

Результаты механических испытаний приведены на рисунке 2.

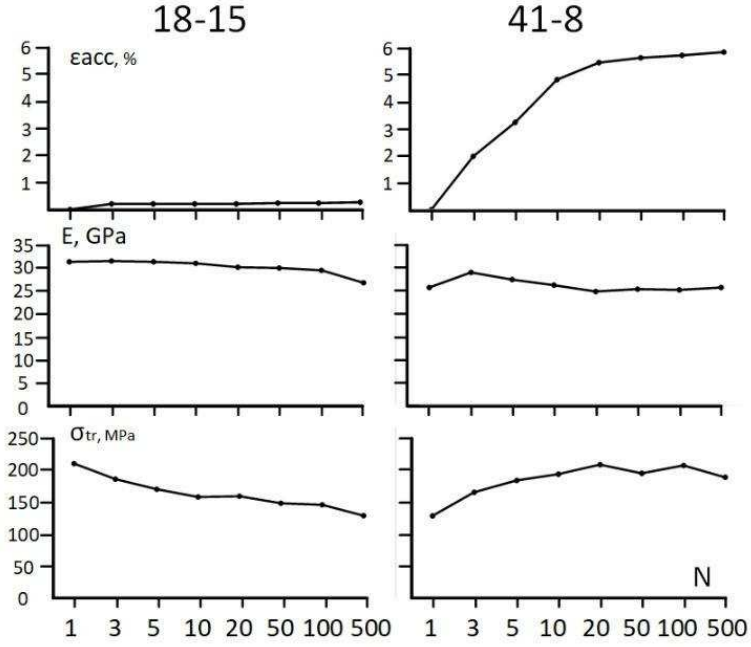


Рисунок 2 – Изменение функциональных свойств в ходе механических испытаний сплавов 18-15 и 41-8.

Как видно из рисунка 2, оба сплава демонстрируют достаточно низкие величины модуля Юнга E и фазового предела текучести σ_{tr}. Наибольшее различие наблюдается в величине накопленной деформации ε_{acc}: 0,1-0,2% у сплава 18-15 против 6% у сплава 41-8. Высокое значение накопленной деформации говорит о значительной остаточной деформации в каждом цикле механических испытаний, вызванной несовершенным сверхупругим поведением материала.

Выводы

По результатам проделанной работы установлена высокая перспективность сплава Ti-41Zr-8Nb, как материала, проявляющего сверхупругое поведение и обладающего высоким КРД (8% против 5,5% у сплава Ti-18Zr-15Nb). Выявленное несовершенство сверхупругого поведения сплава Ti-41Zr-8Nb обусловлено его неоптимальным фазовым составом и может быть устранено коррекцией химического состава.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, грант 18-33-00418.

Список литературы

[1] S. Miyazaki, K. Otsuka, C.M. Wayman, The Shape Memory Mechanism Associated with the Martensitic-Transformation in Ti-Ni Alloys .1. Self-Accommodation, Acta Metall. 37 (1989) 1873-1884. https://doi.org/10.1016/0001-6160(89)90072-2.

[2] S. Prokoshkin, V. Brailovski, K. Inaekyan, V. Demers, A. Kreitcberg, Nanostructured Ti–Ni Shape Memory Alloys Produced by Thermomechanical Processing, Shape Mem. Superelasticity 1 (2015) 191-203. https://doi.org/10.1007/s40830-015-0026-z.

[3] S. Prokoshkin, V. Brailovski, S. Dubinskiy, K. Inaekyan, A. Kreitcberg, Gradation of Nanostructures in Cold-Rolled and Annealed Ti--Ni Shape Memory Alloys, Shape Mem. Superelasticity 2 (2016) 12-17. https://doi.org/10.1007/s40830-016-0056-1.

[4] E.P. Ryklina, I.Y. Khmelevskaya, S.D. Prokoshkin, R.V. Ipatkin, V.Y. Turilina, K.E. Inaekyan, The nickel-titanium device with SME for emergency interruption of blood flow, Mater. Sci. Eng. A 378 (2004) 519-522. https://doi.org/10.1016/j.msea.2003.12.050.

[5] L. W. Ma, C. Y. Chung, Y. X. Tong and Y. F. Zheng, Properties of porous TiNbZr shape memory alloy fabricated by mechanical alloying and hot isostatic pressing, J. Mater. Eng. Perform. 20 (2011) 783-786. https://doi.org/10.1007/s11665-011-9913-4.

[6] M. Tahara, N. Okano, T. Inamura and H. Hosoda, Plastic deformation behaviour of singlecrystalline martensite of Ti-Nb shape memory alloy, Sci. Rep. 7 (2017) 1-11. https://doi.org/10.1038/s41598-016-0028-x.

[7] H.Y. Kim, S. Miyazaki, Martensitic Transformation and Superelastic Properties of Ti Nb Base Alloys, Mater. Trans. 56 (2015) 625-634. https://doi.org/10.2320/matertrans.M2014454.

[8] N. Sakaguchi, M. Niinomi, T. Akahori, J. Takeda, H. Toda, Effect of Ta content on mechanical properties of Ti-30Nb-XTa-5Zr, Mater. Sci. Eng. C, 25 (2005) 370-376. https://doi.org/10.1016/j.msec.2005.04.003.

[9] H.Y. Kim, T. Sasaki, J.I. Kim, T. Inamura, H. Hosoda, S. Miyazaki, Texture and shape memory behavior of Ti-22Nb-6Ta alloy, Acta Mater. 54 (2006) 423-433. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2005.09.014.

[10] H.Y. Kim, J. Fu, H. Tobe, J. Il Kim, S. Miyazaki, Crystal Structure, Transformation Strain, and Superelastic Property of Ti–Nb–Zr and Ti–Nb–Ta Alloys, Shape Mem. Superelasticity 1 (2015) 107-116. https://doi.org/10.1007/s40830-015-0022-3.

[11] A.S. Konopatsky, S.M. Dubinskiy, Yu.S. Zhukova, V. Sheremetyev, V. Brailovski, S.D. Prokoshkin, M. R. Filonov, Ternary Ti-Zr-Nb and quaternary Ti-Zr-Nb-Ta shape memory alloys for biomedical applications: Structural features and cyclic mechanical properties, Mater. Sci. Eng. A 702 (2017) 301-311. https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.07.046.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ УЛЬТРАЗВУКОВОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА ЧУГУНОВ РАЗЛИЧНОГО СТРУКТУРНОГО СОСТОЯНИЯ

[1]Волочко А.Т., [2]Рубаник В.В., [3]Nofal A., [1]Ковалько М.С.
[1]ГНУ «ФТИ НАН Беларуси»
[2]ГНУ «ИТА НАНА Беларуси»
[3]CMRDI Cairo, Egypt
kovalko.m@mail.ru

Новые направления развития современного машиностроения требуют использования более технологичных материалов с широким диапазоном возможных способов повышения их физических и механических свойств. Применительно к чугунам, изменяя исходный химический состав, кинетику кристаллизации и режимы последующей термической обработки данного материала, можно добиться различных сочетаний показателей прочностных и пластических свойств.

Как известно [1], чугуны обладают гетерогенной структурой, что позволяет использовать различные способы упрочнения направленные как на изменение размеров и морфологии графитной фазы (в случае если углерод находится в свободном состоянии), так и на изменение типа металлической основы сплава. Наиболее известным приемом, позволяющим контролировать размер графитных включений и их размерное распределение, является модифицирование чугунов [2]. Получаемые в данном случае высокопрочные чугуны обладают хорошим уровнем пластичности и прочности. Применение разрабатывемых в последнее время модификаторов позволяет получить в высокопрочных чугунах все большую конструкционную прочность [3]. Однако, при новых задачах повышения комплекса эксплуатационных свойств чугунов, требующих снижения расхода применяющихся легирующих элементов и модификаторов, актуальным является поиск новых способов контролируемого воздействия на процесс формирования структурных составляющих в процессе их кристаллизации. Перспективным в данном случае является использование внешних источников физического воздействия на жидкий расплав – акустических, электрических, магнитных и др.

Особый интерес вызывает использование ультразвуковых колебаний при кристаллизации сплавов. Ультразвуковая энергия в расплаве является причиной возникновения в нем избыточных давлений и перемешиваний, что сказывается на изменении кинетики кристаллизации сплава. Исследования показывают, что распространение мощного ультразвука в расплаве является активным средством воздействия на структуру и свойства материала, позволяя интенсифицировать технологические процессы получения и обработки металлов [4]. В ряде работ [5,6] приведены данные о дегазации и измельчении микроструктуры алюминиевых сплавов при использовании ультразвуковых колебаний в процессе кристаллизации. При этом работ, касающихся исследований влияния обработки ультразвуком на характер структурообразования в высокопрочных чугунах, почти не имеется. В этой связи, целью данной работы является разработка способов подвода источников ультразвуковых колебаний к расплаву чугуна и исследование влияния ультразвуковой обработки на морфологию и свойства кристаллизующихся фаз в высокопрочных чугунах.

Для оценки степени влияния ультразвуковой обработки на структуру и свойства высокопрочных чугунов были проведены опытные плавки чугунов различных составов – доэвтектических, эвтектических и заэвтектических. Модифицирование чугуна для получения шаровидной формы графита проводилось путем ввода комплексного модификатора (1,5% ЭМ (пс)+0,3% ЭМ (п)) в струю расплава с последующим интенсивным перемешиванием в предварительно разогретом до 900˚С ковше-тигле. Химический состав полученных образцов представлен в таблице 1.

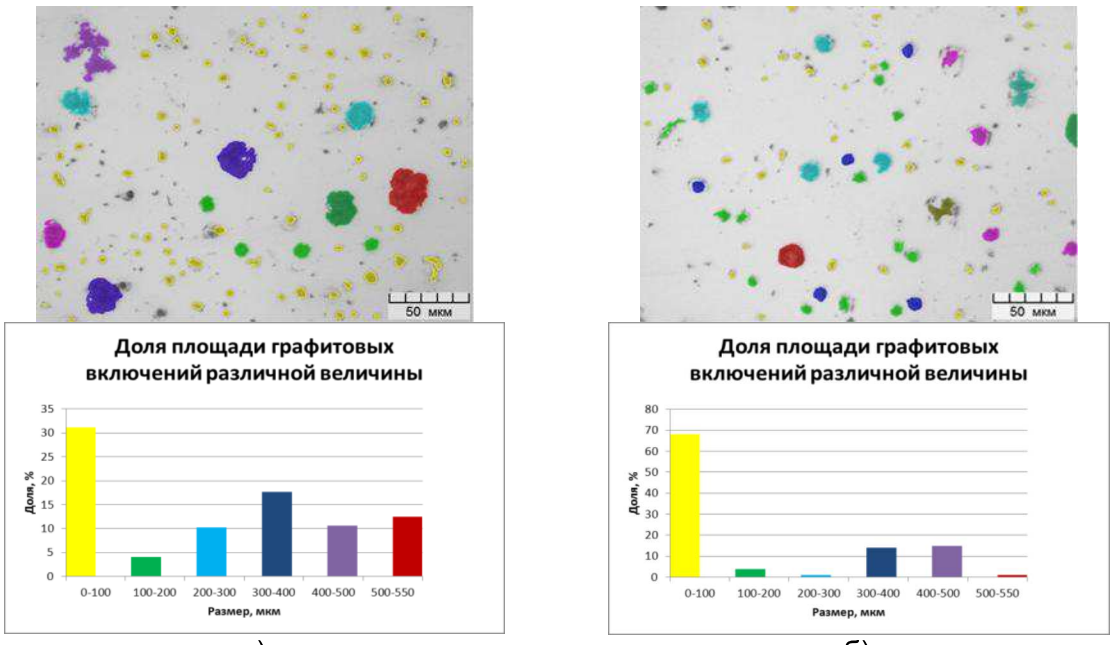
Таблица 1 – Химический состав исследуемых образцов

№ плавки	Массовая доля, %						
	C	Si	Mn	Cu	Mg	S	P
1	3,2	2,8	0,26	0,07	0,041	0,013	0,032
2	3,4	2,6	0,25	0,07	0,042	0,013	0,030
3	3,6	2,5	0,26	0,06	0,040	0,012	0,033

Модифицированный расплав чугуна различных плавок заливался в графитовую форму и далее подвергался ультразвуковому воздействию в течении 5 минут при верхнем и нижнем положении волновода.

Из полученных отливок чугуна вырезались продольные образцы для оценки микроструктуры и механических свойств в верхней, средней и нижней зонах при различных способах ультразвуковой обработки. Металлографический анализ структуры выполняли на металлографическом комплексе МИКРО-200, оснащенном программным обеспечением Image SP, которое позволяет автоматизировать процесс обсчета геометрических размеров структурных составляющих. Так как размер и морфология графитной фазы в высокопрочных чугунах является определяющим фактором структуры [7], в данной работе проводился обсчет размеров шаровидных включений графита и занимаемая ими удельная площадь. Для оценки влияния структурного состояния обработанных чугунов на механические свойства, производили измерение твердости методом Бринелля (ГОСТ 9012-59) и измерения коэффициента трения полученных образцов.

Результаты металлографических исследований показали, что наибольшая интенсификация процесса зарождения и роста графитных включений происходит вблизи контакта волновода и расплава, так как наименьшему размерному классу графитных включений соответствует наибольшая объемная доля занимаемой ими площади (55-90%). Дальнейшее отдаление от границы раздела «волновод-расплав» приводит к ослаблению процесса измельчения графитной фазы – доля более мелкодисперсного графита снижается до 25-30 %. В целом, использование ультразвука позволяет добиться увеличения количества дисперсных графитных включений (0-100 мкм) с 30 до 65 % от всей удельной площади графитной фазы (рисунок1).

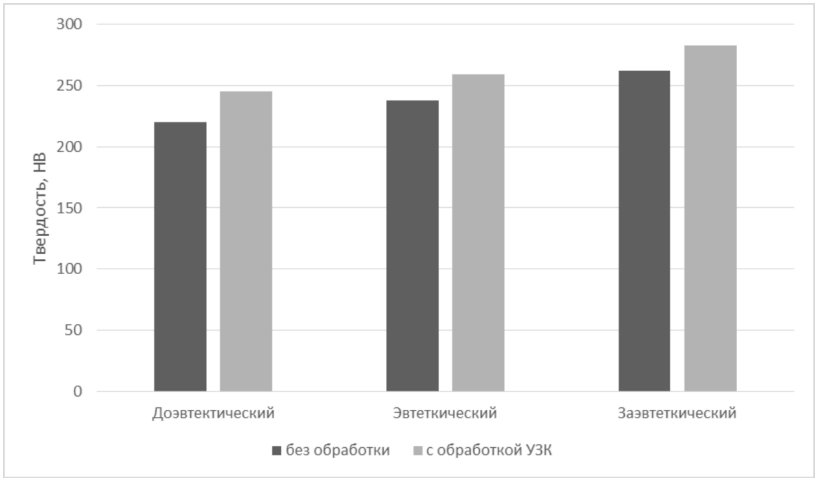


а) б)

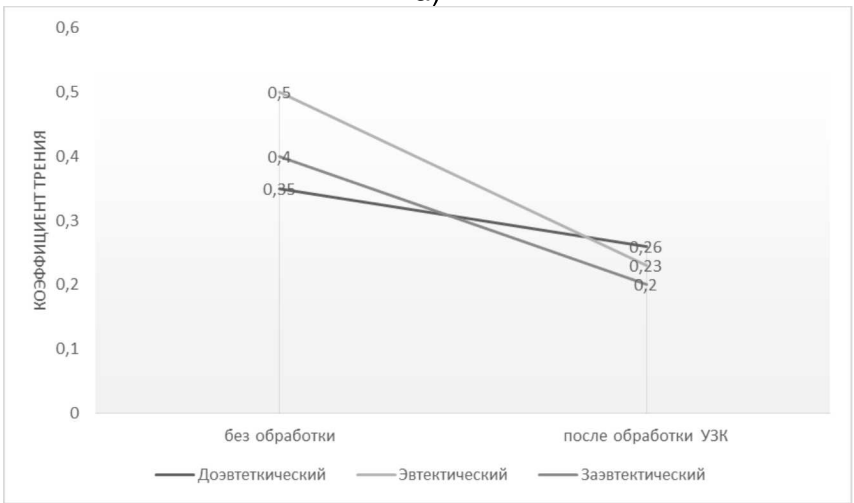
Рисунок 1 – Результаты металлографического анализа исходного необработанного (а) и обработанного ультразвуком (б) высокопрочного чугуна

В общем случае можно отметить, что для заэвтектических сплавов наблюдается более выраженная степень измельчения графита шаровидной формы. Это связано прежде всего с кинетикой кристаллизации чугунов данного состава. В соответствии с диаграммой состояния «Fe-C» при заэвтектическом содержании углерода в чугуне на первом этапе из жидкости расплава кристаллизуется графитная фаза. На данном этапе, когда распространение внешних колебаний происходит в жидкости, ультразвуковые волны интенсивно воздействуют на процесс зарождения графитных включений, позволяя увеличивать число центров кристаллизации. При кристаллизации доэвтектических чугунов на данном этапе происходит выделение из жидкости кристаллов аустенита, а затем и зарождение графитных включений. В этом случае воздействие ультразвуковых волн в твердой фазе более ограничено, что сказывается на эффективности изменения размеров графитной фазы.

Для оценки влияния характера изменения структуры высокопрочных чугунов после ультразвуковой обработки на механические свойства были проведены исследования прочностных и триботехнических свойств (рисунок 2).



а)



б)

Рисунок 2 – Влияние ультразвуковой обработки на твердость (а) и коэффициент трения (б) чугунов различного структурного состояния

Таким образом, использование ультразвуковой обработки расплава модифицированного чугуна позволяет значительно повысить механические свойства сплава (увеличение твердости на 15%), а также снизить коэффициент трения в 1,5-2 раза за счет увеличения количества более дисперсных включений графита. При этом, наибольший эффект на структуру и свойства наблюдается в случае использования ультразвуковой обработки чугунов заэвтектических составов, что подтверждается

механизмом структурообразования данных чугунов – первоначально из жидкости выделяются кристаллы графита, а не аустенита, как в случае доэвтектических или эвтектических структурных состояний чугунов.

Список использованных источников

1. Ковалько, М.С. Анализ возможностей получения аусферритных структур в высокопрочных чугунах без применения жидких охлаждающих сред / М.С. Ковалько, А.Т. Волочко // Со-временные методы и технологии создания и обработки материалов : сб. научных трудов. В 3 кн. Кн. 1. Материаловедение / редкол.: А. В. Белый (гл. ред.) [и др.]. – Минск: ФТИ НАН Беларуси, 2018. – С. 85-93.

2. Горушкина, Л.П. О механизме формирования микроструктуры магниевого чугуна/ Л.П. Горушкина, О.Б. Едина // Литейное производство. - 1996.- №11.-С. 15-17.

3. Ускенбаева А.М. Возможности наномодифицирования чугунов наноструктурными формами углерода / А.М. Ускенбаева, Н.А. Шамельханова, С.П. Королев // Сборник статей по материалам XLIV международной научно-практической конференции «Научная дискуссия: Вопросы технических наук». – Москва. – Интернаука. – 2016. - №3(33). – С. 45-53.

4. Абрамов О.В. Ультразвуковая обработка материалов / О.В. Абрамов, И.Г. Хорбенко, Ш. Швегла // Машиностроение, 1984. - 280 с.

5. Эскин Г.И. Ультразвуковая обработка расплавленного алюминия / Г. И. Эскин // М. : Металлургия, 1988. – 231

6. Марукович Е.И., Стеценко В.Ю., Гутев А.П., Рубаник В.В., Луцко В.Ф. Применение ультразвука при литье силуминов в кристаллизатор / МНК «Техническая акустика: разработки, проблемы, перспективы» 6–29 сентября 2016 г. Витебск, Беларусь: материалы конференции /УО «ВГТУ» – Витебск, 2016. – С.34–36.

7. Бунин К.П., Таран Ю.Н. Строение чугуна. Серия «Успехи современного металловедения». / Бунин К.П., Таран Ю.Н // Металлургия. – 1972. – 160 с.

ЗАДАЧА О ДЕФОРМИРОВАНИИ ТОЛСТОСТЕННОЙ ТРУБЫ В РЕЖИМАХ УПРАВЛЯЕМОЙ СВЕРХПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

Коджаспиров Г.Е., Китаева Д.А.
Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого
Санкт-Петербург, Россия, kodjaspirov@mail.ru, dkitaeva@mail.ru

Введение

К одним из наиболее перспективных технологических операций, направленных на совершенствование современного производства и представляющих определенный интерес для развития теории обработки металлов давлением, относятся процессы изотермического объемного формоизменения материала в режимах сверхпластичности. Последние позволяют значительно повысить пластические свойства материала и снизить усилия деформирования при достижении больших степеней деформации.

Известны два принципиальных метода для обеспечения условий реализации эффекта сверхпластичности. Первый из них заключается в предварительной подготовке мелкозернистой структуры в сплавах, предназначенных для сверхпластической деформации (структурная сверхпластичность). Другой метод, называемый «динамической сверхпластичностью», состоит в совмещении процессов деформации и различной природы фазовых превращений. При этом исходная структура обрабатываемого материала не имеет существенного значения [1]. Целью таких процессов, как и вообще операций горячего формоизменения, можно считать получение полуфабрикатов с требуемыми формой, размерами и свойствами. Технологические задачи при этом относятся к физически и геометрически нелинейным [2]. Можно утверждать, что в теоретическом отношении приходится иметь дело с нестационарными задачами механики, исследуемыми в двух и трехмерной постановке со сложными меняющимися граничными условиями.

Постановка задачи

Цилиндрическая труба длиной $\bar{l}$ растягивается осевой силой $\bar{F}$ и подвергается наружному давлению интенсивностью $\bar{q}$ с заданной скоростью радиального перемещения $\bar{V}_0$ (Рис. 1). R – наружный радиус трубы, R_0 – внутренний радиус трубы, r – текущий радиус.

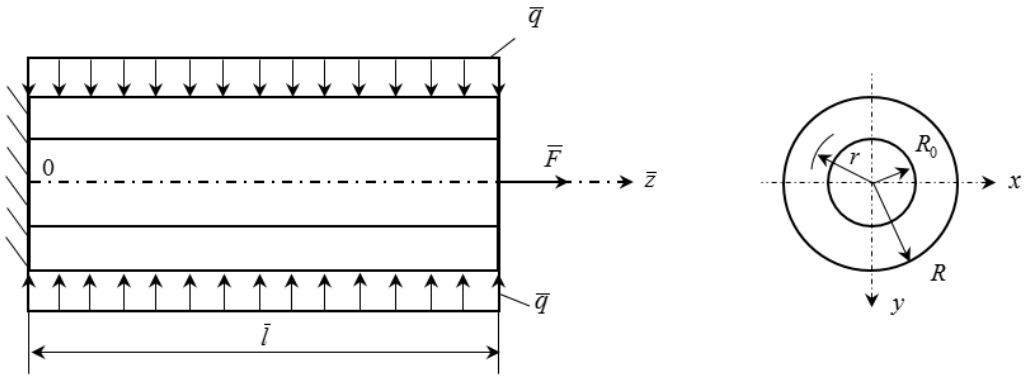


Рисунок 1 - Схема нагружения трубы

Геометрические параметры отнесем к наружному радиусу трубы (рис. 1):

$$\rho = \frac{r}{R}; l = \frac{\bar{l}}{R}; \rho\big|_R = 1; \rho\big|_{R_0} = \rho_0; z = \frac{\bar{z}}{R}. \quad (1)$$

Введя цилиндрическую систему координат $\rho\alpha z$, рассмотрим задачу определения силовых и кинематических параметров процесса формоизменения.

Предполагается, что скорость горизонтального перемещения V_z линейно зависит от координаты и определяется выражением [3]:

$$V_z = b\left[z - \psi(\rho)\right] \quad (2)$$

где b – постоянная величина, $\psi(\rho)$ – неизвестная функция, подлежащая определению.

Математическая формулировка задачи включает:

– дифференциальные уравнения равновесия

$$\frac{\partial \sigma_\rho}{\partial \rho} + \frac{\partial \tau_{\rho z}}{\partial z} + \frac{\sigma_\rho - \sigma_\alpha}{\rho} = 0; \frac{\partial \tau_{\rho z}}{\partial \rho} + \frac{\partial \sigma_z}{\partial z} + \frac{\tau_{\rho z}}{\rho} = 0; \quad (3)$$

– кинематические соотношения, устанавливающие связь между скоростями деформаций и перемещений

$$\dot{\varepsilon}_\rho = \frac{\partial V_\rho}{\partial \rho}; \dot{\varepsilon}_\alpha = \frac{V_\rho}{\rho}; \dot{\varepsilon}_z = \frac{\partial V_z}{\partial z}; \dot{\gamma}_{\rho z} = \frac{\partial V_z}{\partial \rho} + \frac{\partial V_\rho}{\partial z}; \quad (4)$$

– условие несжимаемости в скоростях

$$\dot{\varepsilon}_\rho + \dot{\varepsilon}_\alpha + \dot{\varepsilon}_z = \frac{\partial V_\rho}{\partial \rho} + \frac{V_\rho}{\rho} + \frac{\partial V_z}{\partial z} = 0; \quad (5)$$

– определяющие соотношения в форме уравнений теории упругопластических процессов малой кривизны

$$\sigma_\rho - \sigma_0 = \frac{2}{3}\frac{\sigma_u}{\dot{\varepsilon}_u}\dot{\varepsilon}_\rho; \sigma_\alpha - \sigma_0 = \frac{2}{3}\frac{\sigma_u}{\dot{\varepsilon}_u}\dot{\varepsilon}_\alpha; \sigma_z - \sigma_0 = \frac{2}{3}\frac{\sigma_u}{\dot{\varepsilon}_u}\dot{\varepsilon}_z; \tau_{\rho z} = \frac{\sigma_u}{3\dot{\varepsilon}_u}\dot{\gamma}_{\rho z}; \quad (6)$$

– уравнение связи между интенсивностью напряжений σ_u и скоростей деформации $\dot{\varepsilon}_u$ [4]

$$\sigma_u = 1 - m_0 - \beta + (3m_0 + \beta)\dot{\varepsilon}_u - 3m_0\dot{\varepsilon}_u^{\,2} + m_0\dot{\varepsilon}_u^{\,3}. \quad (7)$$

Здесь $\sigma_{ij}, \dot{\varepsilon}_{ij}$ – соответственно компоненты тензоров напряжений и скоростей деформаций; v_i – составляющие вектора скоростей перемещений; σ_0 – среднее напряжение; m_0 – постоянная материала; β – управляющий параметр, зависящий от температуры (при сверхпластичности β <0).

Все величины, входящие в (1)-(7) приняты безразмерными. Напряжения и скорости деформации считаются поделенными соответственно на альтернативные внутренние параметры состояния $\sigma^*, \dot{\varepsilon}^*$ [4], а скорости перемещения на $R\dot{\varepsilon}^*$. Кроме этого, внешние силовые факторы определяются так:

$$q = \frac{\bar{q}}{\sigma^*}; F = \frac{\bar{F}}{A\sigma^*}, \quad (8)$$

где A = площадь сечения трубы.

Граничные условия сформулированы в процессе решения задачи.

Определение разрешающей функции $\psi(\rho)$

Рассмотрим условие несжимаемости (5), которое с учетом (2) запишется в виде:

$$\frac{dV_\rho}{d\rho} + \frac{V_\rho}{\rho} + b = 0, \quad (9)$$

Решение полученного линейного неоднородного уравнения первого порядка с учетом граничного условия $V_\rho\big|_{\rho=1} = -V_0$:

$$V_\rho = \frac{b}{2\rho}(C - \rho^2), \quad (10)$$

где постоянная *C*:

$$C = 1 - \frac{2V_0}{b}. \quad (11)$$

При известных скоростях осевого (2) и радиального (10) перемещений компоненты скоростей деформаций будут равны:

$$\dot{\varepsilon}_\rho = -\frac{b}{2\rho^2}(C+\rho^2);\quad \dot{\varepsilon}_\alpha = \frac{b}{2\rho^2}(C-\rho^2);\quad \dot{\varepsilon}_z = -b;\quad \dot{\gamma}_{\rho z} = -b\psi'(\rho). \qquad (12)$$

В ходе проведенного решения для компонент напряжений получены выражения:

$$\sigma_\rho - \sigma_0 = -\frac{1}{3}bT(\rho)\left(1+\frac{C}{\rho^2}\right); \qquad (13)$$

$$\sigma_\alpha - \sigma_0 = -\frac{1}{3}bT(\rho)\left(1-\frac{C}{\rho^2}\right); \qquad (14)$$

$$\sigma_z - \sigma_0 = -\frac{2}{3}bT(\rho); \qquad (15)$$

$$\tau_{\rho z} = -\frac{1}{3}bT(\rho)\psi'(\rho); \qquad (16)$$

$$\sigma_0 = \frac{1}{3}b\left\{T'(\rho)\psi'(\rho)+T(\rho)\left[\psi''(\rho)+\frac{\psi''(\rho)}{\rho}\right]\right\}z + F - \frac{2}{3}bT(\rho). \qquad (17)$$

Для разрешающей функции $\psi(\rho)$, входящей в (12)-(17), получена формула:

$$\psi(\rho) = \frac{C_1}{2}\rho^2 + C_2\ln\rho + C_3. \qquad (18)$$

Таким образом, составляющие напряжений, скоростей деформации и перемещений могут быть установлены после определения пяти постоянных: C, C_1, C_2, C_3, b.

Заключение

Предложена постановка краевой задачи о нагружении в термическом диапазоне сверхпластичности толстостенной трубы наружным давлением и растягивающей силой. Задача решается в рамках теории упругопластических процессов малой кривизны с использованием уравнения состояния нелинейного типа, пригодного не только для интервалов сверхпластичности, но и для пограничных областей термопластичности и высокотемпературной ползучести. Установлены поля напряжений и скоростей деформаций.

Задача является базовой для возможной разработки теорий технологических процессов типа обжатия и раздачи труб, волочения и автофретирования в режимах сверхпластичности.

Список литературы

1. Kitaeva D.A., Rudskoy A.I., Kodzhaspirov G.E., Rudaev Y.I. On dynamic superplasticity of aluminum alloys with initial varying grain size structure // Defect and Diffusion Forum. 2018. V. 385 DDF. P. 78-83.

2. Рудаев Я.И., Китаева Д.А., Коджаспиров Г.Е. Сверхпластичность в процессах объемного формообразования // XI Всероссийский съезд по фундаментальным проблемам теоретической и прикладной механики (20-24 августа 2015 г., Казань). Казань: Изд-во Казанского университета, 2015. С. 3252–3254.

3. Овчинников А.Г. Основы теории штамповки выдавливанием на прессах. – М.: Машиностроение. 1983. – 200 с.

4. Рудаев Я.И., Китаева Д.А. О кинетических уравнениях модели динамической сверхпластичности // Вестник Самарского университета. Естественнонаучная серия. 2005. № 3 (37). С. 72-78.

ВЗАИМОСВЯЗЬ РАЗНОМАСШТАБНЫХ СТРУКТУР В КРУПНЫХ ПОКОВКАХ СТАЛИ 38ХН3МФА И ИХ РАЗРУШЕНИЕ

Нго Нгок Ха, Нгуен Хоанг Тхань, Кодиров У.Ш., Соколовская Э.А., Кудря А.В.
НИТУ «МИСиС», г. Москва, Россия, avkudrya@misis.ru

Отсутствие объективных параметров описания стохастических структур, способов их измерения и законов распределения в различных масштабах затрудняет прогноз свойств неоднородной структуры из описания ее микроскопических составляющих и строения изломов. Однако это принципиально важно для понимания механизма последовательной, в рамках технологической наследственности, эволюции структур и дефектов с целью выявления критических факторов разнородных структур, определяющих разброс пластичности и вязкости. В этой связи, целью настоящей работы явилось апробация методов прямого наблюдения и измерения разномасштабных структур в крупных поковках из улучшаемой стали 38ХН3МФА, выявление взаимосвязи их строения и оценка их влияния на характер разрушения.

В качестве объекта исследования были выбраны три крупные поковки кубической формы из улучшаемой стали 38ХН3МФА. В работе были измерены и сопоставлены изображения макро- и микроструктур, серных отпечатков (по Бауману), в масштабах образцов на растяжение (диаметром 20 мм), а также апробирована техника последовательного получения их изображений в одной и той же плоскости шлифа, параллельной плоскости излома: неметаллических включений (НВ) на шлифе, серного отпечатка по Бауману, микро– и дендритной структур.

Отпечатки, предварительно нанесенные на нетравленом шлифе (твердомер BUEHLER OMNIMET MHT) при минимальном уровне нагрузки, обеспечивающем их сохранность в процессе последующей работы со шлифами и исключающем воздействие на структуру, были необходимы для совместного анализа разнородных структур в единой системе координат.

В масштабе образцов (Ø 20 мм), вырезанных из темплета поковок, были получены изображения структур в цифровой форме, для чего, в частности, исходные кадры с микроструктурой и НВ (на металлографическом шлифе), полученные при ×100-500 и «сшитых» в панорамы (300-400 кадров на образец). Сшивку отдельных кадров в панорамы проводили с использованием системы автоматического анализа изображений Thixomet. Все изображения были подвергнуты обработке по разработанным процедурам бинаризации и фильтрации с целью последующего измерения их геометрии. Для всех образцов были измерены: толщина дендритов и шаг между ними, углы наклона относительно заданного направления, размеры и распределение (на основе статистики полиэдров Вороного) НВ и серного отпечатка, геометрия микроструктур (феррито-цементитной смеси различной морфологии). Обнаружена зависимость между загрязненностью стали неметаллическими включениями и характеристиками серного отпечатка, в частности увеличение объемной доли и плотности НВ сопровождается увеличением объемной доли и плотности пятен серного отпечатка (СО). Это указывает на определяющую роль сульфидов в формировании уровня загрязненности исследуемой стали включениями.

С целью объективно оценки степени взаимосвязи строения разномасштабных структур был разработан алгоритм прямого совмещения изображений микроструктур, СО; дендритной структуры и НВ на одном шлифе (диаметром 20 мм^2) в единой системе координат. Это позволило прямо указать места преимущественного расположения тёмных пятен серного отпечатка – междуветвия дендритов. Крупные области феррита в микроструктуре преимущественно соответствуют координатам осей дендритов в макроструктуре (табл.). Наблюдение изображений разнородных структур в единой системе координат прямо указывает на ликвационную природу и роль технологической наследственности в формировании разнородных структур крупных поковок из улучшаемой стали 38ХН3МФА в различных масштабах наблюдения. Это важно для прогноза совместного влияния разнородных структур на разрушение.

Таблица - Доля совпадений разнородных объектов структуры на одном шлифе

№ образца	Межосья дендритов в макроструктуре	Оси дендритов в макроструктуре
	Пятна серного отпечатка	Ферритные поля в микроструктуре
1	0,71	0,67
2	0,68	0,63
3	0,71	0,72
4	0,67	0,64

Статистика полиэдров Вороного выявила взаимосвязь в расположении пятен серного отпечатка и ямок в вязких изломах образцов после растяжения, в частности линейную зависимость между коэффициентами асимметрии распределения полиэдров Вороного (по числу соседей) для изображений серного отпечатка и изломов (рис.).

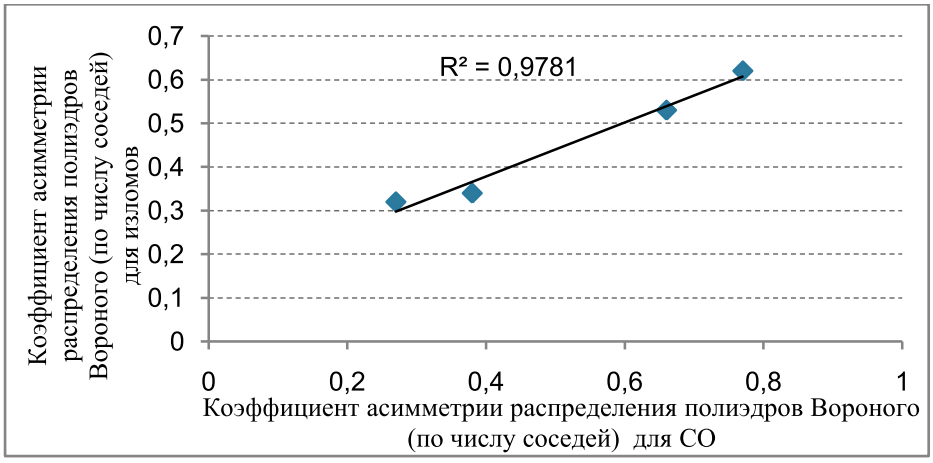


Рисунок - Статистика полиэдров Вороного изображений серного отпечатка и изломов

Фурье-анализ изображений распределения интенсивности яркости изображений (в 256 оттенках серого) излома и соответствующих ему изображений СО и дендритной структуры вдоль четырех секущих выявил в них наличие периодичности.

Неоднородность строения структур, в частности, объемной доли НВ, СО и ферритных участков в микроструктуре (светлой составляющей на бинарном изображении), была прямо связана со строением изломов образцов на растяжение (размахом высот на дне чашки излома образцов на растяжение), коэффициент корреляции К= 0,74 ÷0,95.

Таким образом, прямые измерения разнородных структур в масштабах одного шлифа, позволили установить их взаимосвязь. Это - признак технологической наследственности, что существенно для выделения критических элементов структур.

О ВОЗМОЖНОСТИ ОЦЕНКИ ВЯЗКОСТИ РАЗРУШЕНИЯ НА МАЛОГАБАРИТНЫХ ОБРАЗЦАХ ИЗ УЛУЧШАЕМОЙ СТАЛИ

Нго Нгок Ха, Котишевский Г.В., Соколовская Э.А., Кудря А.В.
НИТУ «МИСиС», Москва, РФ, avkudrya@misis.ru

При стандартных испытаниях образцов с предварительно нанесенной усталостной трещиной в условиях плоского деформированного состояния, вязкость разрушения обычно оценивается по критическому коэффициенту интенсивности напряжения K_{IC}. Условие его корректного определения – пренебрежимо малая пластическая деформация в вершине трещины, что приводит к разрушению по механизму макроотрыва. Для оценки вязкости материалов, разрушающихся при достаточно развитой пластической деформации, используют критерий нелинейной механики разрушения, в частности критическое раскрытие трещины (КРТ) – расстояние между берегами трещины в её вершине. КРТ определяется исходя из предположения [1], что раскрытие берегов трещины происходит путем вращения ее берегов относительно некоторой оси вращения, в соответствии с выражением:

$$\delta_c = \frac{Vc}{1+n\frac{l+z}{B-l}}$$

где Vc – смещение в критический момент, n – коэффициент вращения, B – высота образца, z – расстояние между образцом и датчиком, l – длина трещины.

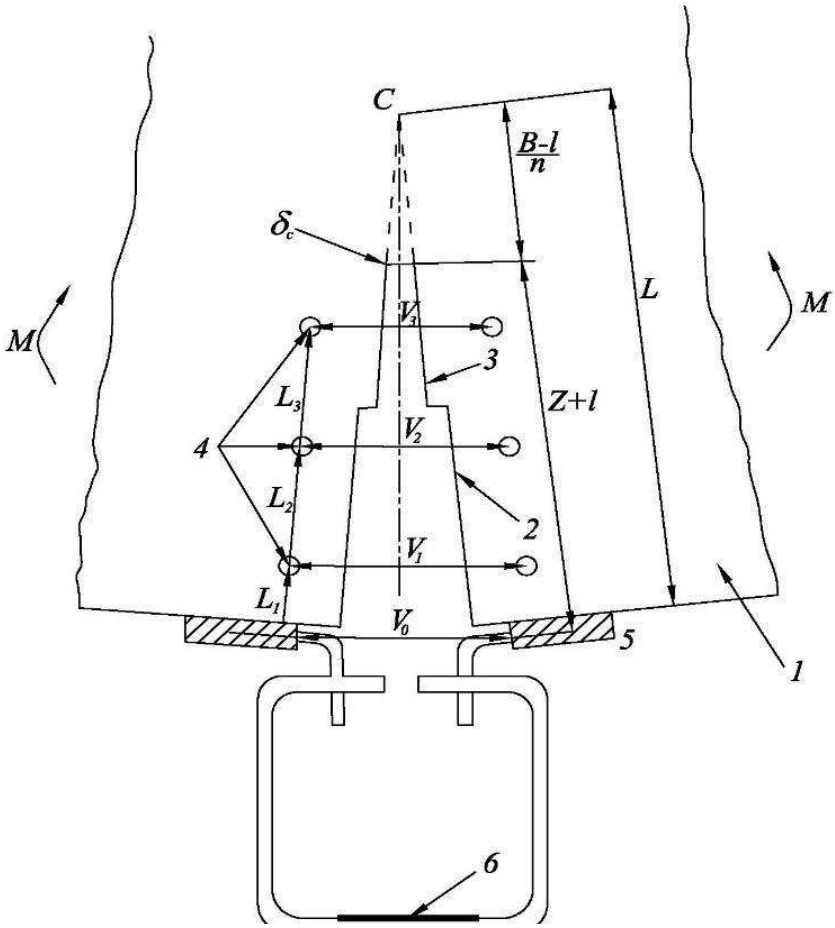


Рисунок 1 - Определение критического раскрытия трещины
1- образец; 2-надрез; 3-усталостная трещина; 4-отпечатки твердости; 5-накладки; 6-датчик смещения

Преимущество данного критерия связано с независимостью КРТ от размера образца, что дает возможность определять трещиностойкость на малогабаритных образцах. Однако для объективного определения критического раскрытия трещины δ_c необходимо знать значение коэффициента вращения n и учитывать геометрию

переднего фронта растущей трещины и особенности кинетики процесса ее распространения (для выбора *Vc*). Оценки этих факторов и явились целью работы.

Испытания на трехточечный изгиб образцов плоской прямоугольной формы с краевой трещиной из улучшаемой стали 38ХН3МФА-Ш (10х20х120 мм) проводились на испытательной машине Instron 150LX с одновременной записью диаграммы нагрузки и смещения берегов трещины с помощью датчиков смещения.

Исходя из геометрии раскрытия трещины [1], расстояние между центром вращения берегов трещины и вершиной трещины соответствует выражению (*B-l*)/*n.* В таком случае коэффициент вращения *n* можно определить экспериментально, зная положение центра вращения по высоте образца. Определение центра вращения берегов трещины было основано на регистрации цифровой видеокамерой смещения её берегов на трех уровнях по высоте трещины (усталостной трещины и надреза) – по измерениям расстояний между двумя отпечатками твердости (HRC) по Роквеллу, расположенных симметрично по обе стороны от надреза и усталостной трещины. Точка пересечения прямой, проведенной через фиксированные значения смещений, с осью симметрии берегов трещины даст положение центра вращения.

Оценку кинетики развития трещины проводили с использованием метода акустической эмиссии (АЭ). Сигналы АЭ регистрировались и обрабатывались с помощью преобразователя акустической эмиссии, оборудования компании National Instruments. Записи сигналов АЭ и диаграммы нагрузка- смещение синхронизовались по времени. Анализ закономерностей появления сигналов АЭ, их характеристик в сочетании с фрактографическими исследованиями позволили установить, что наиболее мощные сигналы АЭ обусловлены скачками магистральной трещины, а момент резкого роста амплитуд и суммарного счета сигналов АЭ соответствует старту трещины усталостной трещины и может быть использовано для выбора момента для определения *Vc* на диаграмме «нагрузка - раскрытие берегов трещины".

Положение переднего фронта растущей трещины определяли на основе построения трехмерных моделей изломов разрушенных образцов. Для этого на каждом из них было выделено по 20 профилей вдоль траектории распространения трещины. Последовательное соединение максимумов и минимумов смежных профилей (в единой системе координат) дало положение передних фронтов статической трещины (скачки трещины). Обнаружено соответствие в значениях чисел импульсов АЭ с максимальной амплитудой и положений передних фронтов трещины в изломах (каждого образца).

Таким образом, исследование кинетики развития трещины (по измерениям АЭ и 3D-рельефа изломов) и геометрии раскрытия её берегов позволило корректно определять величину КРТ в каждый момент скачка трещины с учетом экспериментально найденных значений коэффициента вращения *n* и величины подроста трещины. Полученные результаты оказались весьма полезными для получения уточненных значений критического раскрытия трещины δ_c, в т.ч. с привязкой к неоднородности структуры металла. Это существенно при сопоставлении трещиностойкости вязких материалов на образцах недостаточных размеров.

В целом, разработка методов измерения вязкости разрушения с использованием предложенных методов цифровизации эксперимента показала возможность получения достоверных результатов оценки сопротивляемости разрушению материалов на малогабаритных образцах.

Литература

1 Новые методы оценки сопротивления металлов хрупкому разрушению. – М.: Мир, 1972. -439 с.

ОСОБЕННОСТИ ИЗМЕРЕНИЯ ТВЕРДОСТИ СПЛАВОВ Ti-Ni С ЭФФЕКТАМИ ПАМЯТИ ФОРМЫ И СВЕРХУПРУГОСТИ

Хмелевская И.Ю., Комаров В.С., Карелин Р.Д.
Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия
khmel@tmo.misis.ru

При измерении твердости методами вдавливания индентора снятие нагрузки сопровождается упругим восстановлением отпечатка, уменьшающим его диагональ или диаметр. Число твердости определяется по размерам «восстановленного» отпечатка [1]. В сплавах с эффектом памяти формы при проникновении индентора кроме упругой и пластической деформации может происходить также деформация за счет мартенситного превращения (МП) под нагрузкой или за счет переориентации термического мартенсита, а к упругому восстановлению отпечатка может добавляться сверхупругое. При измерении твердости разными методами, например, HB или HRC получаются не только количественно несовпадающие результаты, но и качественно меняется характер зависимости твердости от температуры отжига [2].

В работе проведено измерение твердости образцов сплавов на основе Ti-Ni на твердомерах Роквелла и Виккерса стандартным способом при комнатной температуре, в кипящей воде и в интервале температур 20-300 °С. Измерения твердости по Виккерсу с нагрузкой P = 10 Н при повышенных температурах проводили на установке Лозинского [3]. Образцы диаметром 14,8х5 мм нагревали в камере при остаточном давлении 10^{-1} Па до 350 °С и проводили индентирование при последовательном охлаждении до комнатной температуры. Размеры диагоналей отпечатков определяли на оптическом микроскопе «Union» при комнатной температуре. Исследовали сплавы различного химического состава, имеющие при комнатной температуре разное фазовое состояние (Таблица 1). Для сплава 2 температуры мартенситных превращений приведены после закалки и после 10 ч старения при 450 °С.

Таблица 1 - Химический и фазовый состав исследованных сплавов

№	Содержание элементов, ат.%			T_R	$M_{н,}$	$M_{к,}$	Фазовый состав при 20°С
	Ti	Ni	Fe	°С	°С	°С	
1	49.9	50.1	-	34	43	5	R+B19'
2	49	50.7	-	-2/46	-20/2	-38/-25	B2/R
3	53	47	-	-	66	46	B19'
4	50	47	3	-60	-170	-196	B2

При вдавливании индентора значительная деформация (более 30 %) частично набирается особым механизмом [4]. В сплаве 1 с температурой окончания прямого мартенситного превращения $M_к$ ниже комнатной деформация ниже $M_н$ набирается за счет образования из R-фазы и переориентации B19′-мартенсита. В заэквиатомном по Ni сплаве 2 при температуре деформации выше $A_н$ и ниже $M_д$ – за счет превращения B2 или R-фазы в B19′-мартенсит. При снятии нагрузки часть деформации возвращается за счет сверхупругости, связанной с возвращением мартенсита к исходной ориентировке или с обратным МП в интервале, где образовавшийся мартенсит не стабилен. Другая часть деформации может вернуться при нагреве за счет обратного МП (Рис.1, кривая 1). При этом наиболее значительную деформацию испытывает центр отпечатка, где протекают процессы пластической деформации. Закономерность изменения твердости при охлаждении из области существования высокотемпературной B2-фазы (выше 200 °С) в мартенсит идентична температурной зависимости фазового предела текучести [5]. При приближении к температуре $M_н$ сопротивление деформации снижается и размер отпечатка увеличивается за счет пластичности B2→R→B19′ превращения. Деформация, набранная за счет

образования B19′-мартенсита в условиях сложнонапряженного состояния при индентировании, может быть частично восстановлена за счет ЭПФ при нагреве выше температуры $A_{к.}$ Как видно из рисунка 1, при нагреве выше $A_к$ частично восстанавливают свои размеры отпечатки, нанесенные в мартенситной области, где и проявляется действие аномальных обратимых механизмов деформации. Необратимая же часть деформации сказывается в повышении твердости на 80 ед. HV (см. кривую 2).

В сплаве 3 при нанесении отпечатков в мартенситной области ниже температуры $M_к$ отпечаток формируется в основном за счет переориентации термического мартенсита. Восстановление отпечатка при нагреве выше 300 °С (температуры $A_к$ после ~30 % деформации индентированием) соответсвует изменению твердости в 50-70 HV. Доказательством участия сверхупругой деформации в восстановлении отпечатка в сплаве 3 является также различие в значениях твердости, измеренной на головке и в рабочей части разрывного образца после деформации растяжением на 5 %: 180 и 155 HV соответственно. Деформация растяжением сопровождается переориентацией мартенсита, и восстановление отпечатка в рабочей части затруднено.

Нанесение отпечатков при комнатной температуре в B2-фазе (сплав 4) вдали от превращений выше температуры $M_д$ не сопровождается восстановлением отпечатков при нагреве. Измерения показывают твердость B2-фазы.

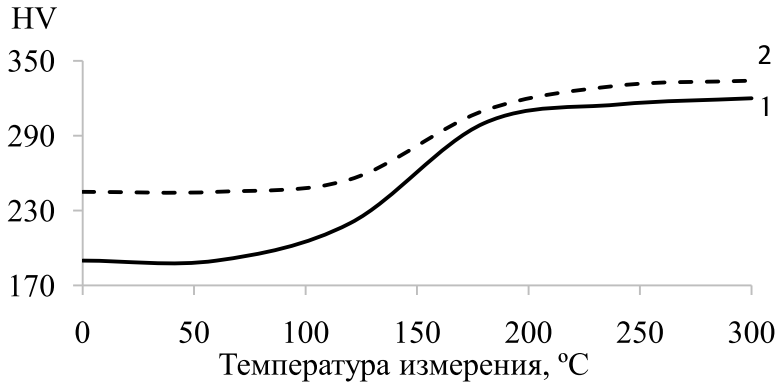


Рисунок 1 - Зависимость твердости по Виккерсу сплава Ti-50.1ат. %Ni от температуры вдавливания индентора.1- без дополнительного нагрева; 2 – после нагрева выше $A_к$

Проявление аномальных обратимых механизмов деформации при измерении твердости различными методами приводит к искажению вида зависимостей и величин «истинной» твердости исследуемых сплавов. Приведенные на рис. 2 зависимости твердости по Роквеллу сплава Ti-50,7 ат.% Ni от температуры старения, измеренные при 20 и 100 °С резко отличаются по характеру. В результате старения изменяются фазовый состав и температуры мартенситных превращений сплава (T_R и $M_н$) (рис.3). Температура измерения твердости меняет свое положение относительно них, что в разной степени способствует реализации эффектов памяти формы и сверхупругости, участвующих в формировании отпечатка (рис.2, кривая 2).

Наибольший «провал» твердости в интервале температур 350-450 °С соответствует наиболее интенсивному старению и повышению характеристических температур T_R до 46°С, $M_н$ до 1°С. Формирование отпечатка в температурном интервале ниже T_R но выше $M_н$ реализуется в благоприятных условиях R→ B19′-превращения, что соответствует наименьшей измеренной твердости 31 HRC (рис 2, кривая 1).

Твердость, измеренная вдали от интервала превращений, выше температуры $M_д$, позволяет оценить твердость B2-фазы, упрочненной в результате старения с выделением дисперсной фазы Ti_3Ni_4 – 45 HRC (рис 2, кривая 2).

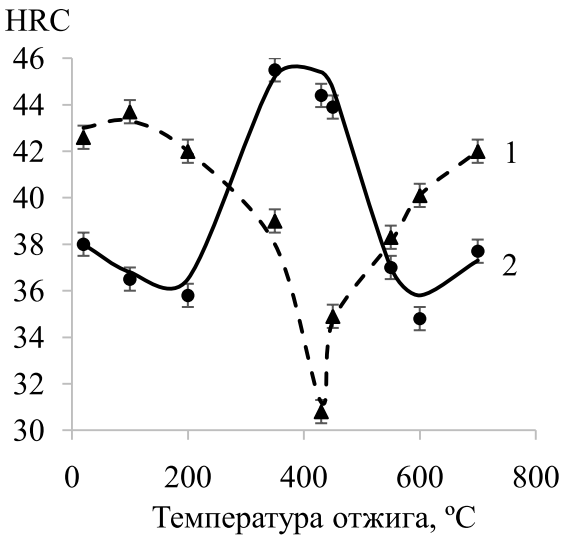


Рисунок 2 - Зависимость твердости по Роквеллу сплава Ti 50,9 ат.% Ni, от температуры 10 ч старения. Измерения при 20 °С (1) и при 100 °С (2).

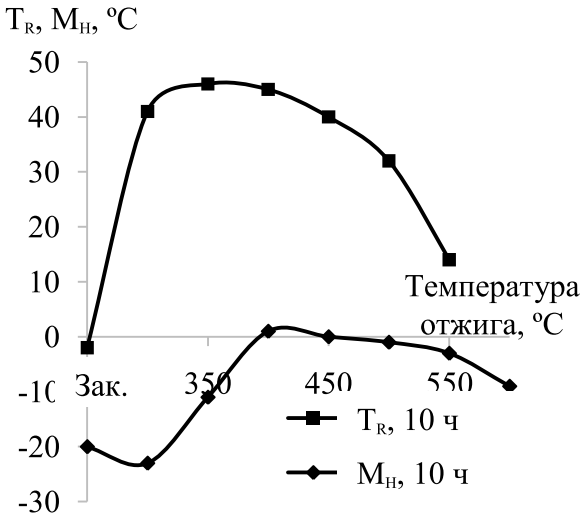


Рисунок 3 - Влияние режимов 10 ч старения на температуры мартенситных превращений сплава Ti 50,9 ат.% Ni.

Полученные результаты позволяют сформулировать требования к методике измерения твердости материалов, проявляющих эффекты памяти и сверхупругости.

Для определения «истинной» твердости высокотемпературной фазы следует производить измерения при температурах выше $M_д$, причем при оценке $M_д$ необходимо учитывать, что деформация под индентором превышает 30 % [4]. Для определения твердости низкотемпературных фаз необходимо предварительной деформацией реализовать переориентацию мартенсита. При невозможности соблюдения указанных условий измерений предпочтительнее измерение твердости методом Роквелла, при котором сверхупругое восстановление отпечатка частично подавляется, так как окончательное показание снимается под предварительной нагрузкой 100 Н.

Литература

1. ГОСТ 9012-59, ГОСТ 9013-59, ГОСТ 9450-71.
2. Хмелевская И.Ю., Займовский В.А. Необычные механические свойства сплавов, Киев, 1980, с.24-25.
3. Лозинский М.Г. Строение и свойства металлов и сплавов при высоких температурах. М. Металлургиздат, 1963, 535 с.
4. Фридман Я.Б. Механические свойства металлов, т.2, 368 с.
5. С.В. Олейникова, С.Д. Прокошкин, Л.М. Капуткина и др. Технология легких сплавов , 1990, №4, с.28-34.

СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЙ СОСТАВ ХРОМОВЫХ ПОКРЫТИЙ, СФОРМИРОВАННЫХ ЭЛЕКТРОДЕФОРМАЦИОННЫМ ПЛАКИРОВАНИЕМ

Леванцевич М.А., Кукареко В.А., Пилипчук Е.В.
Объединенный институт машиностроения НАН Беларуси,
г. Минск, Беларусь, levancev@mail.ru

Введение. Гидроцилиндры возвратно-поступательного движения, использующие для герметизации подвижного штока манжетные резиновые уплотнения, нашли широкое применение во многих типах гидроприводов металлорежущих станков. Для обеспечения надежной герметизации сопряжения «шток резиновая манжета», а также защиты от коррозии и износа поверхность штока подвергают гальваническому хромированию [1]. Однако учитывая вредность гальванических производств, а также их высокую энергоемкость и низкую эффективность, особенно при формировании хромовых покрытий на поверхностях деталей, изготавливаемых, например, на предприятиях мелкосерийного и индивидуального производств, активно проводится поиск иных технологий, альтернативных гальваническому хромированию [2]. Известны положительные примеры применения технологий гиперзвуковой металлизации, газотермического и плазменного напыления, электроискрового и лазерного легирования и др. Вместе с тем указанные технологии пока не получили широкого промышленного применения в силу ряда причин, главными из которых являются высокая стоимость используемого оборудования и необходимость привлечения высококвалифицированных специалистов для его обслуживания.

В последние годы активно развивается сравнительно недорогая, малоэнергоемкая и экологически чистая технология, основанная на методе электродеформационного плакирования гибким инструментом (ЭДПГИ), где слой покрытия на поверхности детали формируется за счет переноса ворсом вращающейся металлической щетки (ВМЩ) частичек материала покрытия (донора), а с целью интенсификации процесса плакирования на ворс ВМШ и донор подают электрическое напряжение. Установлено, что хромовые покрытия, сформированные с использованием технологии ЭДПГИ из доноров, полученных путем спекания смеси порошков чистого хрома и наноразмерной алмазнографитной шихты УДАГ (ТУ РБ 28619110.001-95) производства фирмы «Синта» (РБ), в режиме «сухого» трения с резиновым контробразцом имеют триботехнические характеристики, сопоставимые с гальваническими хромовыми покрытиями [3]. При этом в ходе проводимых испытаний технологии ЭДПГИ было выявлено, что большое влияние на качество формируемых слоев хромовых покрытий может оказывать материал проволочного ворса ВМЩ.

Цель исследований заключалась в оценке влияния материала проволочного ворса ВМЩ на структурно-фазовый состав слоев хромовых покрытий, сформированных с использованием технологии ЭДПГИ.

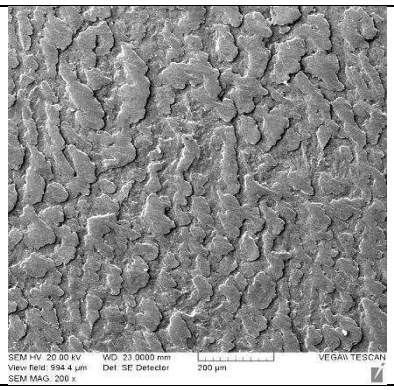
Методика исследований. Структурно-фазовые исследования проводились на образцах (10×6×2 мм) из стали 45 (HRC 43…45) с хромовым покрытием, сформированным из донора, полученного методами порошковой металлургии путем спекания смеси порошков чистого хрома и наноразмерной алмазнографитной шихты УДАГ (не более 1 мас. %). Электродеформационное плакирование осуществлялось поочередно вращающимися металлическими щетками с гофрированным ворсом выполненным из стали 65Г и нержавеющей стали 03Х17Н14М2 (производства фирмы (OSBORN). Диаметр и ширина щетки составляли соответственно 200 и 30 мм, линейная скорость вращения 30 м/с, диаметр и вылет ворса – 0,2 и 40 мм, сила тока I=140А. После обработки толщина сформированного слоя покрытия, измеренного с

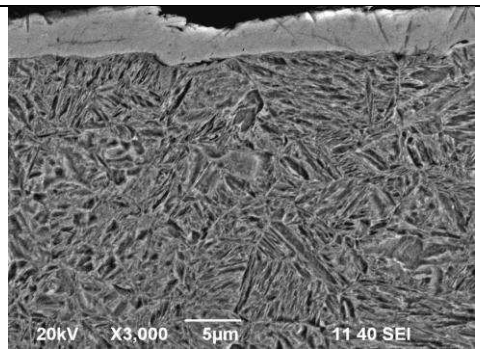
помощью прибора МТЦ – 3, составила 3…5 мкм для покрытий, сформированных щёткой с ворсом, выполненным из стали 65Г и 7..10 мкм для покрытий, сформированных щёткой с ворсом из нержавеющей стали. Параметр шероховатости поверхности Ra покрытия - 0,25…0,35 мкм для покрытия, выполненного щёткой из стали 65Г и 0,6…0,8 мкм для покрытия, выполненного щёткой из нержавеющей стали.

Для металлографического анализа поверхностных слоев образцов подвергнутых деформационному плакированию, использовался инвертированный микроскоп Альтами МЕТ 1МТ. Травление микроструктуры шлифов проводилось с использованием реактива Куррана (HCl - 50 мл, CuSO4 - 10 гр, H2O - 50 мл), а также Марбле (50 мл HCl, 2 г CuSO4, 50 мл C2H5OH, 50 мл H2O).

Рентгеноструктурный анализ исследуемых образцов выполняли на дифрактометре ДРОН 3.0 в монохроматизированном CoK_α излучении при ускоряющем напряжении 30 кВ и анодном токе 15 мА. Рентгеновская съемка осуществлялась с фокусировкой по Бреггу-Брентано в режиме сканирования (по точкам) с шагом 0,1° и временем набора импульсов на точку, равном 10 секундам. С целью исследования фазового состава тонких поверхностных слоев был применен метод скользящего пучка (ψ=6°). Для расшифровки фазового состава использовалась картотека стандартных спектров PDF. Обработку данных рентгеноструктурного анализа осуществляли с помощью автоматизированного программного комплекса «DiffracPlus EVA».

Результаты испытаний. Изучение морфологии поверхности хромовых покрытий показало, что рельеф поверхности покрытия имеет развитую шероховатую структуру (рис. 1, *а*), состоящую из плотно уложенных и вытянутых в направлении вращения щётки различных по размерам микрочастиц хрома. Дефекты покрытия в виде несплошностей и “островковости” отсутствуют.



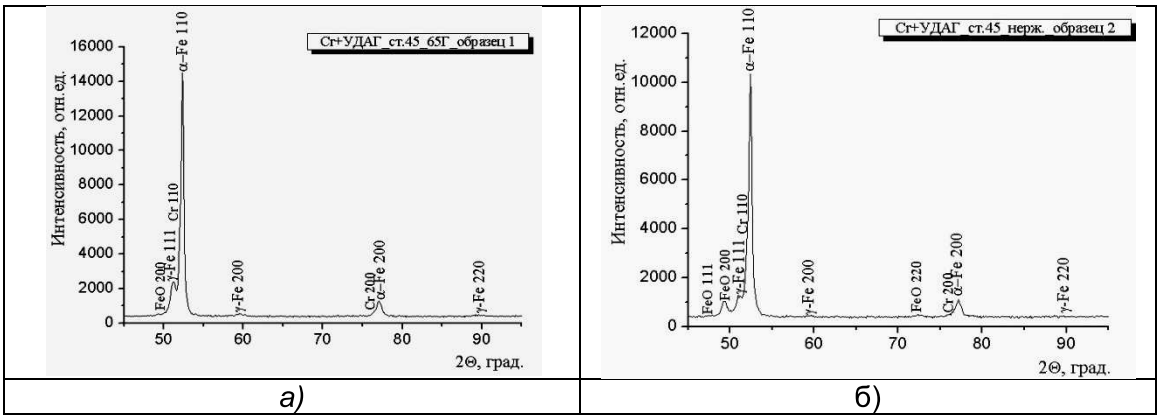


а) *б)*

Рисунок 1 – Фото рельефа поверхности
а) и микроструктуры образца
б) из стали 45 с хромовым покрытием, сформированным методом ЭДПГИ

Между слоем хромового покрытия и основой наблюдается граница раздела без видимых признаков наличия промежуточного слоя (рис. 1, *б*)

Исследование структуры и фазового состава плакированных слоев хромовых покрытий выявило присутствие в них аустенита и хрома (рис. 2, табл. 1). Период кристаллической решетки плакированного хрома составляет, **а** = 0,2884 нм. При этом количество хрома и никеля в плакированном слое покрытия, сформированном щеткой из нержавеющей стали, по процентному содержанию, соответственно, в 5,3 и 9,6 раза выше, нежели в покрытии, сформированном щеткой из стали 65Г (Таблица 1).



а) б)

Рисунок 2 – Фрагменты рентгеновских дифрактограмм хромовых покрытий, сформированных методом ЭДПГИ на поверхности стали 45 с использованием металлических щёток с ворсом, выполненным из стали 65Г *(а)* и нержавеющей стали 03Х17Н14М2 *(б)*

Таблица 1- Химический состав хромовых покрытий, сформированных на поверхностях образцов из стали 45 методом ЭДПГИ с использованием ВМЩ с ворсом, выполненным из стали 65Г (1) и нержавеющей стали 03Х17Н14М2 (2)

№ образца		Al	Si	P	S	Cr	Mn	Ni	Cu	Zn	Mo	Fe
1	покрытие		0,441	0,060	0,016	0,506	0,556	0,181	0,153	0,020		основа
	основа	0,132	0,441	0,052	0,017	0,121	0,557	0,185	0,170			основа
2	покрытие	0,187	0,681	0,074	0,014	2,697	0,660	1,739	0,195		0,015	основа
	основа	0,101	0,476	0,053	0,002	0,123	0,552	0,181	0,175		0,010	основа

Образование аустенита в поверхностных слоях плакированных образцов, а также повышенное содержание хрома и никеля в покрытии, сформированном щеткой из нержавеющей стали, свидетельствуют о том, что в процессе ЭДПГИ наряду с частичками материала донора в состав хромового покрытия переносятся также и элементы проволочного ворса щетки.

Выводы. Результаты экспериментальных исследований позволяют заключить, что на структуру и фазовый состав слоев хромовых покрытий, сформированных методом электродеформационного плакирования гибким инструментом существенное влияние оказывает не только вид и состав используемого материала донора, но и материал проволочного ворса вращающейся металлической щетки, используемой в качестве гибкого инструмента. Можно полагать, что применение щёток с проволочным ворсом, изготовленным из нержавеющей стали, будет способствовать повышению коррозионной стойкости формируемых слоев покрытий.

Литература:

1. Свешников, В.К. Станочные гидроприводы: Справочник / В.К. Свешников. – М.: Машиностроение, 2004. – 512 с.

2. Фаличева А.И. Экологические проблемы хромирования и альтернативного покрытия / А.И. Фаличева, Ю.А. Стекольников, Н.И. Глянцев // Вестник ТГУ. – 1999, т. 4, Вып. 2, – С. 256-257.

3. Леванцевич, М.А. Износостойкость легированных хромовых покрытий сформированных способом деформационного плакирования с электрическим напряжением / М.А. Леванцевич, Е.В. Пилипчук, В.К. Шелег, В.Н. Калач // Актуальные вопросы машиноведения : сб. научн. трудов / Объедин. ин-т машиностроения НАН Беларуси; редкол.: С.Н. Поддубко [и др.]. – 2017. – Вып. 6. – С. 159–162.

ЭЛЕКТРОПЛАСТИЧЕСКИЙ ЭФФЕКТ ПРИ РАСТЯЖЕНИИ ТИТАНОВОЙ ПРОВОЛОКИ

[1]Пономарев Т.С.,[1]Белявин К.Е., [1]Минько Д.В.,
[2]Угурчиев У.Х., [2]Столяров В.В.
[1]Белорусский национальный технический университет, Минск, Республика Беларусь, timofeus@tut.by , dminko@tyt.by
[2]Институт машиноведения РАН, Москва, Россия, vlstol@mail.ru

Электропластический эффект (ЭПЭ) в металлах — увеличение деформируемости и снижение усилий деформирования металла под действием импульсов электрического тока большой плотности [1]. В основе эффекта лежит явление «электронного ветра» или взаимодействия свободных электронов с дислокациями материала (дефектами строения, неоднородностями решетки). В результате импульсного характера тока сопротивление металла деформации сильно уменьшается, а пластичность увеличивается. Ранее ЭПЭ был исследован на стальной сварочной проволоке, для которой была показана зависимость ЭПЭ от химического состава стали и режимов вводимого тока [2]. Цель настоящей работы – исследовать влияние отжига и режимов тока на ЭПЭ в титановой проволоке.

Материалом исследования был технически чистый титан ВТ1-0 в виде проволоки Ø0.8 мм, полученной многостадийной деформационной обработкой, включая прокатку, волочение и промежуточные отжиги. Проволоку исследовали в состоянии до и после вакуумного отжига при 850 °С. Испытания выполняли при комнатной температуре на горизонтальной разрывной машине ИР 5047-50-10 при растяжении со скоростью 2 мм/мин по режимам: без приложения тока; одиночные импульсы (максимальная плотность тока j = 80 А/мм^2, длительность импульса τ = 100 мкс); многоимпульсный ток (j = 40 А/мм^2; τ = 10 мкс; ν = 1000 Гц); постоянный ток (j = 6 А/мм^2). Температуру образца в процессе растяжения измеряли с помощью термопары, закрепленной в центре расчетной длины (l_p= 44 мм). Она составляла 25 °С (без тока), 30 °С (одиночные импульсы), 80 °С (многоимпульсный ток), 80 °С (постоянный ток). Образцы проволоки испытывали в состоянии до и после низкого отжига. Схема подвода тока к захватам показана на рис. 1.

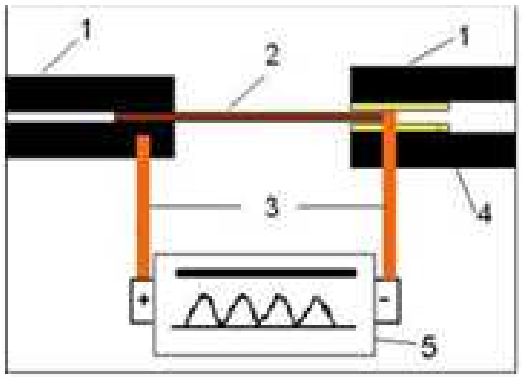


Рисунок 1 - Схема подвода тока к образцу:
1. Захваты; 2. Образец; 3. Медные шины для подвода тока;
4. Изоляционный материал; 5. Генератор импульсного тока (ГИТ).

На рис.2 и 3 приведены инженерные кривые растяжения «напряжение-деформация» для титана до и после отжига.

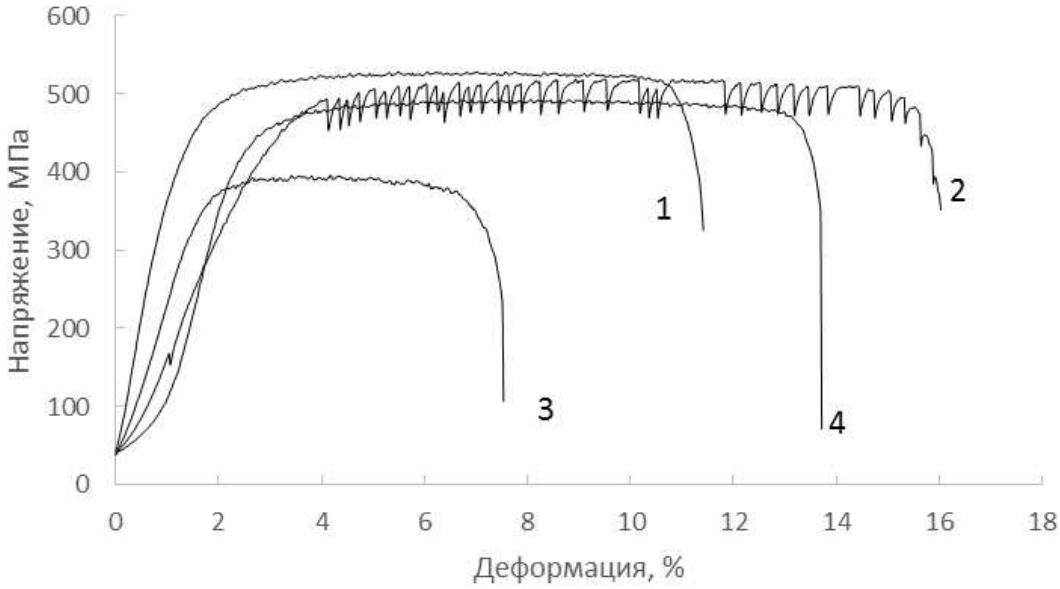


Рисунок 2 - Инженерные кривые «напряжение-деформация» титановой проволоки до отжига: без тока (1); одиночные импульсы тока (2); многоимпульсный ток (3); постоянный ток (4).

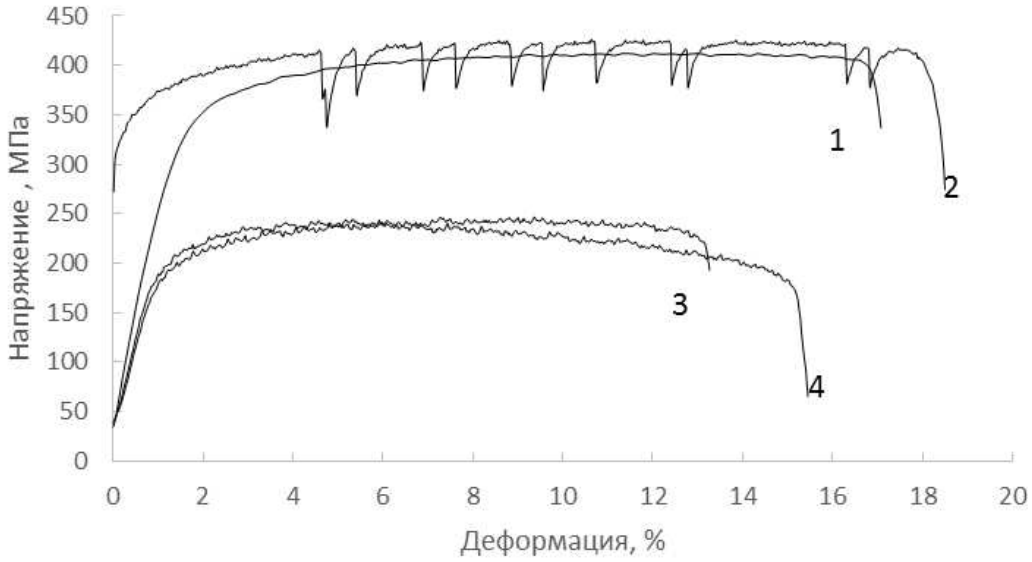


Рисунок 3 - Инженерные кривые «напряжение-деформация» титановой проволоки после отжига: без тока (1); одиночные импульсы тока (2); многоимпульсный ток (3); постоянный ток (4).

Отжиг при 850 °С привел к снижению прочности и увеличению пластичности проволоки. Результаты показывают, что предел прочности и относительное удлинение титановой проволоки при растяжении в нагартованном и отожжённом состояниях зависят от режимов тока. С увеличением интенсивности вводимого тока прочность уменьшается, особенно сильно в отожжённом состоянии, для многоимпульсного и постоянного тока, которые вызывают преимущественно тепловой эффект. Введение одиночных импульсов тока приводит к характерному эффекту для однофазного сплава в виде скачков напряжения вниз. В отличие от титана, в сплаве TiNi с памятью формы могут наблюдаться разнонаправленные скачки вверх-вниз [3]. Амплитуда скачка в отожжённой проволоке несколько выше (60-70 МПа), чем в нагартованном состоянии (менее 50 МПа), что может быть связано с длиной свободного пробега дислокаций.

Ассиметричный характер скачка напряжения объясняется мгновенной скоростью нагрева проволоки при введении импульса тока и последующем медленным ее охлаждением на воздухе.

Таким образом, подтверждено, что ЭПЭ зависит от режимов вводимого тока. Вклад ЭПЭ увеличивается с уменьшением интенсивности тока (одноимпульсный ток) и практически полностью замещается тепловым эффектом при повышении энергии тока (многоимпульсный ток и постоянный ток).

Литература

1. Троицкий О.А., Баранов Ю.В., Авраамов Ю.С., Шляпин А.Д., Физические основы и технологии обработки современных материалов, Т. 1, 2004.

2. Белявин К.Е., Минько Д.В., Пономарев Т.С., Угурчиев У.Х., Столяров В.В. Электропластический эффект при растяжении стальной проволоки, конф.сб. «Актуальные проблемы прочности», Витебск, (2018) 401-403.

3. Misochenko A.A., Fedotkin A.A., Stolyarov V.V., Influence of grain size and electric current regimes on deformation behavior under tension of shape memory alloy $Ti_{49,3}Ni_{50,7}$, Materials Today Proceedings, 4 (2017) 4753-4757.

МЕХАНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ТРУБНОЙ СТАЛИ ПОСЛЕ ПРОКАТКИ НА ШИРОКОПОЛОСНОМ СТАНЕ ГОРЯЧЕЙ ПРОКАТКИ

[1]Краснов М.Л., [2]Некит В.А., [2]Платов С.И., [1]Мешков Е.И., [2]Терентьев Д.В.
[1]ПАО «ММК» г. Магнитогорск, Россия
[2]ФГБОУ ВО «Магнитогорский государственный технический университет им Г.И. Носова», г. Магнитогорск, Россия psipsi@mail.ru
[3]ООО «АУСФЕРР» » г. Магнитогорск, Россия

Прочностные характеристики: предел прочности $\sigma_в$ и предел текучести $\sigma_т$ и характеристики пластичности – относительное удлинение δ и относительное сужение ψ при механической и термической обработке по разным причинам изменяются в широких пределах [1-7]. Ударная вязкость KCU^{-40} оценивается в отдельном испытании, часто при сверхнизких температурах для оценки низкотемпературной хрупкости трубных сталей. Общеизвестно, что в общем случае между прочностью и пластичностью существует устойчивая связь. Испытание механических свойств сталей в производственных условиях проводится в большом объеме и имеет высокую трудоемкость [8-12].

Цель настоящей работы – исследовать корреляционные связи между параметрами механических свойств трубной стали, прокатываемой на широкополосном стане горячей прокатки, методами математической статистики.

В табл.1 представлены результаты измерения предела прочности $\sigma_в$, предела текучести $\sigma_т$, относительного удлинения δ и низкотемпературной ударной вязкости KCU^{-40} для листового металла толщиной 11мм.

Таблица 1- Результаты выборки исследуемых параметров

	Относительное удлинение, δ, %	Предел прочности, $\sigma_в$, МПа	Предел текучести, $\sigma_т$, МПа	Ударная вязкость, KCU^{-60}, Дж/см^2
1	24	580	430	211
2	23	570	430	207
3	23	560	415	209
4	25	550	405	201
5	24	570	430	199
6	24	560	410	211
7	23	560	410	191
8	23	560	435	196
9	29	550	385	209
10	26	560	385	185
11	31	520	390	283
12	30	530	395	283
13	26	550	380	243
14	27	540	380	201
15	29	530	380	266
16	29	530	380	270
17	27	520	380	275
18	29	520	380	275
19	23	570	410	190
20	27	570	410	192
21	28	520	395	251
22	29	520	395	283

Для определения матрицы парных коэффициентов корреляции использовали пакет «*Анализ данных*» в MS EXCEL. Результаты вычисления коэффициентов корреляции представлены в табл. 2.

Таблица 2 - Матрица парных коэффициентов корреляции для стали толщиной 11мм

	Относительное удлинение, δ, %	Предел прочности, $\sigma_в$, МПа	Предел текучести, $\sigma_т$, МПа	Ударная вязкость, KCU $^{-40}$, Дж/см^2
δ	1			
$\sigma_в$	-0,81244	1		
$\sigma_т$	-0,75087	0,738007	1	
KCU-40	0,779048	-0,87178	-0,56866	1

Корреляционная связь между прочностью и пластичностью имеет отрицательный угловой коэффициент прямой линейной связи в полном соответствии с общеизвестными качественными представлениями. Оба коэффициента корреляции имеют отрицательное значение (-0,81244, -0,75087), табл. 2.

Корреляционная связь между ударной вязкостью и пластичностью KCU $^{-60}$ = f(δ) имеет положительный угловой коэффициент прямой линейной связи и положительный коэффициент корреляции R = 0,779048. Корреляционная связь между ударной вязкостью и прочностью KCU $^{-60}$ = f($\sigma_в$) имеет отрицательный угловой коэффициент прямой линейной связи, коэффициент корреляции R = -0,87178.

Числовое значение коэффициентов корреляции превышает 0.75, что свидетельствует о тесной линейной связи между отдельными показателями механических свойств.

Результаты вычисления коэффициентов корреляции толщиной 9 и8 мм представлены в табл. 3 и табл. 4.

Таблица 3 - Матрица парных коэффициентов корреляции для стали толщиной 9мм

	Относительное удлинение, δ, %	Предел прочности, $\sigma_в$, МПа	Предел текучести, $\sigma_т$, МПа	Ударная вязкость, KCU $^{-40}$, Дж/см^2
δ	1			
$\sigma_в$	-0,3787835	1		
$\sigma_т$	-0,4911036	0,8144243	1	
KCU-40	0,488944	-0,5351118	-0,4789124	1

Сравнение результатов исследований показывают линейную статистическую связь между параметрами прочности: пределом прочности $\sigma_в$ и пределом текучести $\sigma_т$ (0,81, 0,897). Это позволяет исключить из исследований один из них или составить из них комбинационный параметр.

Таблица 4 - Матрица парных коэффициентов корреляции для стали толщиной 8мм

	Относительное удлинение, δ, %	Предел прочности,$\sigma_в$, МПа	Предел текучести, $\sigma_т$, МПа	Ударная вязкость, KCU $^{-40}$, Дж/см^2
δ	1			
$\sigma_в$	-0,40674	1		
$\sigma_т$	-0,59265	0,896603	1	
KCU-40	0,338037	-0,81236	-0,7263	1

Список литературы

1. Платов С.И., Некит В.А., Огарков Н.Н., Железков О.С. Исследование технологии ускоренного охлаждения катанки на проволочном стане. Обработка сплошных и слоистых материалов. 2016. № 2 (45). С. 45-48.
2. Гареев А.Р., Муриков С.А., Платов С.И., Урцев В.Н., Шмаков А.В. Направления совершенствования технологии и оборудования ускоренного охлаждения на широкополосных станах горячей прокатки // Производство проката – 2015. №3. С. 14-21.
3. Гареев А.Р., Муриков С.А., Платов С.И., Урцев В.Н., Шмаков А.В. Расчет термомеханических режимов и практических настроек ШСГП при опытных прокатках сложного сортамента // Производство проката – 2015. №5. С. 14-17.
4. Платов С.И., Некит В.А., Звягина Е.Ю., Терентьев Д.В. Улучшение температурного режима прокатных валков за счет совершенствования их охлаждения в процессе прокатки. В сборнике: Перспективные материалы и технологии Материалы международного симпозиума. В 2-х частях. Под редакцией В.В. Рубаника . 2017. С. 247-250.
5. Система управления технологией на базе хранилища технологических данных / Капцан Ф.В., Фомичев А.В., Пронин А.О., Вознесенский А.А. // Совершенствование технологии в ОАО «ММК»: Сб. тр. Центральной лаб. ОАО «ММК». Вып.10. Магнитогорск 2006, С. 378-389.
6. Платов С.И., Некит В.А., Звягина Е.Ю., Терентьев Д.В. Улучшение температурного режима прокатных валков за счет совершенствования их охлаждения в процессе прокатки. В сборнике: Перспективные материалы и технологии Материалы международного симпозиума. В 2-х частях. Под редакцией В.В. Рубаника . 2017. С. 247-250.
7. Платов С.И., Некит В.А., Огарков Н.Н. Силы трения в процессе волочения катанки. В сборнике: Перспективные материалы и технологии Материалы международного симпозиума. В 2-х частях. Под редакцией В.В. Рубаника . 2017. С. 251-253.
8. Ogarkov, N.N., Platov, S.I., Shemetova, E.S., Samodurova, M.N., Terent'ev, D.V., Nekit, V.A. Oil Absorption Capacity of the Contact Surfaces in Metal-Forming Processes (2017) *Metallurgist*, 61 (1-2), pp.58-62. http://www.kluweronline.com/issn/0026-0894.
9. Platov, S.I., Nekit, V.A., Ogarkov, N.N. Improving the controlled cooling after wire rod rolling in the finishing block of stands (2016) *Materials Science Forum*, 870, pp. 620-624.
http://www.ttp.net/0255-5476.html.
10. Nekit, V., Platov, S., Krasnov, M. The nature of the change of the surface temperature of the workpiece during hot rolling of pipe steel (2018) MATEC Web of Conferences 224,01104.
11. Platov, S.I., Nekit, V.A., Ogarkov, N.N. Comparative evaluation of analytical methods for the determination of coefficients of friction and stresses when wire rod drawing (2018) Solid State Phenomena 284 SSP, c. 247-252.
12. Platov, S.I., Nekit, V.A., Ogarkov, N.N. Determination of frictional forces during wire rod drawing process by reverse method 2017 Solid State Phenomena 265 SSP, c. 1152-1156.

МАТЕМАТИЧЕСКОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ТЕПЛОВОГО СОСТОЯНИЯ РАБОЧИХ ВАЛКОВ И ПОЛОСЫ НА ШИРОКОПОЛОСНОМ СТАНЕ ГОРЯЧЕЙ ПРОКАТКИ

Платов С.И., Дема Р.Р., Латыпов О.Р., Колдин А.В.
Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова, Магнитогорск, Россия, latolegraf@list.ru

Повышение ресурса рабочих валков - одна из важнейших задач в области производства горячекатаной полосы. Одним из наиболее значимых факторов, влияющих на их ресурс, является температурный режим как рабочих валков, так и прокатываемой полосы.

На температурный режим рабочих валков влияют распределение температуры по ширине прокатываемой полосы и эффективность охлаждения. Системы охлаждения валков на многих широкополосных станах горячей прокатки перестают справляться со своей задачей в связи с уменьшением паузы между прокатанными полосами и расширением марочного сортамента. В результате во время прокатки происходит перегрев валков, что приводит к образованию сетки разгара на их поверхности, увеличению интенсивности износа и повышению частоты выхода из строя.

Системы управления охлаждением валков на действующих станах горячей прокатки создаются на основе математических моделей, поскольку измерение температуры непосредственно при эксплуатации является достаточно сложной задачей и имеет невысокую точность.

Разработана математическая модель, позволяющая рассчитывать тепловое состояние рабочих валков в чистовой группе клетей стана 2000 горячей прокатки, в зависимости от расхода воды по клетям. Математическая модель включает две составляющие: модель теплового состояния заготовки (полосы) и модель теплового состояния рабочего валка.

Моделирование теплового состояния заготовки.

Задача определения теплового состояния заготовки во время прокатки решается дифференциальным уравнением теплопроводности (1), в котором величины зависят от двух координат (x и y):

$$c\rho\frac{\partial T}{\partial \tau}=\lambda\left(\frac{\partial^2 T}{\partial x^2}+\frac{\partial^2 T}{\partial y^2}\right), \quad (1)$$

где с – теплоемкость материала заготовки, Дж/(кг·°С);
ρ – плотность материала заготовки, кг/м^3;
T – температура заготовки, °С;
λ – коэффициент теплопроводности материала заготовки, Вт/(м·°С);
τ – время, с.

Распространением тепла вдоль полосы (вдоль оси x) можно пренебречь, поскольку оно незначительно по сравнению с переносом тепла движением полосы в данном направлении, поэтому в модели используется одномерное уравнение теплопроводности (2):

$$c\rho\frac{\partial T}{\partial \tau}=\lambda\left(\frac{\partial^2 T}{\partial y^2}\right). \quad (2)$$

С учетом того, что $\upsilon=\frac{\partial x}{\partial \tau}$, $a=\frac{\lambda}{c\rho}$, получим

$$\upsilon\frac{\partial T}{\partial x}=a\frac{\partial^2 T}{\partial y^2}. \quad (3)$$

В уравнении (3) скорость v является постоянной при движении полосы между клетями, однако, в процессе деформации полоса движется с ускорением, поэтому каждый шаг Δx_i по координате x будет характеризоваться своей скоростью $V_{зi}$ (рис. 1).

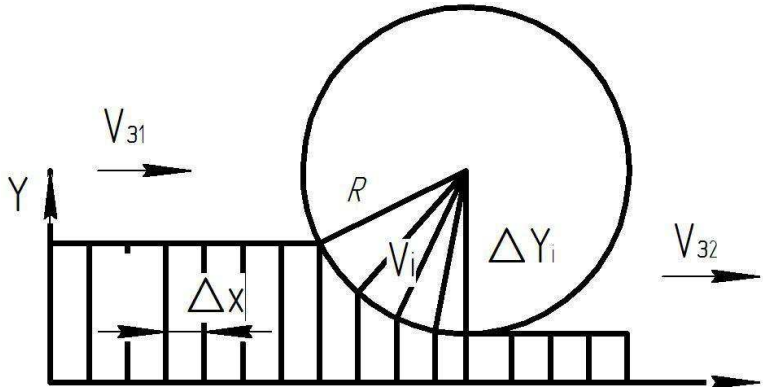


Рисунок 1 - Схема деформации заготовки валками:
$V_{з1}$ – скорость заготовки на входе в клеть;
$V_{з2}$ – скорость заготовки на выходе из клети.

Моделирование теплового состояния рабочего валка.

Тепловая задача решается методом независимых потоков. Во внутреннем слое валка задается конечно-разностная сетка вдоль окружности и вглубь поверхностного слоя. Весь валок разделен на узлы по углу и радиусу, как показано на рисунке 2. При этом окружность валка разбивается на восемь зон согласно рисунку 3.

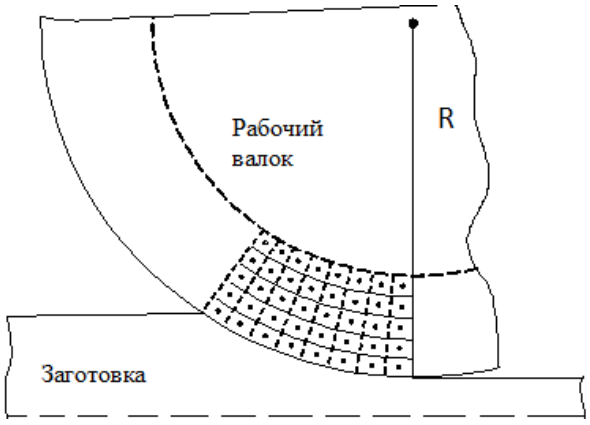


Рисунок 2 - Дискретизация валка для анализа конечных разностей

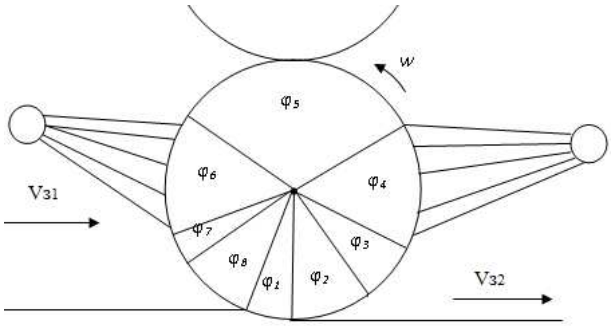


Рисунок 3 - Схема разбиения валка на зоны

Числовая реализация моделей теплового состояния валков и заготовки.

Математическая модель теплового состояния валков и заготовки реализована в компьютерной программе, рассчитывающей тепловое состояние рабочих валков в чистовой группе стана 2000 горячей прокатки ПАО «ММК» в зависимости от расхода воды по клетям. Программа отображает температура рабочих валков и выдает рекомендации по настройке системы охлаждения валков.

На данный момент программа управления системой охлаждения рабочих валков установлена как интерактивный помощник на посту управления оператора стана и на рабочем месте заместителя начальника цеха ЛПЦ-10 ПАО «ММК». Программа считывает исходные данные с MES-системы и из сформированных баз данных технологических режимов.

Данная программа (после адаптации) может быть использована на аналогичных станах горячей прокатки.

Список использованной литературы

1. Лыков А. В. Теория теплопроводности / А. В. Лыков. – М.; Высшая школа. – 1967. – 600с.

2. Гейн С. В. Метод независимых потоков для численного решения многомерного уравнения теплопроводности / С. В. Гейн, Н. А. Зайцев, В. С. Посвянский, Ю. Б. Радвогин // Препринт ИПМ им. М.В.Келдыша РАН – Москва. – 2003. – №53

3. Дема Р.Р. Компьютерное моделирование и исследование процесса горячей прокатки на базе программного комплекса deform-3d / Р.Р. Дема, С.И. Платов, А.В. Козлов, О.Р. Латыпов, Р.Н. Амиров // Производство проката. – 2018. – № 11. – С. 36-40.

4. Платов С.И. Исследование и оценка загруженности главных приводов непрерывной группы клетей стана 2000 горячей прокатки в зависимости от сортамента выпускаемой продукции / С.И. Платов, Р.Р. Дема, А.В. Ярославцев, У.Д. Мартынова, К.К. Ахметова, Р.Н. Амиров // Производство проката. – 2014. – № 2. – С. 13-16.

5. Платов С.И. Разработка и внедрение технологии охлаждения прокатных валков с целью повышения их эксплуатационных характеристик на широкополосном стане 2000 ОАО "ММК" / С.И. Платов, Р.Р. Дема, С.И. Лукьянов // Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. – 2012. – № 2 (38). – С. 100-101.

6. Платов С.И. Исследование теплового состояния прокатных валков с целью улучшения температурных условий их эксплуатации // С.И. Платов, Р.Р. Дема, М.В. Зубарева, И.М. Ячиков // Моделирование и развитие процессов ОМД. –2011. – № 1. – С. 25-30.

7. Гареев А.Р. Исследование возможностей прокатного оборудования по достижению термических режимов на примере ШСГП 2000 ОАО "ММК" / А.Р. Гареев, С.А. Муриков, С.И. Платов // Фундаментальные и прикладные исследования в современном мире. – 2015. – № 10-1. – С. 30-34.

ВЛИЯНИЕ ПАРАМЕТРОВ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА МИКРОСТРУКТУРУ ТОСТОЛИСТОВОГО ТРУБНОГО ПРОКАТА

Платов С.И., Масленников К.Б.
МГТУ им. Г.И. Носова, г.Магитогорск, Российская Федерация, mkb@ausferr.ru
Лобанов М.Л.
УРФУ им. Первого президента России Б.Н. Ельцина, Российская Федерация, m.l.lobanov@urfu.ru

Введение и материальная база

Рост объёма производства толстолистового трубного проката вкупе со сложностью технологического процесса (называемого ТМСР: контролируемая прокатка с последующим ускоренным охлаждением - УО) приводит к потребности раннего прогнозирования потребительских свойств продукции, в связи с чем ООО «ИТЦ Аусферр» (г. Магнитогорск) совместно с МГТУ им. Г.И. Носова и УРФУ разрабатывает соответствующую технологию.

В рамках разработки данной технологии, было проведено исследование микроструктуры образцов, полученных при опытном производстве штрипса в разных режимах ТМСР (Таблица 1). Материалами являлись образцы, малоуглеродистой низколегированной трубной стали типа 06Г2МБ, предназначенной для производства труб большого диаметра классов прочности К60, взятые из центральной области листов. Исследования проводились на половине толщины листа - ~ 13 мм.

Таблица 1 - Режимы опытного производства

№ режима	Температура конца прокатки, °С	Скорость раската в УО, м/с
1	890-910	1,9
2	795-825	1,9
3	795-825	1,0
4	740-760	1,9

Для анализа структурного состояния образцов применялась оптическая металлография, сканирующая электронная микроскопия с использованием ориентационной микроскопии, основанной на дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD). Электронно-микроскопическое исследование структуры проводили на растровом микроскопе Tescan Mira3.

Результаты исследования

Структурно по всем режимам получен преимущественно бейнит с включениями отпущенного мартенсита. На расстоянии от поверхности больше 3 мм в структурах, практически, отсутствовали мартенситные пакеты. Средняя вытянутость зерна ($X_{ср}/D_{ср}$) составила ~3 по всем режимам. Дисперсность мартенсито-бейнитных микроструктур уменьшается от поверхностной к центральной области листов.

Режим 1 отличается повышенной температурой конца прокатки, вследствие чего до начала УО, судя по всему, начинается процесс рекристаллизации. В этом случае дисперсность микроструктуры увеличивается как в поверхностной, так в центральных областях приблизительно 1,5-1,6 раза. Бейнитная структура представлена относительно крупными неравноосными кристаллитами. Некоторые данные по размерам зерна на рисунке 1.

Режимы 2 и 3 отличаются более низкой температурой конца прокатки и разной интенсивностью УО. При более интенсивном охлаждении (режим 3) дисперсность микроструктуры увеличивается как в поверхностной, так в центральных областях приблизительно на 5 %. Режим 2 даёт большую однородность, но и, в среднем, несколько больший размер зерна (рис. 1).

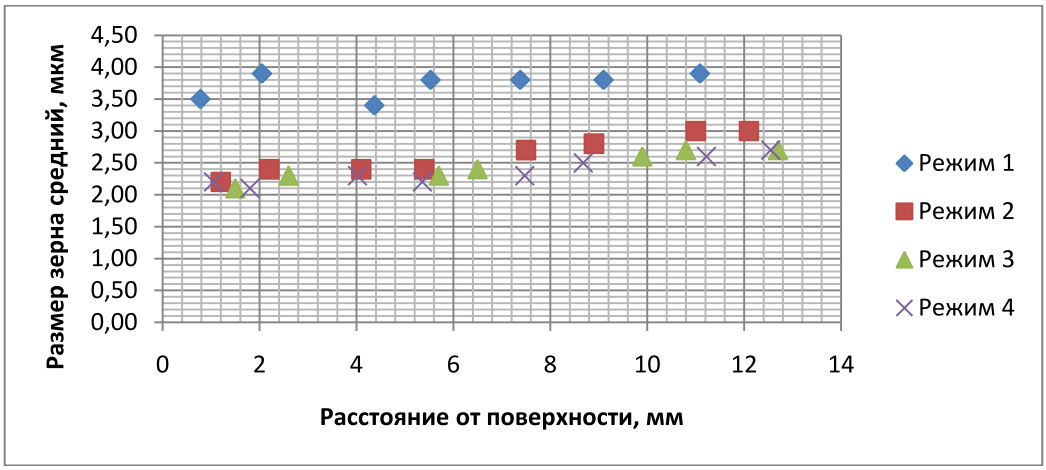


Рисунок 1 - Размер зерна по толщине листа после ТМСР

Режим 4 отличается пониженной температурой конца прокатки, вследствие чего в разных слоях листа фиксировались протяженные ферритные области с вытянутыми в направлении прокатки границами. Судя по всему, это результат изотермической прокатки в температурах, близких к температуре равновесного фазового γ→α превращения.

Список литературы

1. Урцев, В.Н. Формирование структуры и механических свойств сталей / В.Н. Урцев, В.Ф. Рашников, А.А. Морозов, А.В. Капцан, М.Ф. Сафронов, Ю.Н. Горностырев, В.Л. Корнилов – Магнитогорск, 1998. – 160 с.

2. Lobanov M.L. Texture Inheritance on Phase Transition in Low-Carbon, Low-Alloy Pipe Steel after Thermomechanical Controlled Processing / M.L. Lobanov, M.D. Borodina, S.V. Danilov – Steel in Translation, 2017, V. 47. – P. 710–716.

3. Лобанов М.Л. Влияние скорости охлаждения на структуру низкоуглеродистой низколегированной стали после контролируемой термомеханической обработки / М.Л. Лобанов, М.Л. Краснов, В.Н. Урцев, С.В. Данилов, В.И. Пастухов – МиТОМ, 2019, № 1. – С. 31–36.

4. Гервасьев А.М. Влияние микроструктуры и текстуры на трещиностойкость высокопрочных сталей для магистральных газопроводов нового поколения. Диссертационная работа на соискание степени кандидата технических наук / А. М. Гервасьев – М.: Издательство Уральского федерального университета имени первого Президента России Б. Н. Ельцина, 2011. – 127 с.

5. Кичкина А.А. Влияние структурной анизотропии ферритно-бейнитной трубной стали на механические свойства при испытаниях на растяжение и ударный изгиб / А.А. Кичкина, М. Ю. Матросов, Л.И. Эфрон и др. – Металлург, 2010, № 12. – С. 33–39.

6. Штремель М.А. Прочность сплавов. Ч II. Деформация. – М.: Издательство МИСИС, 1997. – 527 с.

7. Bae J.H. Study of Texture Development and Anisotropy of Mechanical Properties of API-X80 Line Pipe Steel for Spiral-Welded Pipe / J.H. Bae, S.-H. Choi, K.S. Kim, K.B. Kang Int. – Conf. on Textures of Materials: Proc. of the 14th Int. Conf. Leuven, Belgium, 2005. – P. 531–536.

8. Ray R. K. Transformation textures in steels. International Materials / R.K. Ray, J.J. Jonas – Reviews, 1990, V. 35. – P. 1–36.

9. Pyshmintsev I.Y. Effect of Bainite Crystallographic Texture on Failure of Pipe Steel Sheets Made by Controlled Thermomechanical Treatment / I.Y. Pyshmintsev, A.O. Struin, A.M. Gervasyev, M.L. Lobanov, G.M. Rusakov, et al. – Metallurgist, 2016, V. 60. – P. 405–412.

10. Krasnov M.L. The effect of accelerated cooling on the structure of pipe steels for thermomechanical controlled processing / M.L. Krasnov, S.I. Platov, V.N. Urtsev, S.V. Danilov, V.I. Pastukhov, M.L. Lobanov – Mechanics, Resource and Diagnostics of Materials and Structures (MRDMS-2018) AIP Conf. Proc., 2018.

ОЦЕНКА АКУСТИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ БЕСПИЛОТНЫХ ЛЕТАТЕЛЬНЫХ АППАРАТОВ

Царенко Ю.В., Чернов П.А., Какойченко С.Ю.
ГНУ «Институт технической акустики НАН Беларуси», г. Витебск, labpt@vitebsk.by

Эффективность беспилотного летательного аппарата (БЛА) с различными видами движителей, выполняющего полеты в широком диапазоне скоростей и высот, в значительной мере зависит от степени его заметности: акустической, оптической, радиолокационной и тепловой. Комплекс методов, направленных на уменьшение заметности летательных аппаратов в различных областях спектра излучения, постоянно развивается на протяжении уже нескольких десятилетий [1, 2].

В общем случае положение границ зоны акустической заметности БЛА в месте расположения наблюдателя определяется соотношением между интенсивностью воспринимаемого наблюдателем акустического излучения аппарата и интенсивностью звука, соответствующего природному акустическому фону, и зависит от степени проявления акустических эффектов, сопровождающих распространение звука в турбулентной атмосфере – рефракции звуковых волн, поглощения и рассеяния акустической энергии. Наличие в эксплуатации нескольких типов БЛА с винтовыми движителями, применение таких аппаратов на относительно низких высотах и скоростях полета, а также развитие мобильных средств поражения воздушных целей делает проблему снижения акустической заметности БЛА особенно актуальной.

Другой аспект актуальности проблемы шума БЛА заключается в необходимости снижения интенсивности шума авиационного происхождения, воздействующего на гражданское население. Уровень шума самолета на местности является одним из наиболее важных параметров, во многом определяющим конкурентоспособность современной авиационной техники.

Решение проблем снижения уровней шума на местности легких самолетов с винтомоторной силовой установкой и уменьшения степени акустической заметности БЛА с винтовым движителем предполагает наличие соответствующих методов прогнозирования акустических характеристик ЛВС, критериев и методов оценки степени аудио заметности БЛА.

В проблеме прогнозирования шума, генерируемого винтомоторными БЛА, вопросам отдельно шума воздушного винта и двигателя, электродвигателя или двигателя внутреннего сгорания, посвящено значительное количество исследований, выполненных в нашей стране и за рубежом, но, несмотря на давнюю историю изучения этих явлений, многие аспекты механизмов генерации шума являются неясными до сих пор [2, 3]. Широкое распространение в последние годы малоразмерных БЛА привело к дальнейшему развитию аэродинамических компоновок и, как следствие, к появлению дополнительных механизмов генерации шума, в частности, это винтовые движители в толкающей компоновке, работающие в турбулентном следе от элементов планера.

В современной научной литературе, посвященной исследованиям шума ЛВС на местности, в качестве источника шума обычно рассматривается изолированный воздушный винт, работающий в невозмущенной среде. При этом не реализуется комплексный подход к шуму силовой установки самолета в целом как к суперпозиции акустических полей, формируемых излучениями воздушного винта и внешней среды.

Целью данной работы являлась разработка методики и проведение исследований по оценке акустических параметров беспилотных летательных аппаратов, производимых в НАН Беларуси.

Для измерения уровней звукового давления использовался портативный многофункциональный шумомер типа «Экофизика – 110А». Прибор выполняет функции шумомера 1 класса точности, виброметра, анализатора спектров, узкополосного анализатора. Акустические измерения выполнялись микрофоном, расположенным на высоте 1,2 м относительно поверхности земли. При этом на микрофоне устанавливалась ветрозащитная насадка.

Нами разработана методика оценки акустических параметров беспилотных летательных аппаратов, которая использована для оценки акустических параметров

БЛА типа «Ворон», «Бусел» и «Буревестник» в полетных условиях. Показано, что природный акустический фон очень неустойчив, суммарные уровни фона, скорректированные по шкале А стандартного шумомера, находятся в пределах 32-40 дБА. Существенное влияние на суммарные уровни природного фона оказывает скорость ветра, наибольшие суммарные уровни звукового давления отмечаются в случаях, когда ветер распространяется над ровной поверхностью земли при отсутствии насаждений.

Полученный результат качественно согласуется с известной моделью генерации шума в приземном слое атмосферы, в рамках которой уровень шума тем больше, чем выше интенсивность турбулентности в приземном слое [4]. А интенсивность турбулентности определяется величинами скоростей ветра и конвективного потока и соотношением между этими скоростями [5, 6].

На основании полученных спектров уровней природного акустического звукового давления установлено, что акустическое излучение, соответствующее природному акустическому фону, является широкополосным в широком диапазоне частот 1,6 – 20000 Гц. В спектре природного акустического фона можно выделить, несколько диапазонов частот, в которых отмечается характерное изменение уровней спектральных составляющих по частоте: 1) в диапазоне частот 1,6-500 Гц отмечается монотонное уменьшение спектрального уровня звукового давления при увеличении частоты; 2) в диапазоне частот 400-10000 Гц с ростом частоты спектральный уровень звукового давления уменьшается незначительно.

Нами проведены экспериментальные исследования по оценке акустических параметров беспилотных летательных аппаратов типа «Ворон», «Бусел» и «Буревестник» в акустическом диапазоне волн (3-25000 Гц) в статических условиях (рисунок 1). Установлено, что для БПА с бензиновым двигателем «Буревестник» максимальный уровень шума наблюдается при частотах 80 и 100 Гц в диапазоне азимутных углов 30-50 градусов относительно горизонтальной оси БПА. Для БЛА с электрическими двигателями при аналогичных условиях измерения максимальный уровень шума наблюдается при частотах 200 и 3150 Гц в диапазоне азимутных углов 30 - 50 градусов.



а б

Рисунок 1 - Измерение акустических параметров шума электрических двигателей БЛА «Бусел» (а) и «Буревестник» (б)

Акустические измерения БЛА «Бусел» в условиях реального облета производились вблизи агрогородка Дукора Пуховичского р-на. Измерения выполнялись при субъективном отсутствии источников техногенного фонового шума. Площадка представляла ровное поле с размерами примерно 2,0х2,5 км. Кратчайшее расстояние от места измерения шума до автодороги составляло около 700 м. Поверхность земли на аэродроме – заросший травой суглинок, трава была скошена. Наземная измерительная система включала в себя систему измерения и

регистрации звукового давления и систему измерения параметров атмосферы в месте проведения акустических испытаний.

Проведенные полетные испытания показали, что БЛА менее акустически заметен при малых углах подлета 0-10 градусов и на небольших высотах. Установлено, что измерения с подветренной стороны приводят к снижению уровня акустического шума БЛА, а при измерениях с наветренной стороны уровни шума выше и обнаружение БЛА становится возможным на больших удалениях. Показано, что акустическая заметность БЛА на низких частотах (8, 10, 20 Гц) составляет вне городских условий около 600 м (рисунок 2).

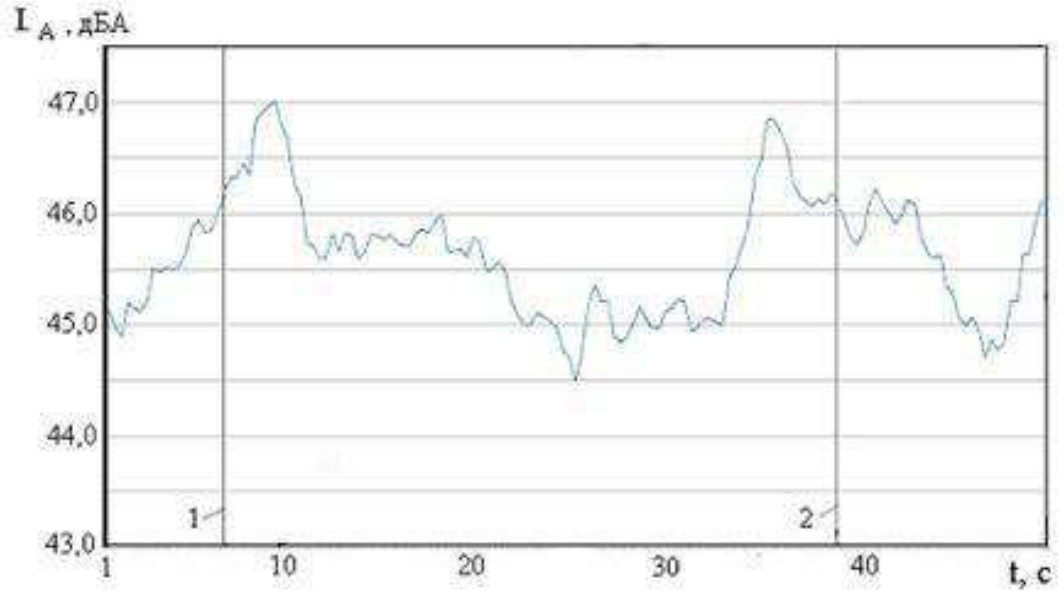


Рисунок 2 - Уровень шума L_A БЛА «Бусел» при проведении облетов на удалении 50 м и высоте полета 100 м, 1-2 зона обнаружения БЛА шумомером

Для снижения акустической заметности БЛА дополнительно может быть рекомендовано использование явления маскировки звука. Маскировка происходит вследствие повышения у наблюдателя порога слышимости звука от источника под влиянием акустических помех. Эффект маскировки проявляется в наибольшей степени в случае, если частота маскируемого звука БЛА близка к частоте маскирующего шума.

Литература

1. Ганабов В.И., Мунин А.Г. О расчете шума вращения одиночного винта с лопастями произвольной формы// Ученые записки ЦАГИ, 1989, Т. XX, №5. - С. 43-52.

2. Копьев В.Ф., Титарев В.А., Беляев И.В. Разработка методологии расчёта шума винтов с использованием суперкомпьютеров / Учёные записки ЦАГИ. 2014. Т. XLV, № 2. - С. 78-106.

3. Справочник по технической акустике / под ред. М. Хекла, Х.А. Мюллера. Л.: Судостроение, 1980.- 440 с.

4. Богаткин О.Г. Авиационная метеорология. – СПб.: Изд-во РГГМУ, 2005. – 328 с.

5. Мошков П.А. Классификация источников шума лёгких винтовых самолётов на местности // Научно-технический вестник Поволжья. - 2015. - № 4. - С. 101-106.

6. Ганабов В.И., Кукинова Н.А., Мунин А.Г. О расчете шума вращения соосных винтов// Труды ЦАГИ, 1993, вып. 2508. - С. 15 - 22.

ФЕНОМЕНОЛОГИЧЕСКАЯ МОДЕЛЬ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СПЛАВА С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ НА ОСНОВЕ TINI

Волков А.Е., Люльчак П.С.
Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург, Россия, a.volkov@spbu.ru, plusxcv@yandex.ru

Несмотря на увеличение мощностей современных вычислительных систем, вопрос разработки простых и в то же время эффективных методик расчета поведения материалов не теряет своей актуальности. Большой интерес в научно-технической среде вызывают функциональные материалы, в частности, сплавы с памятью формы (СПФ). На их основе произведено большое количество изделий, применяющихся как в серьезных наукоемких отраслях: космос, машиностроение, так и в повседневном, бытовом использовании.

Одним из типов моделей, позволяющих описать свойства СПФ, являются макроскопические феноменологические модели. Отличительной чертой данного класса теорий является небольшое количество внутренних переменных, характеризующих состояние материала, и относительная простота определения материальных констант. Ввиду своей компактности и небольшому времени расчетов такие модели наиболее удобны для внедрения в конечно-элементные программные пакеты для решения краевых задач механики деформируемого твердого тела.

В данной работе сформулирована макроскопическая модель образования и переориентации мартенсита в сплаве с памятью формы. В качестве внутренних переменных модели рассматриваются: Φ – объемная доля мартенсита, тензорная величина $\boldsymbol{\Lambda}$ – фазовая деформация. Их эволюция определяется балансом обобщенных термодинамических сил F_Φ, $\boldsymbol{F}_{\boldsymbol{\Lambda}}$, вычисленных из потенциала Гиббса:

$$G = G^{eig}(T, \boldsymbol{\sigma}, \Phi, \boldsymbol{\Lambda}) + G^{mix}(\boldsymbol{\sigma}, \Phi, \boldsymbol{\Lambda}).$$

Энергия $G^{mix}(\boldsymbol{\sigma}, \Phi, \boldsymbol{\Lambda})$ межфазных напряжений аппроксимируется полиномом, коэффициенты которого определяются из условий начала и окончания мартенситного превращения при $T = M_s, M_f$, а также из условий начала и окончания переориентации мартенсита при $T < M_f$. Фазовая деформация образующегося мартенсита определяется по сформулированной гипотезе зарождения, согласно которой во вновь появившейся фазе отсутствуют стимулы для переориентации.

Рассчитаны диаграммы изотермического деформирования образцов в различных фазовых состояниях. При моделировании использовались константы материала характерные эквиатомному TiNi.

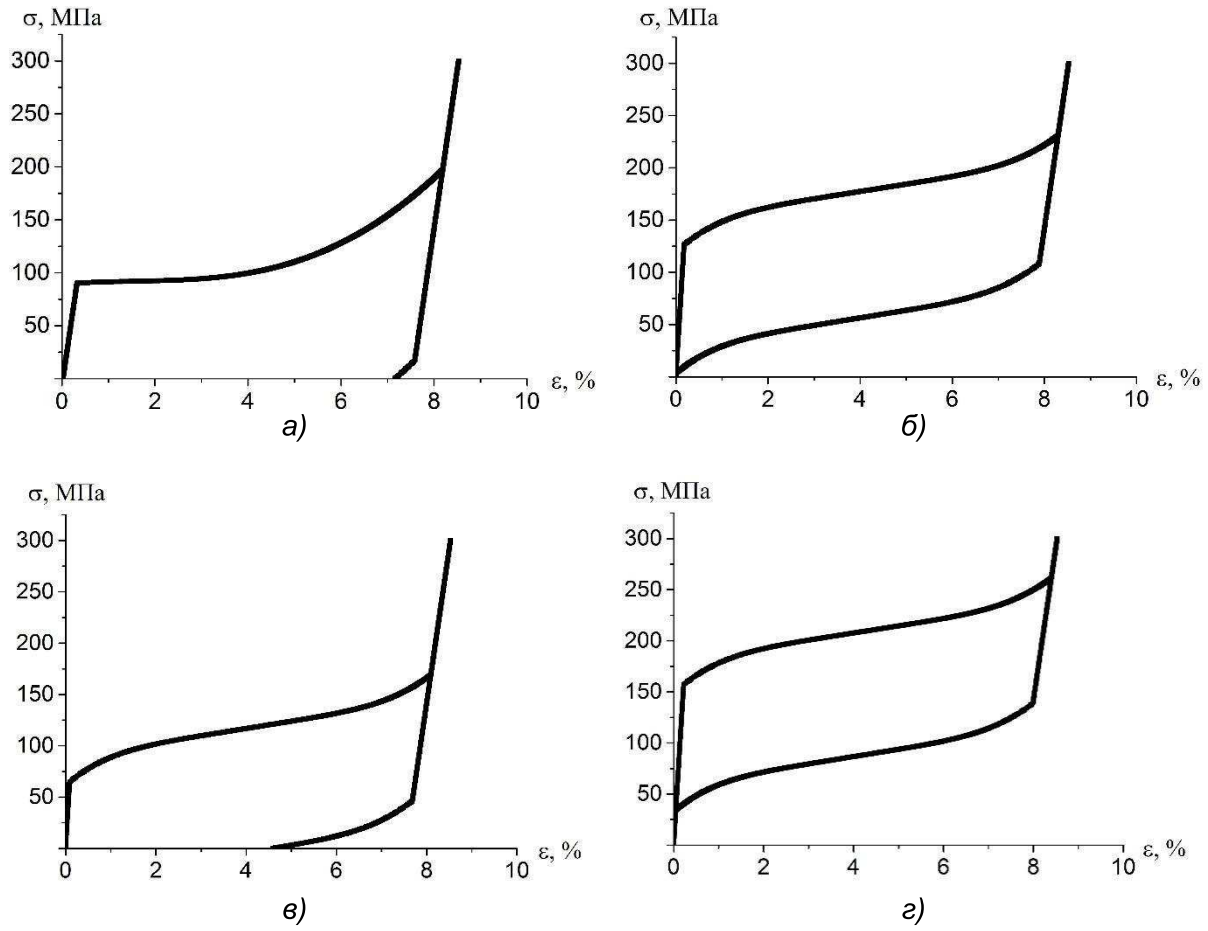


Рисунок - $\sigma - \varepsilon$ *диаграмма деформирования при температурах:*
а) $T < M_f$, *б)* $T = A_f$, *в)* $T = A_s$, *г)* $T > A_f$

Представленные диаграммы демонстрируют качественное соответствие с экспериментальными данными, наличие изломов объясняется использованием несглаженных критериев начала превращения и начала переориентации.

Работа выполнена при поддержке РФФИ, грант № 18-01-00594 а.

ЭФФЕКТЫ СВЕРХВЫСОКОЙ ПЛАСТИЧНОСТИ В АЛЮМИНИЕВО-МАГНИЕВОМ СПЛАВЕ В УСЛОВИЯХ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО НАГРУЖЕНИЯ И АКУСТИЧЕСКАЯ ЭМИССИЯ

Макаров С.В., Плотников В.А.
Алтайский государственный университет, Барнаул
makarov@phys.asu.ru

Некоторые экспериментальные и теоретические результаты в области структурной сверхпластичности свидетельствуют о возможности достижения больших степеней деформации в материале без предшествующей подготовки ультрамелкозернистой структуры. Так в работе [1], наличие исходной равноосной ультрамелкозернистой структуры не является как достаточным, так и обязательным условием перевода материала в сверхпластичное состояние. Типичной иллюстрацией сказанного может служить [2] случай сверхпластического деформирования крупнозернистого алюминия (размер зерна 130 мкм), реализуемый при кручении и растяжении. Появления сверхпластичности в монокристаллах [3] также обращает внимание исследователей на существующие критерии сверхпластичности.

С точки зрения классического подхода в определении сверхпластичности наиболее критическим является температурный фактор. Если придерживаться известного в теории определяющих соотношений принципа детерминизма [4, 5], то следует допустить существование критических температурных точек перехода материала в сверхпластическое состояние. Наложение напряжений приводит к появлению вблизи критических точек ограниченной области температур, соответствующей переходному процессу из одного структурно устойчивого состояния к другому.

Наибольшее количество исследований посвящено микрозеренной сверхпластичности. В то же время известно, что многие металлические крупнокристаллические материалы проявляют сверхпластические свойства при определенных температурно-скоростных условиях.

Исследование закономерностей сверхвысокой пластичности крупнокристаллического алюминиево-магниевого сплава в условиях термомеханического нагружения в мягкой схеме является актуальным и рассматривается в этой работе.

Методика экспериментов

Для исследования больших пластических деформаций и акустической эмиссии была использована так называемая мягкая схема нагружения, которая позволила фиксировать деформацию при пластическом течении как функцию параметров силового воздействия в условиях высоких температур. Реализованная в эксперименте схема сдвигового нагружения, позволила провести исследования накопления деформации в материале без существенного изменения поперечного сечения и формы деформированных образцов. Механическое нагружение, измерение сдвиговой деформации, температуры и среднеквадратичного напряжения акустической эмиссии проводили с помощью лабораторной установки, описание которой приведено в работе [6].

Образцы вырезали из пластины в виде стержней длиной 300 мм, в которых были сформированы области локализации деформации диаметром 4 мм и длиной 30 мм. Образцы предварительно отжигали при температуре 500 ^{0}C в течение 1 часа и охлаждали с печью. Термомеханическое нагружение алюминиево-магниевых образцов проводили в двух режимах: изотермическом – температура оставалась постоянной, нагрузка менялась; неизотермическом - в цикле температура изменялась в интервале 25 – 500 ^{0}C, а нагрузка - фиксировалась. Нагрев образца осуществлялся в области локализации деформации, остальную часть стержня не нагревали, она выполняла роль волновода.

Экспериментальные результаты и обсуждение

Характерные экспериментальные данные по накоплению деформации, акустической эмиссии и механическому напряжению в условиях нагрева при постоянной нагрузке (147 МПа) приведены на рис. 1. Накопление деформации ε при нагреве образца до 450 ^{0}C и действии нагрузки осуществляется в двух температурных интервалах: низкотемпературном (область 1, ε = 2 %) – до 350 ^{0}C и высокотемпературном (область 2, ε = 30 %) – 350-450 ^{0}C, а $v_2/v_1 \sim 100$, где v_1,v_2 скорости накопления деформации в областях 1 и 2 соответственно.

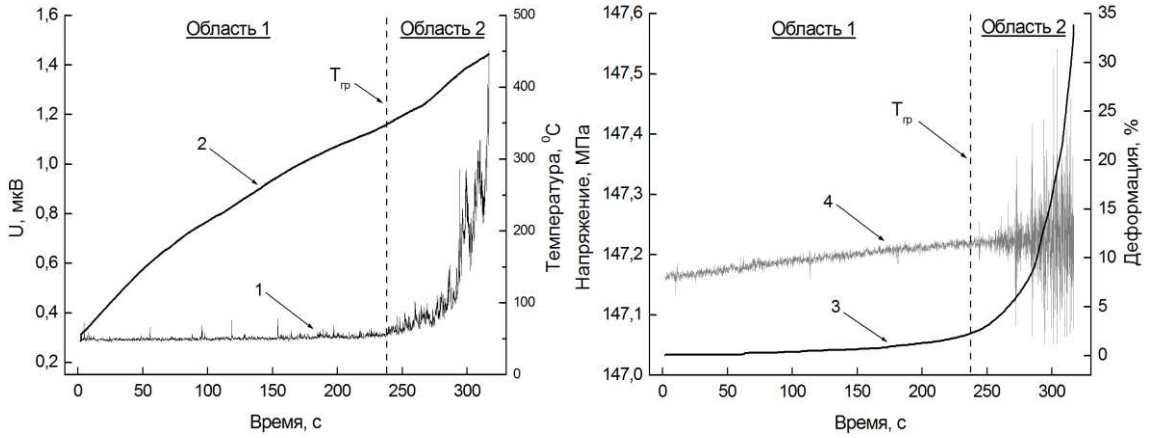


Рисунок 1 - Акустическая эмиссия (1), температура (2), деформация (3) и механическое напряжение (4) при нагреве алюминиево-магниевого сплава при постоянной нагрузке 147 МПа.

В высокотемпературной области 2 механическое напряжение начинает осциллировать (рис. 1б, зависимость 4), а амплитуда осцилляций хорошо коррелирует со скоростью накопления деформации. Осцилляции механического напряжения согласно [7] есть реакция системы машина-образец на скачки деформации, то есть наблюдаемый в экспериментах квазискачкообразный характер накопления деформации действительно представляет последовательность деформационных скачков разделенных малыми монотонными промежутками.

Амплитуда скачков и длительность монотонных участков существенно зависят от температурно-силовых параметров в цикле термомеханического нагружения. Величина накопленной деформации в образцах (в области 2) до разрушения в условиях изотермического и неизотермического нагружения составляет более 150 %.

Выше критической температуры $T_{кр}$ в области 2 амплитуда осцилляций увеличивается, как и среднеквадратичное напряжение акустической эмиссии, при повышении температуры. Возрастание среднеквадратичного напряжения акустической эмиссии свидетельствует о существенном увеличении колебательной энергии акустической эмиссии в деформируемом объеме образца. Как было показано, накопление колебательной энергии в объеме деформированного материала может осуществляться только за счет формирования стоячих волн на естественных резонаторах [8].

Переход к высокодеформированному состоянию в алюминиево-магниевом сплаве при достижении критической температуры ($T_{кр}$) в неизотермических циклах осуществляется как результат совместного действия термических флуктуаций, механических напряжений и колебательной энергии акустической эмиссии в элементарном деформационном акте. Переход от монотонного накопления деформации (рис. 1, рис. 2, область 1) с низкой скоростью к скачкообразному (квазискачкообразному) (область 2) с высокой скоростью можно рассматривать как деформационный структурный переход в состояние сверхвысокой пластичности материала (больших пластических деформаций).

Заключение

Осциллирующий характер силового отклика после деформационного структурного перехода, то есть при достижении температурно-силовых параметров и колебательной энергии акустической эмиссии критических значений, свидетельствует о переходе к скачкообразному процессу накопления деформации в высокотемпературной области. Периодичность (квазипериодичность) процесса накопления обусловлено быстрыми процессами упрочнения разупрочнения структуры деформируемого материала. Процесс упрочнения характеризуется увеличением плотности структурных дефектов. Параллельно с процессом упрочнения происходит разупрочнение (динамический возврат), обусловленное неустойчивостью дефектной (дислокационной) структуры и стремлением системы к минимуму внутренней энергии [9].

Литература

1. Кайбышев, О.А. Сверхпластичность промышленных сплавов / О.А. Кайбышев. – М.: Металлургия, 1984. – 280 с.

2. Рудаев, Я.И. Основные пути использования сверхпластичности металлов в современной технике и технологии / Я.И. Рудаев, Д.И. Чашников // Судостроительная промышленность, серия металловедение, металлургия. – 1987. – Вып. 6. – С. 40–48.

3. Золотаревский, Ю.С. Сверхпластичность некоторых алюминиевых сплавов / Ю.С. Золотаревский, В.А. Папяев, Я.И. Рудаев и др. // Судостроительная промышленность, серия материаловедение. – 1990. – Вып. 16. – С. 21–26.

4. Лихачев, В.А Сверхпластичность крупнозернистых поликристаллов алюминия при растяжении В.А. Лихачев, М.М. Мышляев, О.Н. Сеньков // Проблемы прочности. – 1987. – №8. – С. 40–41.

5. Бережкова Г.В. Сверхпластичность монокристаллов Г.В. Бережкова, В.Р. Регель, Л.В. Салков // ДАН СССР. – 1988. – Т. 303. – №1. – с. 102–104.

6. Макаров С.В., Плотников В.А. // Деформация и разрушение материалов. 2015. № 10. С. 21-25.

7. Шибков А.А., Золотов А.Е., Желтов М.А., Гасанов М.Ф., Денисов А.А. // ЖТФ, 2014. Т. 84. №4. С. 40-46.

8. Макаров С.В., Плотников В.А., Потекаев А.И. // Известия вузов. Физика. 2014. №7. С. 81-86

9. Лубенец С.В. // ФТТ. 2002. Т.44. вып.1. С.72-77

О ВОЗМОЖНОСТИ ОЦЕНКИ ПАРАМЕТРОВ ФЕРРИТО-ПЕРЛИТНОЙ ПОЛОСЧАТОСТИ В СТАЛЯХ

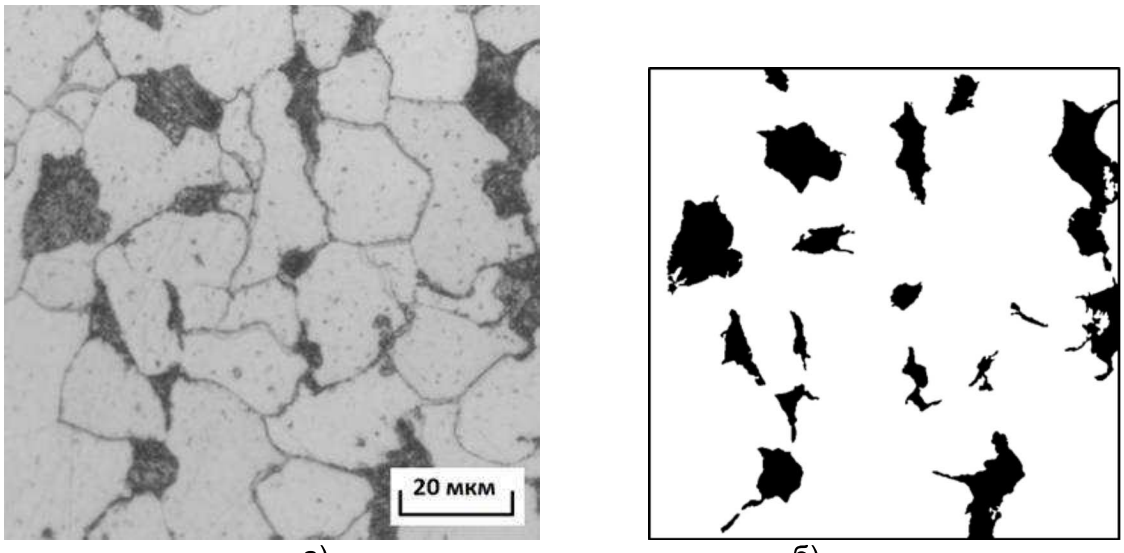
Ахметова Г.Е. [*], Пережогин В.Ю. [**], Соколовская Э.А. [**], Смагулов Д.У. [*], Кудря А.В. [**]

[*]*Казахский национальный исследовательский технический университет им. К. Сатпаева;*

[**]*НИТУ «МИСиС», г. Москва, Россия, perevitayr@mail.ru*

Объективное определение масштабов полосчатости в микроструктуре приобретает существенное значение при сопоставлении качества листовых сталей, прогноза их остаточного ресурса [1-4]. Обеспечение единообразного подхода к этой проблеме долгое время регламентировалось ГОСТ 5640-68. В последние годы – в соответствии с ГОСТ Р 54570-2011, где балл определяется на основе стереологических коэффициентов, найденных методом направленных секущих при панорамных исследованиях с помощью автоматического анализатора изображений [5]. Однако при этом, в частности, не оговаривается масштаб измерений, обеспечивающий воспроизводимость результатов измерений. Балльная оценка позволяет различить структуры с различным масштабом полосчатости в микроструктуре, но при этом за кадром остается статистика измерений неоднородности геометрии размеров её элементов. Влияние геометрии полосчатости на разрушение, не всегда очевидно, например, в стали Ст3сп связь между размерами зерна феррита и шагом полос перлита с одной стороны и морфологией вязкого излома (поперечник ямок и периодичность строения его мезорельефа) с другой стороны, была выявлена только на основе Фурье-преобразования их 2D-изображений (в 256 оттенках серого). Однако важность результатов измерения геометрии полосчатости в микроструктуре для прогноза деформации и разрушения листовых сталей очевидна [1-3]. В этой связи оценка факторов, определяющих достоверность и воспроизводимость измерений полосчатости, явилась целью настоящей работы.

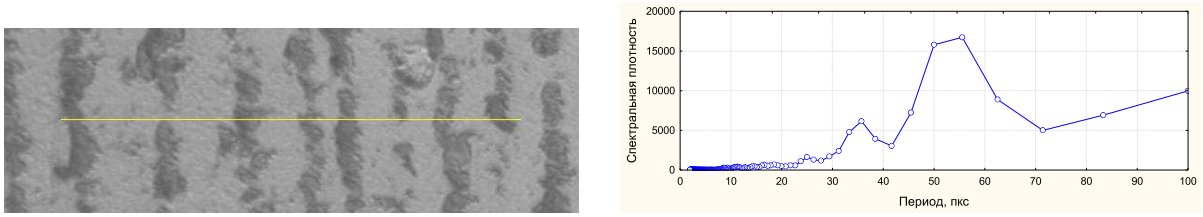
Цифровые изображения исследуемых микроструктур представляли собой поля яркости (в 256 оттенках серого), где тёмным фрагментам соответствовал перлит или бейнит, а светлым – феррит переводили в бинарную матрицу вида «1-0» («элемент структуры – фон»). Для выделения однотипных объектов на изображении, например, перлита и удаления шумов (поперечником менее 5 мкм) использовали процедуру фильтрации (рис. 1). В случае неоднородности освещения первичного изображения в кадре применяли процедуру его выравнивания.



а) б)

Рисунок 1 - Изображения микроструктуры стали Ст3сп до (а) и после бинаризации и фильтрации (б)

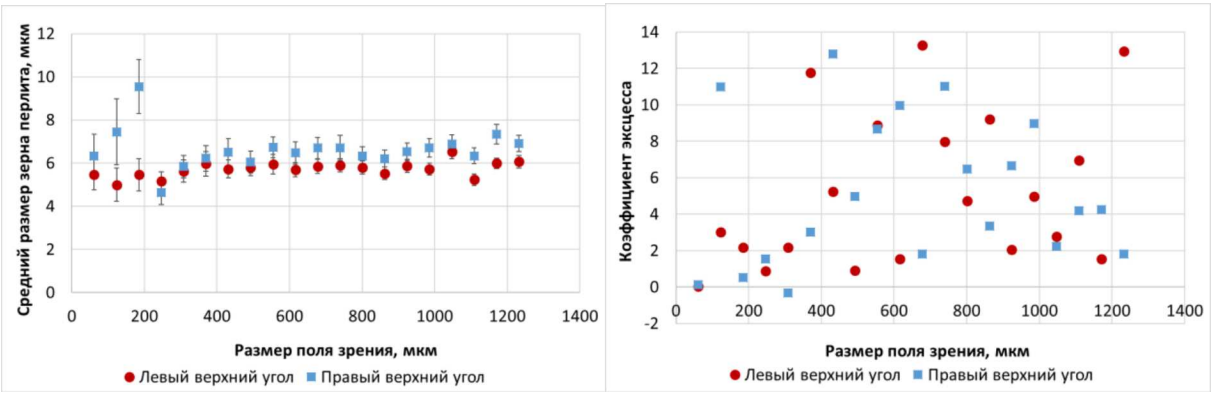
Для выявления периодичности и её определения был выполнен Фурье-анализ интенсивностей яркости вдоль и поперёк полос (рис. 2).



а) б)

а – секущая; б – график спектральной плотности вдоль секущей
Рисунок 2 - Фурье анализ кривой распределения интенсивности яркости

Его результаты показали хорошее соответствие с результатами определения полосчатости классическим методом секущих (после бинаризации). После подготовки изображения измеряли параметры геометрии характерных элементов микроструктуры (размеры зерна феррита, шаг полос перлита), определяющих различие в масштабах полосчатости. Практически для всех исследуемых изображений феррито-перлитных структур (различной степени полосчатости) распределение значений параметров геометрии структуры (во всем диапазоне вариации площадей наблюдаемых полей зрения) имеет асимметричный характер. Очевидно, что учет данного обстоятельства приобретает особую роль при переходе к автоматизированным измерениям геометрических характеристик полосчатости в микроструктуре для получения её объективных, статистически значимых оценок (рис. 3).



а) б)

а – средний размер зерна перлита; б – коэффициент эксцесса
Рисунок 3 - Вариация статистических показателей в зависимости от масштаба поля зрения

Причиной такого длительного «выхода на насыщение» статистических характеристик распределений является неоднородность микроструктуры по сечению листа, номинально однотипной, но отличающейся своей геометрией. Такое различие в строении микроструктур наблюдается не только в масштабах одного листа, но между листами отдельных партий, вследствие различий в эволюции структур и дефектов в ходе технологического передела в рамках достаточно широкого поля допуска технологии [3].

Из этого вытекает, что использование средних значений и критерия Стьюдента для сопоставления различных выборок результатов измерения геометрических параметров полосчатости содержит в себе известные риски, связанные с отклонением вида экспериментальных распределений от нормального. Для таких случаев эффективным, как показывает практика [6], может быть применение критериев непараметрической статистики, в частности Колмогорова-Смирнова (К-С) (табл. 1).

Таблица 1 - Сравнение баллов полосчатости 0 и 4 для полей зрения поперечником 1,2 и 0,5 мкм

Параметры		Толщина полос перлита		Расст. между полосами перлита		Площадь перлита	
Размер поля зрения, мкм		1200	500	1200	500	1200	500
Стьюдент (n=60)	α=0,05, t=2,00	1,466	1,065	1,842	0,607	9,778	0,290
	α=0,10, t=1,67	1,466	1,065	1,842	0,607	9,778	0,290
	α=0,20, t=1,30	1,466	1,065	1,842	0,607	9,778	0,290
К-С	α=0,05, $K_α$=1,36	1,207	1,024	2,402	0,525	4,547	1,456
	α=0,10, $K_α$=1,22	1,207	1,024	2,402	0,525	4,547	1,456
	α=0,20, $K_α$=1,07	1,207	1,024	2,402	0,525	4,547	1,456

При формировании связности элементов структуры (полосчатость начальных баллов) для их выделения необходимо применение неформальных процедур дилатации и эрозии, отсюда часто бывает предпочтительнее использование линейных характеристик объектов, определенных при их пересечении секущими.

Таким образом, при определении геометрических характеристик полосчатости листовых сталей с использованием компьютеризированных процедур существенную роль играют метрологические аспекты.

Заключение. Объективное измерение и сопоставление полосчатости в листовых сталях широкого класса определяется оптимальным выбором её геометрических параметров (с учетом природы объекта), накоплением необходимой статистики наблюдений, определяемой масштабами неоднородности изображения микроструктуры, использованием критериев статистики, учитывающей особенности распределения значений, измеряемых геометрических параметров элементов структуры, формирующих её полосчатость. Это позволяет получить количественные оценки строения полосчатости в микроструктуре листовых сталей, что важно при выявлении её роли в формировании неоднородности качества металла, обеспечивает объективный прогноз остаточного ресурса.

Список использованной литературы

1. "Сталь на рубеже столетий". Под ред. Ю.С. Карабасова. М.: МИСиС. 2001. С. 445-543.
2. Прочность сплавов. Часть II. Деформация: Учебник для вузов /Штремель М.А.- М.: МИСиС. 1997. – 527 с.
3. Эфрон Л.И. Металловедение в «большой металлургии». Трубные стали. М.: Металлургиздат. 2012. -696 с.
4. Проскуркин Е. В., Большаков В. И., Дергач Т. А., Петров И. В., Дмитриев В. Б. // Сталь. 2013. № 9. С.60-64.
5. Казаков А.А., Киселев Д.В., Андреева С.В, Чигинцев Л.С., Головин С.В., Егоров В.А., Марков С.И. // Черные металлы. Июль-август 2007. С. 31-37.
6. Кудря А.В., Соколовская Э.А., Пережогин В.Ю., Ахмедова Т.Ш., Васильев С.Г. // Металлург. 2016. № 12. С. 77-80.

АКУСТИЧЕСКАЯ ЭМИССИЯ И АНИЗОТРОПИЯ ТВЕРДОСТИ ПРИ ЦАРАПАНЬЕ МОНОКРИСТАЛЛА АЛЮМИНИЯ

Афанасьев М.А. [1)]*, Данюк А.В. [1)], Мерсон Д.Л. [1)], Виноградов А.Ю. [1, 2)]
[1)] *Тольяттинский государственный университет, Тольятти, Россия;*
[2)] *Норвежский университет естественных и технических наук, Тронхейм, Норвегия.*
* maxwel-i@yandex.ru

В работе рассмотрено поведение акустической эмиссии (АЭ) при изменении направления действующих систем скольжения в монокристалле алюминия. Для проведения эксперимента был подготовлен образец монокристалл алюминия с площадью поверхности для испытания более 120 мм^2. Поверхность для испытания была отполирована по процедуре подготовки для EBSD (electron back scattered diffraction) и ориентирована близко к кристаллографической плоскости (001). Особенностью чистого алюминия является высокая величина энергии дефекта упаковки, благодаря чему в нем при комнатной температуре реализуется исключительно дислокационный механизм деформации (работа систем двойникования исключена).

Методика эксперимента

Смена действующих систем скольжения было реализовано на трибометре Nanovea TRB-50N. Использовался конический индентор с радиусом при вершине 100 мкм который перемещался по окружности под постоянной нагрузкой 2Н. Такая методика позволяет за один оборот произвести скрайбировании поверхности во всех кристаллографических направлениях.

Сигнал АЭ регистрировался широкополосным пьезоэлектрическим преобразователем NF AE-900S WB в полосе частот от 100 до 900 кГц, подключенного через малошумящий усилитель PAC 2/4/6 с усилением +60 дБ. Запись АЭ выполнялась платой PAC (Physical Acoustic Corporation, США) PCI-2, которая была настроена на непрерывную запись сигнала (режим непрерывной беспороговой записи) с дополнительным усилением +6 дБ и полосовой фильтрацией 10÷1000 кГц, частота дискретизации цифровой записи составляла 2 МГц.

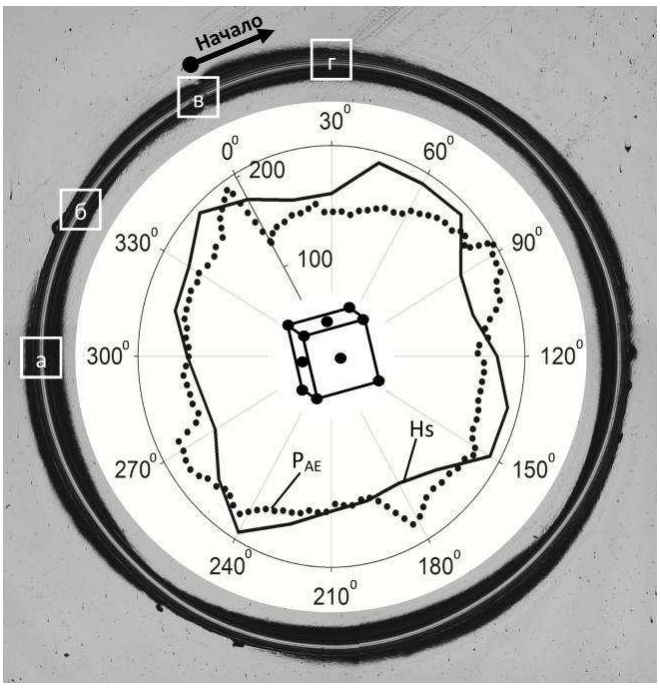
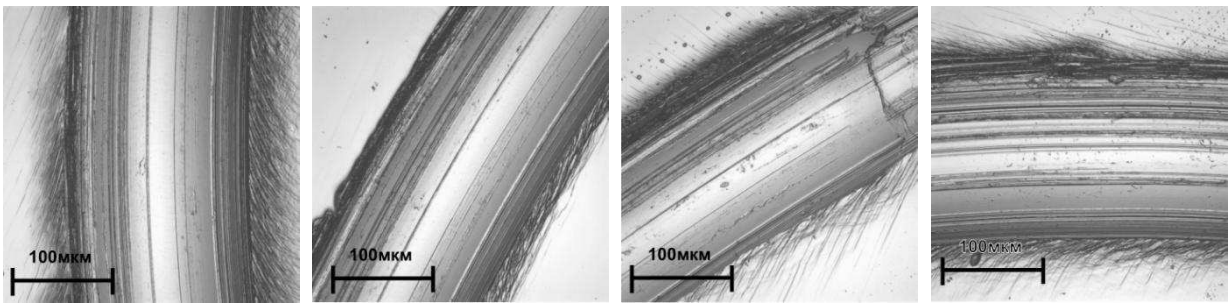


Рисунок 1 - След от индентора после испытания, ориентация элементарной ячейки монокристалла алюминия (в центре); диаграмма: твердость при царапании Hs, МПа (сплошная линия), мощность акустической эмиссии, 10x$P_{АЭ}$, мкВ^2/ом (пунктирная линия).
а, б, в, г – места расположения кадров, приведенных на рисунке 2.

Положение индентора в начальный момент испытания соответствует точке 0 градусов на рис.1. Было произведено два оборота с непрерывной регистрацией АЭ. Диаметр окружности деформированного материала по средней линии составлял 4,35 мм. Линейной скорости перемещения индентора около 41 мм/мин (683 мкм/с). Так же на рис. 1 приведена диаграмма твердости при скрайбировании Hs и мощность АЭ $P_{АЭ}$ в полярных координатах. Хорошо заметна 90-градусная анизотропия, связанная с кристаллографической ориентацией монокристалла, элементарная ячейка приведена в центре рис. 1.

На рис. 2 представлена последовательность из четырех снимков с шагом тридцать градусов полученная с помощью интерферометра Zygo-9100, на которых были обнаружены линии скольжения в области малой деформации. Данные линии скольжения соответствуют четырем кристаллографическим плоскостям {111}, в которых происходит скольжение. По размеру линий скольжения и их удаленности от следа индентора можно судить о легкости скольжения и соответственно о твердости направления скрайбирования. Например, в направлении 330° (рис. 2 б) следы двух плоскостей скольжения практически совпадают с направлением скрайбирования, а две другие – ему перпендикулярны, что существенно ограничивает скольжение и деформацию. То есть это направление является самым твердым. В отличии от направлений 300°, 0°, 30° (рис. 2 а, в, г) которые являются относительно мягкими.



а) 300° б) 330° в) 0° г) 30°

Рисунок 2 - Линии скольжения на поверхности образца в зависимости от направления скрайбирования, расположение снимков на окружности царапания указано на рис. 1.

Данные полученные после обработки сигнала АЭ приведены на рис.3. Это средняя мощности и медианной частоты (частота, делящая площадь под кривой мощности спектральной плотности на две равные части) для скользящего интервала длительностью 100 мс.

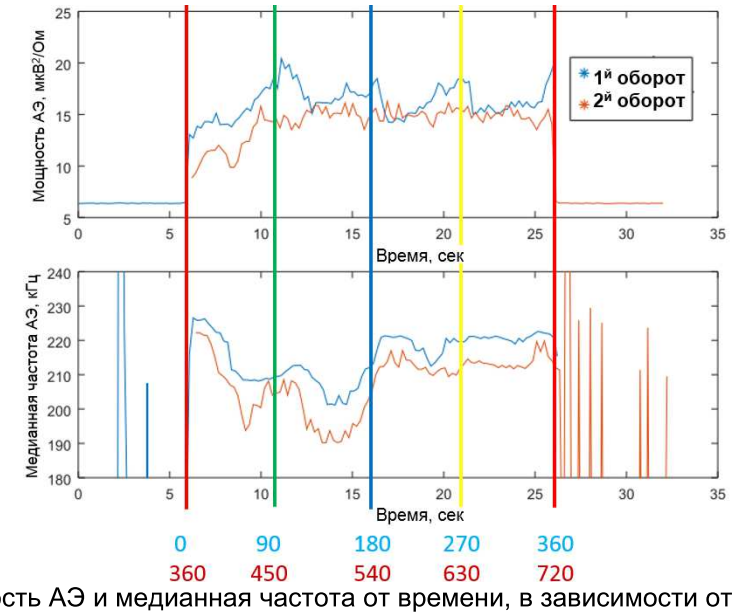


Рисунок 3 - Мощность АЭ и медианная частота от времени, в зависимости от угла поворота.

Из графиков видно, что изменение каждого из параметров АЭ в зависимости от направление скрайбирования на перовом и втором обороте происходит практически параллельно и закономерно с периодичностью 90 градусов. Но при этом точки экстремума первого параметра не совпадают со вторым.

Выводы

В работе показано, что при скрайбировании по кругу монокристалла алюминия с постоянно сменой активных системами скольжения {111}<110> сигнал АЭ и твердость при царапанье изменяется определенным образом в соответствии с выбранным направлением перемещения индентора в ГЦК решётке. То есть анизотропия монокристалла Al хорошо видна как на изменение параметров АЭ так и на полосах скольжения выходящих на поверхность образца и твердости при царапанье в том числе.

Связь между параметрами скольжения (выхода дислокаций на свободную поверхность) и сигналом АЭ еще предстоит изучить, но уже сейчас можно предположить, что в качестве ключевого параметра в такой модели будет выступать фактор Шмида, величина которого определяет значение критического напряжения страгивания дислокаций.

Настоящая работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и образования РФ в рамках проекта по Госзаданию 11.5281.2017/8.9 и 3.3881.2017/4.6

Список литературы

1. Yu.I. Golovin. Physics of the Solid State. (2008), 50(15), pp. 2205-2236, (in Russian) [Ю.И. Головин, Физика твердого тела, 2008, Т. 50. № 12. С. 2205-2236.], Doi:10.1134/S1063783408120019

2. W.C. Oliver, G.M. Pharr, Journal of Material Reserch. (2011), 19(1), pp. 3-20. Doi:10.1557/jmr.2004.19.1.3

3. A. Vinogradov, M. Nadtochiy, S. Hashimoto, S. Miura, Material Transactions. JIM, (1995), 36, pp.496–503. Doi: 10.2320/matertrans1989.36.496

4. C.B. Scruby, H.N.G. Wadley, J.J. Hill, Journal of Physics D: Applied Physics. (1983), 16(6), pp. 1069–1083. Doi: 10.1088/0022-3727/16/6/015

5. D. Merson, M. Nadtochiy, V. Patlan, A. Vinogradov, K. Kitagawa, Materials Science and Engineering A. (1997), 234- 236, pp. 587–590. Doi: 10.1016/S0921-5093(97)00248-7

NANOINDENTATION STUDY OF ZnO, ZnO: In, Zn: Ga SCINTILLATION CERAMICS

Muktepavela F.[1], Maniks J.[1], Zabels R.[1], GorokhovaE.I.[2], Rodnyi P.[3]
[1] *Institute of Solid State Physics, University of Latvia, Riga LV1063, Latvia*
[2]*Scientific and Production Association S.I.Vavilov State Optical Institute.St.Petersburg 192171, Russia*
[3]*Peter the Great St.Petersburg State Polytechnic University, 195251, St-Petersburg,*
famuk@latnet.lv

Motivation

ZnO is a multifunctional material with a wide range of applications. Recently ZnO ceramics based on nanopowders are of special interest for the use as scintillators with high-efficiency [1].The *introduction of donor impurities such as gallium or indium into the composition increase scintillation characteristics of ZnO ceramics* [2]. For perspective technical use of these doped ceramics no less important role is played by the mechanical properties, including the fracture mode, hardness (H, GPa) and modulus of elasticity (E, GPa).
In this research the ZnO undoped and doped with optimal for luminescent properties concentration ZnO: 0.13 wt% In and ZnO: 0.075 wt% Ga ceramics, obtained by hot pressing in vacuum [2] have been investigated.

Experimental

The fracture mode was studied by scanning electron microscopy (SEM). Mechanical properties of ceramics were characterized using nanoindentation method. The data obtained allow not only hardness but also Young's modulus and work of plastic deformation to be derived. The Berkovich diamond indenter (tip radius <20 nm) was used for direct continuous loading and displacement registration. To understand the distribution of In and Ga, topographic measurements of nanohardness were carried out both near the grain boundaries (GBs) and at centers of grain.

Results and discussion

In Fig.1 the data of hardness (a) and elastic modulus (b) *vs* displacement into surface (h,nm) for ZnO undoped ceramics are presented. At h= 100 nm,the hardness value is H= 3.0 GPa and decreases gradually to 2.6 GPa at h= 1μm, that could be connected with the influence of GBs.

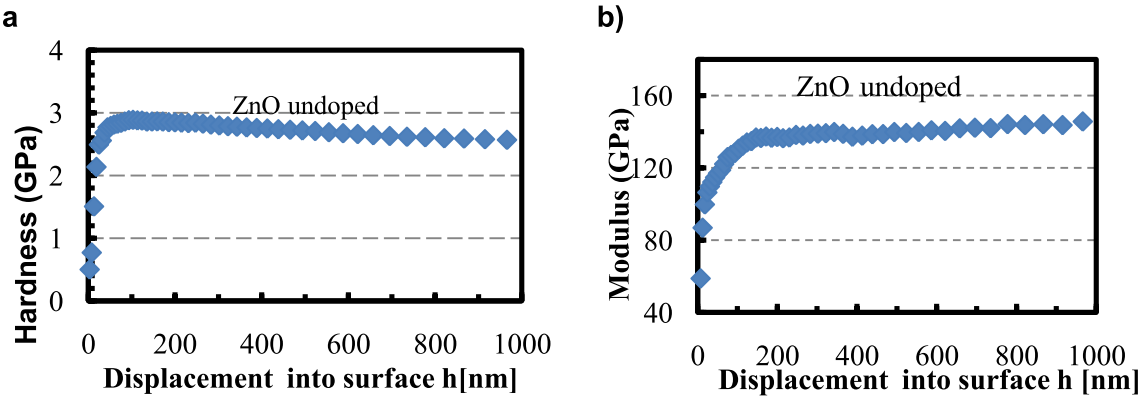


Figure 1 - Hardness (H, GPa) andYoung modulus (E, GPa) of ZnO undoped ceramics.

The effect of boundaries on hardness in ceramics is often associated with the brittle fracture along boundaries. We estimated the ratio of the size of deformation zone around the imprint with the grain size at different indentation depths (h) [3]. As is known, according to the Berkovich hardness, formula H= 2. 092 $\frac{P}{a^2}$, where P –load, a- side of indenter imprint, h is calculated as h= a/7.7. The size of the deformation zone (t) around the imprint we can calculate as t = $n \cdot a$, accepting the coefficient n equal to n=1.5 for oxide systems. As an example, let as consider the hardness of undoped ceramics shown in Fig. 1, that has grain size in range d_g = 8 - 25 μm. At indentation depth h= 100 nm, a= 770 nm, obtained t= 1.1

μm, hence at $h \leq 100$ nm deformation zone is within the grain and the measured hardness (3.0 GPa) corresponds to hardness of a grain. Note that this value is normal for ZnO crystal. In case when the size of deformation zone exceeds the size of grain, the hardness can be affected by properties of GBs.

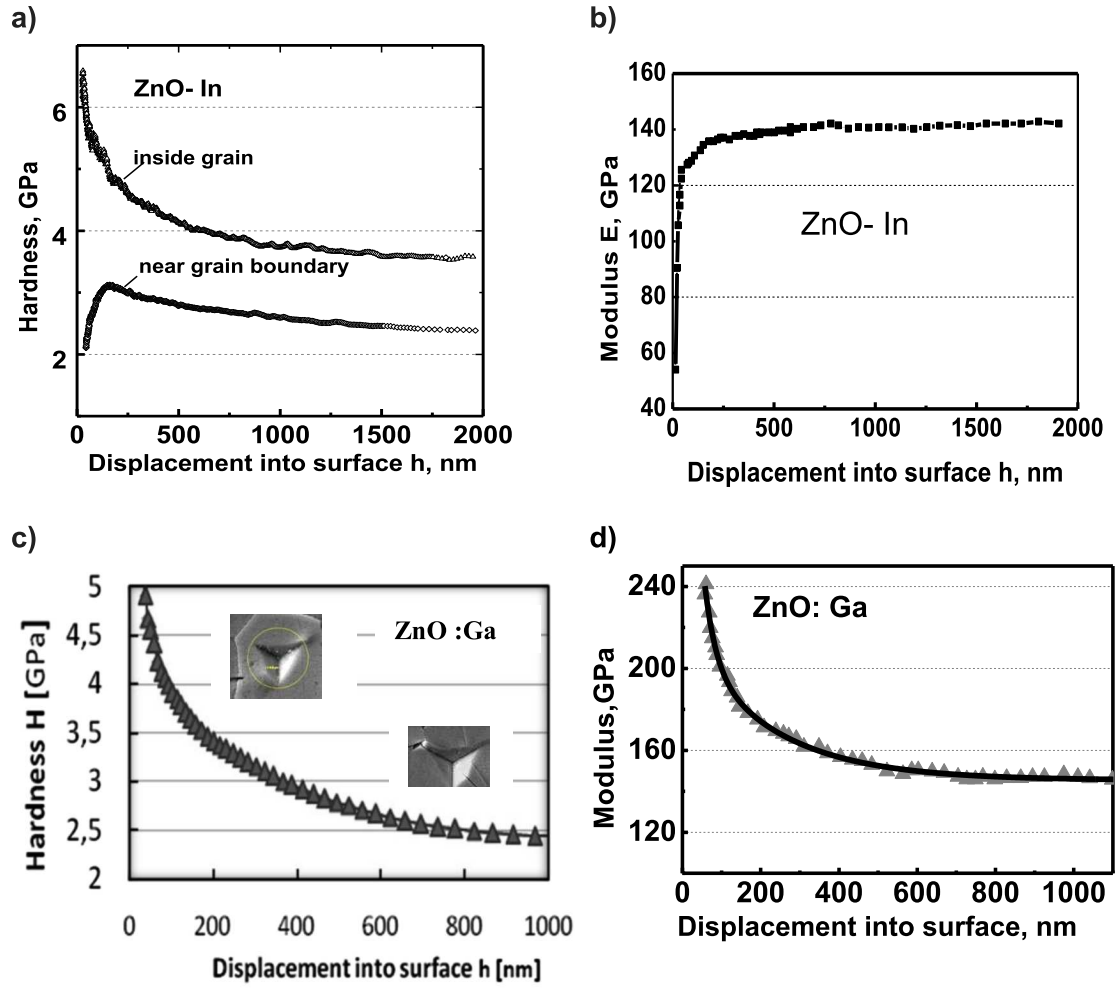


Figure 2 - Hardness H, GPa and Young modulus E, GPa of ZnO-In (a,b) and ZnO-Ga (c,d) ceramics.

.

The results of nanoindentation measurements on ZnO doped ceramics are shown in Fig. 2**.** The nanoindentation on ZnO: In ceramics (Fig. 2 a**)** was carried out both at the centre of the coarse grains and near the GBs, using the technique of topographic indentation ”in situ” in the nanoindenter tester. As follows from Fig. 2 a, an interesting result was obtained: indium additive leads to increase of the hardness inside grains (H= 4.5 GPa at 100 nm and 3.8 GPa at the maximum depth), moreover, enhances indentation plasticity near GBs (H= 2.5 GPa, without brittleness). Analysis of loading curves revealed significant increase of the work of plastic deformation from 81 % for grain to 90.5% near GBs. Obviously indium increases the adhesion on GBs and provides continuity of GBs. As seen from Fig. 2b, in ZnO-Ga ceramics (d_g = 8- 25 μm) the hardness inside grains H= 5 GPa and E= 170 GPa, but in the deformation zone including many grains and sub-grains, the hardness was reduced twice, which is associated with the cracking. Thus, gallium does not strengthen the boundaries, but rather contributes to the brittleness. On the other hand, high values of both hardness and Young's modulus with small indentation depths could indicate the effect of gallium on the structure inside the grain.

Analysis of SEM images of fracture surfaces as an important characteristic for sintered ceramics, confirms mainly the brittle intergranular mode of fracture in the case of undoped ZnO ceramics (Fig. 3a). Fracture of ZnO ceramics doped with In has

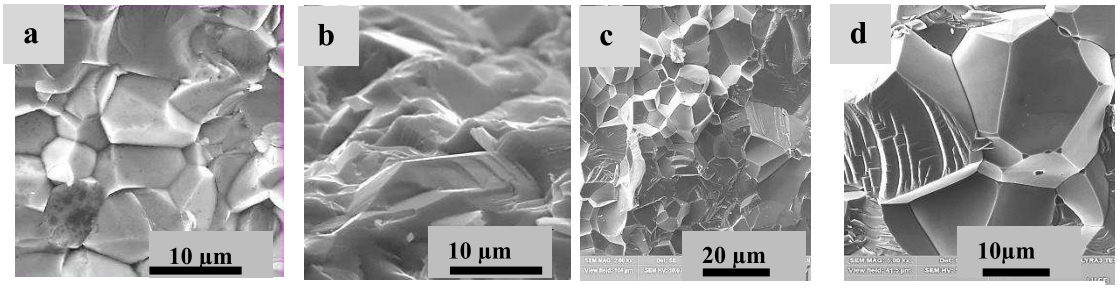


Figure 3 -SEM images of ZnO ceramics fracture: undoped (a), In doped (b) and Ga doped (c,d) ceramics.

transcrystalline character without the presence of substructure and micropores (Fig. 3b). The microstructure of fracture surfaces of ZnO:Ga ceramics has a completely different character compared with In doped ceramics. Fracture demonstrates a brittle intercrystalline mode (Fig. 3c,d). The presence of the substructure and micropores on the GBs is revealed (Fig. 3d).The results of fractographic research are in agreement with the data of nanoindentation for investigated ceramics.

Conclusions

Comparative analysis of the results shows that doping with both indium and gallium has a significant effect on the mechanical properties of ZnO ceramics. However, the mechanisms of action are different. ZnO:Ga ceramics has intergranular brittle fracture mode and low crack resistance (toughness) by nanoindentation. On the contrary, ZnO: In ceramics is characterized by transcrystalline fracture mode, increased of hardness and plasticity near GBs. Results obtained give evidence, that ZnO:In has a greater mechanical stress relaxation potential than ZnO:Ga ceramic, that is very important for the use of ceramics as scintillator.

This work has been supported by the project ERANET RUS_ST#2017-051(Latvia) and #18-52-76002 (Russia).

References.

1. Rodnyi P. A., Chernenko K. A., Gorokhova E. I. et al *IEEE Trans. Nucl. Sci.* (2012), 59(5) 2152–2155.

2. Chernenko K. A., Rodnyi P. et al *IEEE Trans. Nucl. Sci.* (2018) 65, 2196-2202.

3. Muktepavela F., Maniks J. et al Latv. J. Phys. and Tech. Sci. (2018) 55, 6, 35-42.

ВЛИЯНИЕ ТЕКСТУРЫ НА ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ СИСТЕМЫ $xLaAlO_3$-(1-x)$CaTiO_3$

Шепелюк М.Ю., Лобачёв Н.Ю., Близнюк Л.А., Летко А.К., Очков Д.С.
Шепелюк М.Ю. – ПАО "РАДИОФИЗИКА", г. Москва, РФ, shepelukmu@mail.ru
Лобачёв Н.Ю.– ПАО "РАДИОФИЗИКА", г. Москва, РФ, mr.NikitaYurievich@mail.ru
Очков Д.С. – ПАО "РАДИОФИЗИКА", г. Москва, РФ, ochkov@rastr-radio.ru
Близнюк Л.А. – Государственное объединение "Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по материаловедению", г. Минск, Беларусь, luyda@physics.by
Летко А.К. – Государственное объединение "Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по материаловедению", г. Минск, Беларусь

Керамические материалы на основе системы $xLaAlO_3$-(1-x)$CaTiO_3$ широко применяются в технике СВЧ. Микроволновая керамика является функциональным материалом и позволяет создавать широкий спектр СВЧ изделий (диэлектрические резонаторы, микроволновые диэлектрические подложки, элементы ФАР, СВЧ фазовращатели, СВЧ фильтры и др.), благодаря которым снижаются массогабаритные характеристики в 1,5-2 раза, увеличивается срок службы элементов телекоммуникационных систем и аэрокосмической техники [1].

Направление развития керамических материалов для диэлектрических резонаторов - это повышение их добротности, снижение диэлектрических потерь в широком диапазоне СВЧ при сохранении требуемой диэлектрической проницаемости и термостабильности характеристик.

Научная идея исследования заключается в возможности управления электрофизическими свойствами посредством текстурирования керамического материала на основе $LaAlO_3$-$CaTiO_3$, с целью совершенствования структуры и морфологии материала в процессе изготовления керамики. Плотность керамики, относительная диэлектрическая проницаемость, тангенс угла диэлектрических потерь, размер и дисперсия распределения зёрен по размерам являются критическими характеристиками при получении высококачественной функциональной СВЧ керамики.

Данные исследования необходимы для понимания процессов образования микроструктуры и влияния текстуры на формирование диэлектрических свойств с целью управления процессами получения керамики с улучшенными эксплуатационными характеристиками. В настоящее время нет данных по исследованиям корреляции условий текстурообразования с электрофизическими свойствами образцов керамики на основе $LaAlO_3$-$CaTiO_3$.

Для проведения исследований образцы получали в виде резонаторов сложной формы методом горячего литья. Для получения резонаторов был приготовлен шликер на основе порошка керамического материала системы $xLaAlO_3$-(1-x)$CaTiO_3$ [2]. Спекание образцов производилось на воздухе при температурах (1400-1500)^{o}C в течение 10 мин - 1 ч. Охлаждение образцов производилось без заданного режима путем отключения печи от сети питания и путем контролирования скорости остывания печи. Обжиги образцов керамики проводили таким образом, чтобы использовать для формирования текстуры температурный градиент печи.

Рентгеновские исследования, спеченных керамик проводились на аппарате ДРОН-3М в CuK_{α} монохроматическом излучении в диапазоне углов 20-62^{o}.

Наблюдение морфологии поверхности и определение размеров зерен фаз исследуемых керамических материалов осуществлялось с помощью растрового электронного микроскопа марки LEO фирмы «Карл Цейсс».

Измерения диэлектрических параметров (относительной диэлектрической проницаемости и тангенса угла диэлектрических потерь) образцов производились с помощью анализатора импеданса и параметров материалов E4991A (фирма Agilent Technologies) на частоте 1 ГГц.

Было установлено [3], что полученные образцы имеют структуру перовскита с параметром кубической решетки a=3,8252Å и теоретической плотностью $4,547*10^3$кг/м^3. На рисунках 1 и 2 представлены рентгенограммы разных сторон резонаторов, полученных при разных режимах.

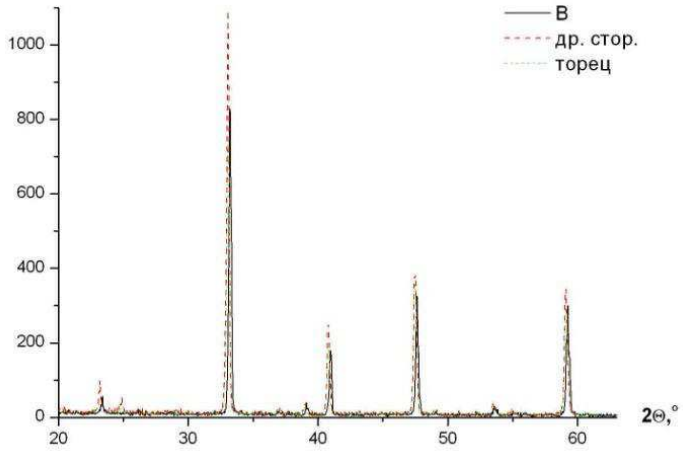


Рисунок 1 - Вид рентгенограмм для образца с текстурой

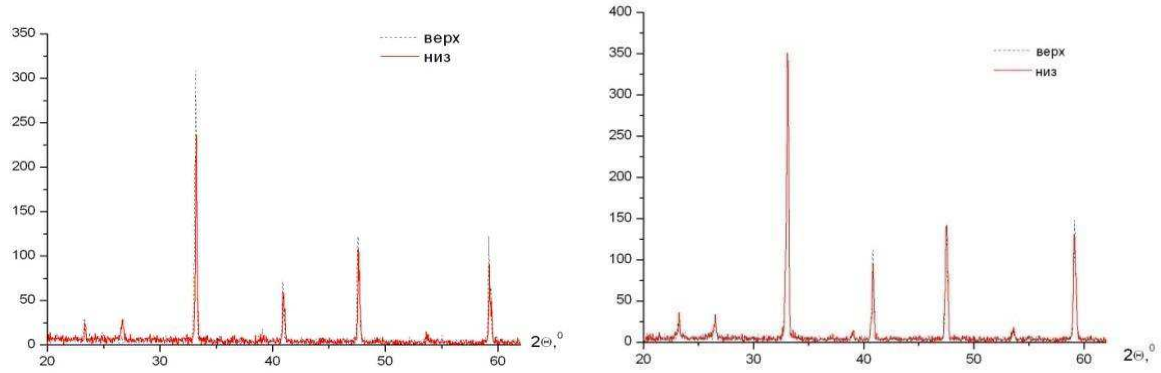
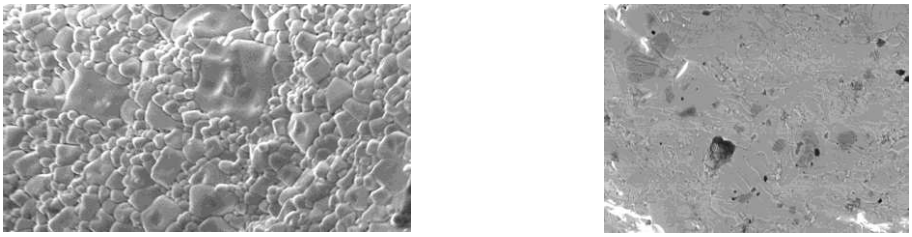


Рисунок 2 - Вид рентгенограмм для образцов: а – с текстурой; б – без текстуры.

В основе исследования текстуры рентгеновским методом было использовано положение, что текстурирование влияет на относительную интенсивность дифракционных максимумов.

Как видно из рис. 1 и 2а, в зависимости от ориентации образца наблюдается изменение относительной интенсивности дифракционных максимумов, из чего можно сделать заключение, что в образцах, полученных при режиме обжига 2, присутствует текстура. В образцах (режим обжига 1) не наблюдается изменение интенсивности дифракционных пиков для разных сторон резонатора.

Микроструктурные исследования показали, что образцы имеют плотноупакованную структуру. Для образцов (рис.3а), в которых присутствует текстура характерно наличие зерен, имеющих форму многогранников размерами 1,0-10,0 мкм. Можно, даже предположить их определенную ориентацию. У образцов без текстуры (рис. 3б) наличие зерновой структуры слабо выражено. Как известно, анизотропность структуры выражается в неоднородности усадки и структурно - механических свойств в различных направлениях. Она объясняется возникновением определенной ориентации частиц не изометрической формы. В процессе обжига, при определенной направленности температурного градиента происходит окончательное формирование текстуры, которая в свою очередь влияет на электрофизические свойства материала.



а б

Рисунок 3 - Микроструктура образцов: а – с текстурой; б – без текстуры. Увеличение - 5000

Исследования диэлектрических параметров показали, что у текстурированных образцов значения относительной диэлектрической проницаемости и тангенс угла диэлектрических потерь на 10-12% выше, чем у образцов без текстуры. Таким образом, можно утверждать, что наличие текстуры влияет на значения диэлектрических параметров улучшая их значения.

Исследования показали, что, используя технологические приемы, можно получать текстурированные образцы. Текстура керамики на основе системы $xLaAlO_3$-$(1-x)CaTiO_3$, улучшает значения диэлектрических параметров материала и позволяет получать образцы, которые обладают более высокими параметрами.

Полученные результаты будут использованы при изготовлении двухрезонаторных моноблоков полосно-пропускающего фильтра (ППФ). Будут исследованы электрические характеристики полосно-пропускающего фильтра: амплитудно-частотные характеристики (АЧХ) и значения коэффициента стоячей волны по напряжению (КСВН). На рисунке 4 представлены возможные варианты реализации ППФ из керамики на основе системы $xLaAlO_3$-$(1-x)CaTiO_3$.



а б в

Рисунок 4 - Варианты реализации ППФ из керамики на основе системы $xLaAlO_3$-$(1-x)CaTiO_3$:
а – полосковые фильтры;
б – на диэлектрических резонаторах;
в – на двухрезонаторных моноблоках.

Литература:

1. Акимов А.И., Близнюк Л.А, Исследование керамических материалов для канальных фильтров СВЧ-диапазона, полученных методом горячего литья//Известия Белорусской инженерной академии –2001-№1(11)/3-С.113-115.

2. Влияние плотности шликера при изготовлении керамического корпуса двухрезонаторного моноблока на электрические характеристики полосно-пропускающего фильтра Н.Ю. Лобачев, Д.С. Очков, М.Ю. Шепелюк, Л.А. Близнюк и др. //Радиолокация и связь, 2017, №23, С.13-17.

3. Акимов А.И., Близнюк. Л.А., Савчук Г.К. Исследование влияния высокого давления на кинетику спекания и субструктурные характеристики керамических материалов на основе алюмината-титаната кальция.//Физика и техника высоких давлений –2001-т.11-№1-с. с.21-27.

УДАРНОЕ И «ПРОДОЛЖЕННОЕ» ПОВРЕЖДЕНИЕ КЕРАМИК ZnS и ZnSe

Кадомцев А.Г. [1], **Дунаев А.А.** [2], **Кириенко М.Ф.** [1], **Синани А.Б.** [1], **Тихонова Л.В.** [1], **Чмель А.Е.** [1], **Щербаков И.П.** [1], **Нарыкова М.В.** [1]
[1]*Физико-технический ин-т им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия*
[2]*Государственный оптический ин-т им. С.И. Вавилова, Санкт-Петербург, Россия*
e-mail: Andrej.Kadomtsev@mail.ioffe.ru

Керамики ZnS и ZnSe применяется для изготовления фокусирующих элементов и защитных окон оптических устройств, устанавливаемых на летательных аппаратах, а также чувствительных устройств различных механических датчиков деформации. Поэтому в настоящей работе было проведено исследование инициации повреждений поверхности изделий из керамики ZnSи ZnSe при точечном силовом воздействии в различных временных режимах. При исследовании динамического нагружения высокопластичных керамик важную роль играет определение перехода от необратимой деформации к разрушению [1].

В настоящей работе тестировались названные керамики, полученные методом химического парового осаждения (chemicalvapordeposition, CVD). Повреждение поверхности образцов, приготовленных в виде дисков, производилось либо ударом падающего груза на установленный на полированной поверхности заостренный боек, либо постепенным внедрением пирамиды Виккерса под нагрузкой 100 MPa либо 200 MPa. В обоих случаях записывались временные серии импульсов АЕ. Для регистрации АЕ на образце мастикой фиксировалась пластинка из высокочувствительной пьезокерамики $Pb(Zr_xTi_{1-x})O_3$. При ударе продолжительность эмиссии звука не превышала 0.5 ms. Временная серия импульсов АЕ при внедрении индентера продолжалась до 100 ms.Сигналы акустической эмиссии подвергались низкочастотной цифровой дискриминации на уровне 100 kHz, чтобы отделить вклад паразитных колебаний элементов экспериментальной установки.

Временные развертки сигналов акустической эмиссии из разрушаемых образцов показаны на рис. 1a, б. Квадрат амплитуды (A^2) в каждом импульса пропорционален энергии (E), выделенной при зарождении микротрещины,

На рис. 1 c, d показаны распределения импульсов АЕ в зависимости от энергии в импульсе (величина A^2 пропорциональна выделенной звуковой энергии E) в эксперименте с ударной нагрузкой. Распределения построены в виде зависимостей $N(E>\varepsilon)$ от ε, где N – число импульсов, энергия которых E выше величины некоторого «порога» ε. Другими словами, параметр ε принимает последовательно значения энергии в зарегистрированных импульсах в интервале от 0 до 0.5 ms (горизонтальная координата), и число импульсов, энергия которых E превышает текущее значение ε, откладывается по вертикальной оси.

Одни и те же данные построены в двух координатах — линейных (рис. 1c) и полулогарифмических (рис. 2d). Можно видеть, что распределение, построенное в линейных координатах, представляют гладкую спадающую функцию, тогда как в полулогарифмических координатах экспериментальные точки укладываются на прямую с наклоном a:

$$\log_{10}N(E>\varepsilon) \propto -a\varepsilon. \qquad (1)$$

Соотношение (1) эквивалентно экспоненциальному закону пуассоновского типа:

$$N(E>\varepsilon) \propto \exp(-a\varepsilon), \qquad (1a)$$

который характерен для случайных событий, возникающих независимо друг от друга.

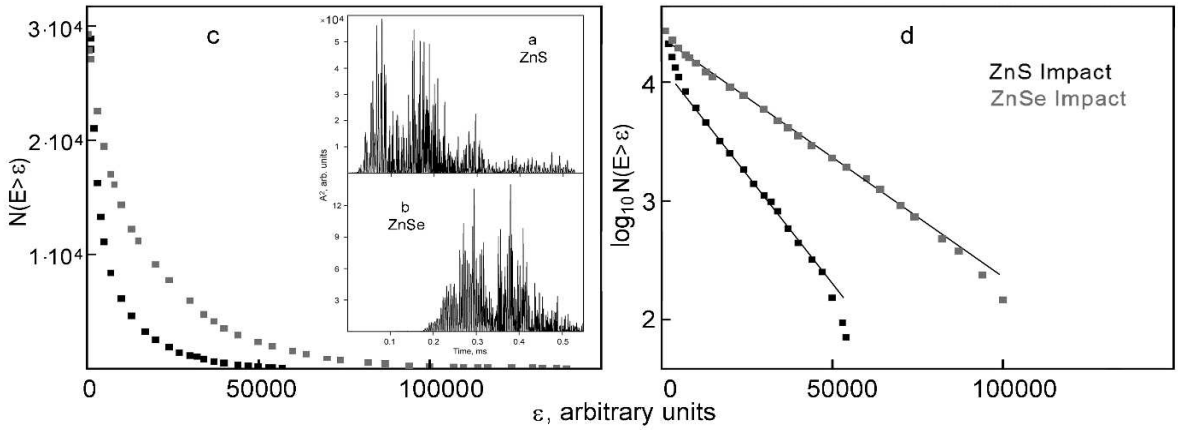


Рисунок 1 - Временные серии импульсов АЕ (квадрат амплитуды), возбужденные ударом в керамиках ZnS (a) и ZnSe (b);c, d– число импульсов, энергия которых превышает величину, указанную на соответствующей точке абсциссы; c – линейные координаты; d – полулогарифмические координаты (линейная шкала вдоль горизонтальной оси). Прямые линии на графиках (d) отвечают экспоненциальному закону (1a).

Временные серии АЕ, возбужденные внедрением пирамиды Виккерса (рис. 2), имели длительность, почти на три порядка величины превышающую время излучения звука при ударной нагрузке (рис. 1). Распределение энергии во временных сериях АЕ, возбужденных внедрением пирамиды Виккерса, показано на рис. 2 для двух приложенных нагрузок.

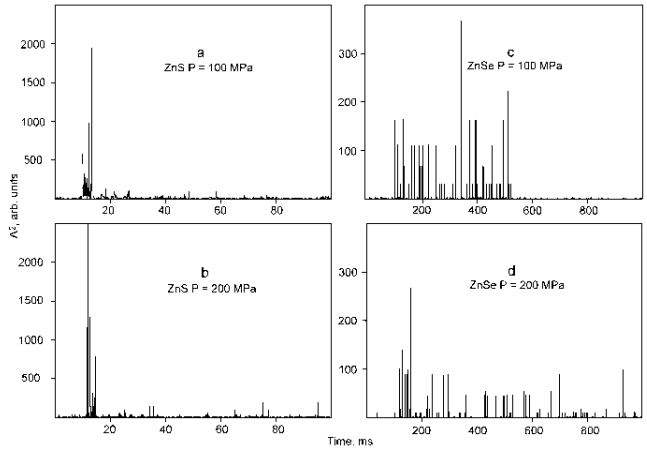


Рисунок 2 - Временные серии импульсов АЕ, возбужденные в керамиках ZnS (a, b) и ZnSe (c, d) при индентированиис нагрузкой P = 100 MPa (a, c) и 200 MPa (b, d).

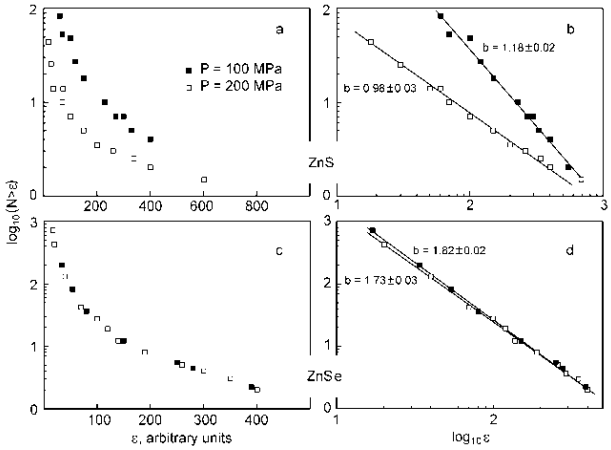


Рисунок 3 - Опыт с индентированием. Показано число импульсов, энергия которых превышает величину, указанную на соответствующей точке абсциссы; a, c – полулогарифмические координаты; b, d – двойные логарифмические координаты. Прямые линия на графике (b) отвечает степенному закону (2a).

Как и в случае ударной нагрузки, одни и те же экспериментальные распределения представлены в двух различных координатах. Однако в этом случае полулогарифмические координаты (рис. 2a, b) были дополнены двойными логарифмическими координатами (рис. 2c, d). Можно видеть, что распределения $N(E>\varepsilon)$ versus ε, построенные в полулогарифмической шкале, не имеют log-линейных участков. Следовательно, процесс накопления повреждений не следует случайному (экспоненциальному) закону, как это имело место при ударном нагружении. При этом распределения представляют log-линейные зависимости в двойных логарифмических координатах:

$$\log_{10}(E>\varepsilon) \propto -b\log_{10}(\varepsilon), \qquad (2)$$

причем наклон прямых b уменьшается при увеличении нагрузки на индентер.

Параметр b характеризует относительный вклад «больших» и «малых» событий в общее распределение энергий. Чем ниже b, тем больше крупных событий формирует распределение$N(E>\varepsilon)$ versusε. Например, на рис. 3b наклон прямых, отвечающих нагрузке 200 MPa, превышает таковой при 100 MPa, то есть увеличение давления индентера ведет к появлению более крупных трещин.

Освобождаясь от логарифмов в соотношении (2), получаем распределение энергий в импульсах AE в форме степенного закона:

$$N(E>\varepsilon) \propto \varepsilon^{-b}. \quad (2a)$$

В отличие от быстро спадающей экспоненциальной функции, степенной закон указывает на дальние взаимодействия между элементами структуры / событиями, что исключает случайное накопление дефектов.

Для объяснения очевидного различия микромеханических процессов при ударном или «продолжанном» нагружением образцов пирамидой Виккерса, следует принять во внимание поведение дислокаций в кристаллах пластичного материала при различных режимах нагружения. Кратковременный удар вызывает скольжение одиночных дислокаций без их эффективного взаимодействия. Напротив, при «продолженном» силовом воздействии со стороны индентера возникает кооперативное движение дислокаций как неравновесной диссипативной системы, и их самоорганизация в скопления [2]. Скопления и кластеры дислокаций представляют «слабые места» для зарождения трещин [3]. Таким образом, зависимая от режима нагружения степень дальнодействия в ансамбле дислокаций управляет характером накопления трещин (случайного или коррелированного).

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 18-08-00359 а).

Список литературы

[1] *Савельева Н.В., Баяндин Ю.В., Савиных А.С., Гаркушин Г.В. Ляпунова Е.А., Разоренов С.В. Наймарк О.Б.* // ПисьмавЖТФ. 2015. Т. 41. С. 32.

[2] *Малыгин Г.А.* // УФН.1999. Т. 169. С. 979–1010.

[3] *Тюлин Ю.И.* //Дисс. д-ра техн. наук. Тамбов 2004.

ИССЛЕДОВАНИЕ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОГО ПОВЕДЕНИЯ СВЕРХУПРУГИХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ Ti-Zr В МОДЕЛЬНОМ ФИЗИОЛОГИЧЕСКОМ РАСТВОРЕ

Теплякова Т.О., Жукова Ю.С., Коробкова А.А., Подгорный Д.А.
НИТУ «МИСиС», Москва, Россия
t.teplyakova95@mail.ru, yulia.s.zhukova@gmail.com, nastyakorobkova@gmail.com, podgorny_d@misis.ru

Одними из наиболее распространенных материалов, применяемых в качестве медицинских имплантатов, являются сплавы на основе титана. Преимущество данных материалов состоит в том, что они обладают сравнительно малой плотностью, высокой прочностью и коррозионной стойкостью, а также могут проявлять улучшенную биомеханическую совместимость с костной тканью за счет эффекта сверхупругости. На данный момент перспективным является изучение сплавов систем Ti-Zr-Nb и Ti-Zr-Nb-Ta, обладающих сверхупругими свойствами и состоящих только из биосовместимых компонентов. Так как имплантаты весь срок службы проводят в агрессивных средах человеческого организма, важным является способность материала к защите от их негативного воздействия. В связи с этим, необходимо изучить электрохимическое поведение данных сплавов в физиологических растворах, имитирующих эти среды, а также исследовать изменение элементного состава в приповерхностной области после воздействия соответствующих биологических жидкостей или их имитаций.

В данной работе получены сплавы составов Ti-18Zr-14Nb, Ti-18Zr-14Nb-4Ta, Ti-30Zr-12Nb методом вакуумно-дугового переплава и последующей гомогенизацией при температуре 900 °С в течение 60 минут в атмосфере аргона и закалкой в воду. Изменение потенциала свободной коррозии производилось в трехэлектродной ячейке при помощи потенциостата IPC Pro MF (Volta Co, Россия) в растворе Хэнкса (состав (г/л): 8 NaCl, 0.4 KCl, 0.12 $Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$, 0.06 KH_2PO_4, 0.2 $MgSO_4 \cdot 7H_2O$, 0.35 $NaHCO_3$, 0.14 $CaCl_2$, H_2O (до 1 л раствора); pH 7.4) при температуре 37 °С. В качестве электрода сравнения использовался насыщенный хлорид-серебряный электрод. Исследование элементного состава поверхности образцов проводилось методом электронной оже-спектроскопии на установке PHI-680 Physical Electronics в сочетании с ионным травлением (скорость травления 5 нм/мин) до и после экспозиции образцов исследуемых сплавов в растворе Хэнкса в течение 7 суток.

Получены хронопотенциограммы сплавов (рисунок 1), по которым было установлено, что потенциалы свободной коррозии сплавов значительно смещаются в положительную сторону, что свидетельствует о склонности материала к пассивации и соответственно формированию на поверхности сплавов защитных оксидных пленок.

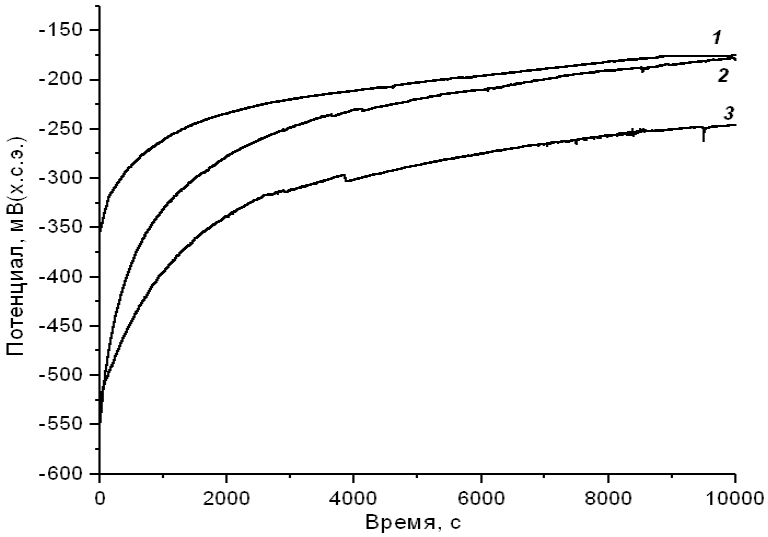


Рисунок 1 – Хронопотенциограммы сплавов Ti-18Zr-14Nb (1), Ti-30Zr-12Nb (2), Ti-18Zr-14Nb-4Ta (3)

Значения стационарного потенциала для трехкомпонентных сплавов близки и составляют около –180 мВ, в то время как для четырехкомпонентного сплава он значительно ниже (–250 мВ). С одной стороны, это указывает на несколько пониженную термодинамическую стабильность сплава Ti-18Zr-14Nb-4Ta в модельном растворе по сравнению со сплавами Ti-Zr-Nb, но, с другой стороны, более низкое значение потенциала должно благоприятствовать осаждению положительно заряженных ионов (Ca, P), тем самым способствуя интеграции имплантата в окружающие ткани.

По результатам анализа элементного состава поверхности исследуемых образцов было обнаружено, что в сплавах без обработки в растворе Хэнкса отсутствуют примеси, а на поверхности образцов после обработки – компоненты этого раствора (Ca, Na). Для очистки поверхности от загрязнения и получения профилей распределения элементов по глубине было использовано ионное травление. После ионного травления на поверхности присутствовали только основные компоненты сплава. Оценка толщины оксидной пленки осуществлялась на основании анализа профилей распределения кислорода по глубине для каждого образца. Значение глубины оксидной пленки соответствует точке перегиба на профиле распределения кислорода по глубине; типичные кривые приведены на рисунке 2.

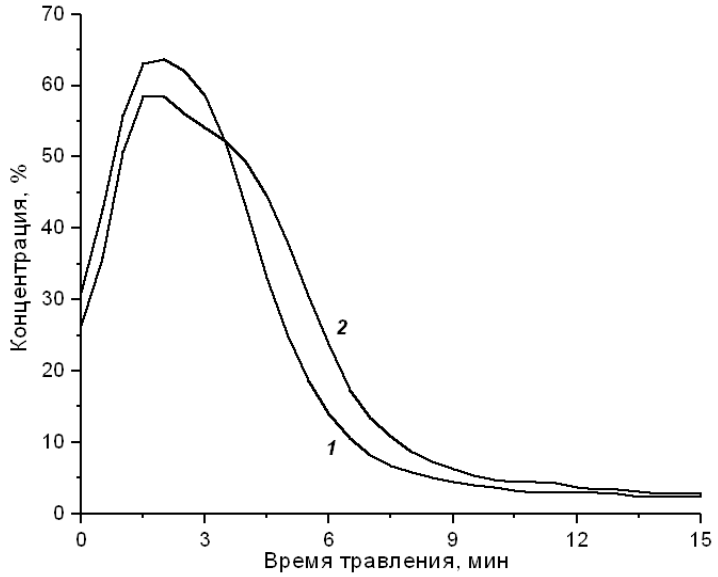


Рисунок 2 – Профили распределения кислорода по глубине для сплава Ti-30Zr-12Nb до (1) и после (2) экспозиции в растворе Хэнкса в течение 7 суток

Полученные значения показали, что при экспозиции в растворе Хэнкса происходит окисление образцов, по сравнению с образцами в исходном состоянии – увеличивается толщина оксидной пленки. Для сплавов Ti-18Zr-14Nb и Ti-30Zr-12Nb оксидная пленка увеличилась на 4 нм и 6 нм, соответственно. Исключение составил сплав Ti-18Zr-14Nb-4Ta, для которого в обоих состояниях толщина пленки изменилась незначительно (порядка 1 нм), что может указывать на устойчивость этого материала к воздействию раствора Хэнкса, по сравнению с другими сплавами.

Проанализировав и обработав полученные результаты, можно сделать вывод, что все сплавы склонны к пассивации в физиологическом растворе, которая сопровождается образованием защитных оксидных пленок. Методом электронной оже-спектроскопии, было выявлено, что самой тонкой оксидной пленкой обладает сплав Ti-18Zr-14Nb-4Ta, а также было замечено, что экспозиция в растворе Хэнкса сильнее повлияла на толщину оксидной пленки на образцах сплавов Ti-18Zr-14Nb и Ti-30Zr-12Nb.

ПОЛУЧЕНИЕ, ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ РЕЖИМОВ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ И КОРРОЗИОННО-ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЕ ПОВЕДЕНИЕ БИОРЕЗОРБИРУЕМЫХ СПЛАВОВ МЕДИЦИНСКОГО НАЗНАЧЕНИЯ С ЭФФЕКТОМ ПАМЯТИ ФОРМЫ НА ОСНОВЕ СИСТЕМЫ FE-MN

Кадиров П.О., Жукова Ю.С., Дубинский С.М., Пустов Ю.А., Прокошкин С.Д.
НИТУ «МИСиС», Москва, Россия
Pulat_1993-2009@mail.ru, yulia.s.zhukova@gmail.com, sdubinskiy@gmail.com, pustov@misis.ru, prokoshkin@tmo.misis.ru

В настоящее время основными материалами, имплантируемыми в организм человека, а именно в костную ткань, с целью замещения или восстановления поврежденных органов, являются биоинертные металлические сплавы, такие как титан и сплавы на его основе. Данные материалы, помимо высокой биосовместимостью с костной тканью, обладают высокой механической прочностью и эффектом памяти формы. Несмотря на все положительные свойства в последнее время появляются работы, указывающие на необходимость удаления имплантатов из организма человека, после достижения необходимого результата. Одними из главных причин являются ограничение роста кости и появление аллергических реакций. В связи с этим начинают появляться новые методы остеосинтеза с использованием биорезорбируемых материалов. Данные имплантаты способствуют регенерации кости, постепенно растворяясь в биологических жидкостях человека. Такими свойствами обладают сплавы на основе системы Fe-Mn.

Целью настоящей работы являлось получение сплавов медицинского направления системы Fe-Mn, легированных кремнием, проявляющие эффект памяти формы за счет обратимого мартенситного превращения γ↔ε, исследование их структуры и механических свойств после различных режимов термомеханической обработки, и электрохимическое поведение в растворе, моделирующем жидкую составляющую костной ткани организма человека.

Слитки Fe-30Mn-5Si (%, масс.) выплавлены методом вакуумно-дугового переплава с нерасходуемым вольфрамовым электродом. Для получения качественных слитков необходимо проводить 4-5 переплавов исходных шихтовых материалов, с последующим гомогенизационным отжигом при 900 °С, в течение 60 минут. Сплав Fe-30Mn-5Si был исследован в нескольких режимах: в исходном состоянии после гомогенизационного отжига; после горячей прокатки при 600 и 800°С, со степенью деформации e=0,3 и после холодной прокатки, со степенью деформации e=0,3, с постдеформационным отжигом при 500 и 600 °С.

Посредством механических испытаний на растяжения получен модуль Юнга для всех исследованных сплавов. Показано, что после термомеханической обработки наблюдается снижение модуля Юнга, в то время как предел текучести увеличивается почти в два раза, по сравнению со сплавом Fe-30Mn-5Si после гомогенизационного отжига. Установлено, что с увеличением температуры горячей прокатки наблюдается снижение модуля Юнга. Аналогично, увеличение температуры постдеформационного отжига после холодной прокатки также приводит к уменьшению модуля Юнга. Данные результаты свидетельствуют о том, что исследуемые материалы отлично проявляют биомеханическую совместимость.

Методом рентгенографического анализа установлено, что основным изменением структуры после горячей прокатки, по сравнению с исходным состоянием, является отсутствие α-фазы. В свою очередь, после холодной прокатки с различными температурами постдеформационного отжига, наблюдается уменьшение ширины линий, что указывает на менее деформированную структуру.

Методом хронопотенциометрии установлено, что в процессе экспозиции в модельном растворе Хэнка для сплава Fe-30Mn-5Si в исходном состоянии после гомогенизационного отжига наблюдается снижение электродного потенциала. По сравнению с чистым железом сплавы системы Fe-Mn обладают более низкими значениями стационарного потенциала.

Методом потенциодинамической вольтамперометрии установлено, что сплавы при анодной поляризации растворяются в активном режиме, что указывает на их перспективность как биорезорбируемых материалов. Был произведен расчет скорости коррозии методом экстраполяции поляризационных кривых. Наивысшей скоростью коррозии обладает сплав после горячей прокатки при 800 °С, который продемонстрировал увеличение скорости коррозии, по сравнению с исходным состоянием, почти в два раза. Сплав после горячей прокатки при 600 °С, показал схожую скорость коррозии с исходным состоянием. Однако, в сплавах после холодной прокатки, наблюдается снижение скорости коррозии.

В целом можно заключить, что сплав Fe-30Mn-5Si после горячей прокатки при 800 °С со степенью деформации e=0.3, демонстрирует улучшение механических свойств и увеличение скорости коррозии по сравнению с исходным состоянием, в связи с чем можно сделать вывод, что данный сплав является наиболее перспективным для использования в качестве биорезорбируемого материала.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ РКУП В КВАЗИНЕПРЕРЫВНОМ РЕЖИМЕ ПРИ ПОНИЖЕННЫХ ТЕМПЕРАТУРАХ ДЕФОРМАЦИИ

Карелин Р.Д.[1,2], Хмелевская И.Ю.[1], Прокошкин С.Д.[1], Андреев В.А.[2,3], Комаров В.С.[1], Юсупов В.С.[2], Перкас М.М.[2], Просвирнин В.В.[2], Шелест А.Е.[2]

[1]*Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия*

[2]*Институт металлургии и материаловедения РАН, Москва, Россия*

[3]*ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ», Москва, Россия*

RDKarelin@gmail.com

В данной работе исследовали возможность проведения равноканального углового прессования (РКУП) околоэквиатомных сплавов с памятью формы (СПФ) на основе никелида титана при пониженных (вплоть до комнатной) температурах деформации. Хорошо известно, что применение РКУП в цикле термомеханической обработки (ТМО) позволяет значительно улучшить комплекс механических и функциональных свойств данной группы сплавов за счет интенсивного измельчения структуры. Также хорошо известно, что наилучший комплекс свойств в СПФ Ti-Ni может быть получен путем формирования полностью нанокристаллической структуры [1].

С помощью применения РКУП в классическом режиме (с паузами и подогревами заготовки между проходами) с различным соотношением угла пересечения каналов и температуры прессования в данных сплавах удавалось сформировать только субмикрокристаллическую структуру [2-4]. В свою очередь, в ранее проведенных исследованиях было показано, что применение РКУП в квазинепрерывном режиме с углом пересечения каналов 120 градусов при температуре 400 ºС за 5-7 проходов позволяет в заготовке диаметром 20 мм получить смешанную нанокристаллическую и наносубзеренную структуру. Однако, несмотря на большую долю зерен/субзерен размером менее 100 нм, средний размер структурных элементов после применения данного режима ТМО остался выше 100 нм (107±5 нм) [5]. Проведение РКУП в квазинепрерывном режиме при пониженной до 350 ºС температуре деформации привело к разрушению заготовки уже после третьего прохода. При этом, данная обработка не позволила сформировать уровень свойств, полученный ранее после квазинепрерывного РКУП при 400 ºС. Следовательно, для дальнейшего успешного понижения температуры деформации с целью дополнительного измельчения структуры необходимо изменить условия напряженно-деформированного состояния заготовки в процессе прессования с целью обеспечения достаточной технологической пластичности никелида титана.

В работах зарубежных авторов имеется опыт успешного проведения РКУП с углом пересечения каналов 90 градусов при комнатной температуре с использованием стальной оболочки. Диаметр заготовки из никелида титана при прессовании составлял 2-5 мм, длина 40 мм, при диаметре оболочки 20-30 мм и длине 50 мм. Следует отметить, что твердость заготовок после прессования составила в среднем 400 ед. HV [6]. Это говорит о перспективности применения РКУП в оболочке для получения повышенного комплекса свойств, в частности прочностных. Однако для дальнейшего использования образца, получаемого после РКУП в оболочке, например для производства длинномерных полуфабрикатов методом ротационной ковки, или в качестве уже готовой заготовки для производства небольших изделий из никелида титана технического или медицинского назначения, необходимо увеличивать, как длину, так и диаметр образца.

Исходя из вышеизложенного в данной работе была предпринята попытка проведения РКУП сплава Ti-50.0 ат. % Ni в стальной оболочке. В качестве оболочки использовали ст.3, диаметр оболочки составлял 20 мм, длина 105 мм, диаметр образца составлял 12 мм, длина 95 мм, угол пересечения каналов составлял 120 градусов. Прессование проводили по 3 режимам. По первому режиму образец нагревали до температуры 350 ºС в муфельной печи, после чего его переносили в контейнер и осуществляли прессование, температура контейнера также составляла 350 ºС. По второму режиму образец без предварительного нагрева в печи помещали в контейнер, нагретый до

температуры 330 ºС, и проводили прессование. По третьему режиму образец без предварительного нагрева в печи помещали в холодный контейнер (комнатной температуры) и проводили прессование. Для каждого из режимов удалось выполнить всего один проход. После первого и второго режимов РКУП образцы из никелида титана удалось успешно продеформировать, однако произошло разрушение оболочки. После применения третьего режима прессования при комнатной температуре образец разрушился вместе с оболочкой. При этом разрушение происходило после некоторой накопленной степени деформации, поскольку образец разрушилась на 4 примерно равные по длине части. В результате проведения данных экспериментов стала очевидной необходимость подбора другого материала оболочки, способного обеспечить возможность проведения более одного прохода РКУП. В этой связи следующий эксперимент был проведен с использованием оболочки из чистого железа. Кроме того, из-за риска разрушения пуансона при проведении РКУП, длину оболочки уменьшили до 95 мм, а длину заготовки до 85 мм. Другие параметры эксперимента оставили без изменений. В результате при комнатной температуре удалось осуществить один и два прохода без разрушения оболочки. Тем не менее, образцы в обоих случаях разрушились, что свидетельствует о недостаточной пластичности никелида титана при заданных параметрах эксперимента. На данный момент ведутся работы по поиску оптимального соотношения размеров образца и оболочки, а также температуры деформации, необходимых для успешного прессования никелида титана при пониженных температурах с целью формирования полностью нанокристаллической структуры в объемных образцах СПФ Ti-Ni.

Список литературы

1 Brailovski V., Prokoshkin S., Khmelevskaya I., Inaekyan K., Demers V., Dobatkin S., Tatyanin E. Mater. Trans. 47 (2006) 795-804.

2 Stolyarov V. V., Prokof'ev E. A., Prokoshkin S. D., Dobatkin S. V., Trubitsyna I. B., Khmelevskaya I. Yu., Pushin V. G., and Valiev R. Z. Phys. Met. Metallogr. (2005), 100, 608–612.

3 Pushin V. G., Valiev R. Z., Zhu Y. T., Prokoshkin S. D., Gunderov D. V., and Yurchenko L. I., Mater. Sci. Forum 503–504 (2006) 539–544.

4 Khmelevskaya I. Y., Prokoshkin S. D., Trubitsyna I. B., Belousov M. N. Dobatkin S. V., Tatyanin E. V., Korotitskiy A.V., Brailovski V., Stolyarov V.V., Prokofiev E. A. Mater. Sci. and Eng. 481 (2008) 119-122.

5 Khmelevskaya I.Y., Karelin R.D, Prokoshkin S.D., Andreev V.A., Yusupov V.S., Perkas M.M., Prosvirnin V.V., Shelest A.E., Komarov V.S. Phys. Met. Metallogr. 118 (2017) 279–287.

6 Shahmir H., Nili-Ahmadabadi M., Nili-Ahmadabadi M., Langdom G. T., Mater. Sci. Eng., A 576 (2013) 178–184.

ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ РОТАЦИОННОЙ КОВКИ В СХЕМЕ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА СПЛАВА Ti-18Zr-14Nb (В АТ. %)

Кудряшова А.А.[1], Шереметьев В.А.[1], Лукашевич К.Е.[1], Галкин С.П.[1], Прокошкин С.Д.[1], Браиловский В.[2]
[1]НИТУ «МИСиС» (Москва, Россия)
[2]Ecole de Technologie superieure (Монреаль, Канада)
kudryashova@misis.ru

Получение высококачественных длинномерных прутковых заготовок для изготовления ортопедических имплантатов является актуальной задачей медицинского металловедения. К материалу имплантата предъявляются требования по биохимической и биомеханической совместимости с костной тканью. Входящие в сплав компоненты не должны вызывать отрицательной реакции организма человека. Необходима близость механических характеристик материала имплантата к характеристикам костной ткани, а также желательно подобие их поведения во время деформации. Металлический материал, проявляющий низкое значением модуля Юнга (40 – 60 ГПа) и сверхупругое поведение, близкое к поведению костной ткани, будет обладать повышенной биомеханической совместимостью. Безникелевые сплавы с памятью формы (СПФ) на основе системы Ti-Zr-Nb демонстрируют сочетание вышеперечисленных характеристик [1].

Методами термомеханической обработки (ТМО) возможно эффективное управление структурой и функциональными свойствами СПФ. Радиально-сдвиговая прокатка (РСП), как один из инструментов ТМО, эффективна при производстве круглого сортового проката, прутков и заготовок, преимущественно из легированных металлов и сплавов. Применение РСП способствует формированию уникального структурного строения металла путем глубокой проработки его структуры в длинномерных объемах [2]. В результате последующей ротационной ковки (РК) возможно получение прутков диаметром 3…8 мм (что соответствует размерному ряду прутков, необходимых при производстве имплантатов) с дополнительным выравниваем структуры по размеру зерна металла по поперечному сечению [3]. Благодаря наличию в обжимных машинах двух и более кривошипно-шатунных механизмов, равномерно расположенных по периферии механизма обжатия, заготовка обрабатывается одновременно со всех сторон [4].

В данной работе слиток сплава Ti-18Zr-14Nb (в ат. %) (TZN) диаметром 50 мм, длиной 660 мм и массой около 10 кг был выплавлен методом вакуумной индукционной плавки в компании «Flowserve Corporation» (США). Полученный слиток подвергался горячему изостатическому прессованию при температуре 900 °С и давлении 100 МПа в течении 2 часов. После обработки в газостате и охлаждения на воздухе, проводилась обточка слитка до ø 44,9 мм. Радиально-сдвиговая прокатка слитков ø 44,9 мм до прутка ø 12,7 мм осуществлялась в условиях НПЦ ОМД НИТУ «МИСиС» на мини-станах 14-40 и 10-30. Полученные прутки подвергались ротационной ковке до ø 7,2 мм.

В работе [3] показано, что сочетание методов высокотемпературной термомеханической обработки способствует формированию структуры прутка с однородным по сечению размером зерна.

Для оценки влияния температуры горячей ковки на структуру и свойства материала, проведена дополнительная ТМО по четырем схемам:

1. РК при температуре 600 °С (РК600). Ротационная ковка прутка производилась до ø 2,4 мм за 13 проходов. После каждого прохода пруток помещался в печь с температурой 600 °С для замены бойков под очередное обжатие.

2. РК при температуре 600 °С с последующей РК при комнатной температуре и последеформационный отжиг при температурах от 500 до 700 °С (РК600+ХРК+ПДО500-700). Ротационная ковка прутка производилась до ø 3,2 мм за 8 проходов при температуре 600 °С, затем до ø 2,5 мм за 5 проходов при комнатной температуре.

3. РК при температуре 800 °С (РК800). Ротационная ковка прутка производилась до ø 2,4 мм за 11 проходов. После каждого прохода пруток помещался в печь с температурой 800 °С для замены бойков под очередное обжатие.

4. РК при температуре 800 °С с последующей РК при комнатной температуре (РК800+ХРК+ПДО500-700) и последеформационный отжиг при температурах от 500 до 700 °С. Ротационная ковка прутка производилась до ø 3,3 мм за 8 проходов при температуре 800 °С, затем до ø 2,5 мм за 3 прохода при комнатной температуре.

Структуру полученных прутков исследовали методами световой микроскопии и рентгеноструктурного анализа. Статические испытания на растяжение проводили на образцах прямоугольного сечения размерами 1×1,5×80 мм с длиной рабочей части 50 мм при комнатной температуре на испытательной машине *«MTS MiniBionix 858»* по схеме «деформация растяжением до разрушения». Функциональные испытания на сверхупругость проводили по схеме «нагружение образца до 0,5% деформации в первом цикле с увеличением нагрузки в каждом последующем цикле на 0,5% до величины деформации 6%».

После горячей РК зеренная структура однородна по сечению прутка. Она представляет собой смесь равноосных зерен со средним размером 8 мкм после РК600 (рисунок 1а) и 24 мкм после РК800 (рисунок 1в). Последующая холодная РК способствует тому, что зерна вытягиваются в направлении прокатки. Средний размер зерна в двух измерениях (в направлении прокатки и перпендикулярно направлению прокатки) составляет 11×7 мкм после РК600+ХРК (рисунок 1б) и 56×33 мкм после РК800+ХРК (рисунок 1г).

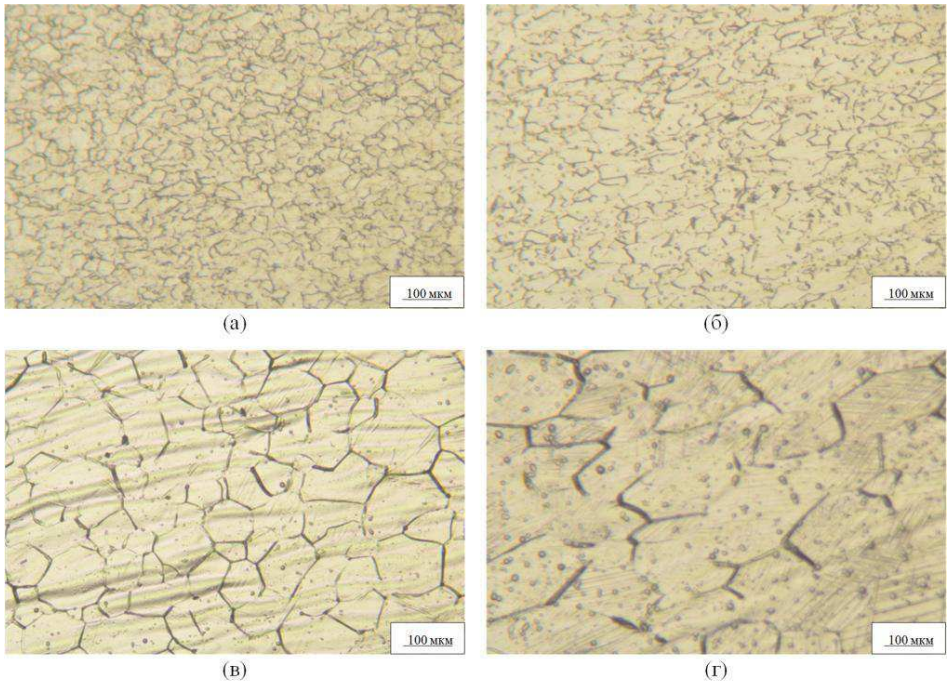


Рисунок 1 - Структура прутка после РК800 (а), РК800+ХРК (б), РК800 (в) и РК800+ХРК (г)

По полученным диаграммам деформации растяжением до разрушения определили условный модуль Юнга *E,* удлинение до разрыва *δ*, предел текучести $\sigma_{0,2}$ и предел прочности $\sigma_в$ (табл.1). Статические испытания на растяжение до разрушения показали, что после РК при 600 °С сплав Ti-Nb-Zr находится в наиболее упрочненном состоянии ($\sigma_в$=738 МПа). Минимальной величиной модуля Юнга и максимальной пластичностью (Е=31 ГПа, δ=11 %) отличается образец сплава после РК800+ХРК+ПДО525. Минимальные пластичность и прочность, а также максимальную величину модуля Юнга (δ=4 %, $\sigma_{в=}$582 МПа, Е=45 ГПа) сплав проявляет после РК при 800 °С. При РК800+ХРК+ПДО500 уровень предела текучести выше, чем при других обработках. Для количественной оценки сверхупругости по диаграммам деформации,

полученным в результате функциональных испытаний, была измерена величина обратимой деформации деформация (ε_r^{max}) в каждом цикле [5]. Максимальное значение ε_r^{max} наблюдали после РК600+ХРК+ПДО525.

Таблица 1 - Механические свойства сплава Ti-Zr-Nb после различных режимов термообработки

Режим обработки	*E, ГПа*	*δ, %*	$\sigma_{0,2}$, *МПа*	$\sigma_в$, *МПа*	ε_r^{max}, *%*
РК600	45	7	442	738	1,0
РК600+ХРК+ ПДО500	41	6	440	722	2,9
РК600+ХРК+ПДО525	37	10	279	636	4,1
РК600+ХРК+ПДО550	40	9	405	675	3,7
РК800	45	4	393	582	2,5
РК800+ХРК+ПДО500	41	8	458	733	2,8
РК800+ХРК+ПДО525	31	11	367	735	3,5
РК800+ХРК+ПДО550	38	8	429	668	3,4
РК800+ХРК+ПДО600	33	7	286	598	3,4

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 18-38-00470 мол_а).

Список использованных источников

[1] Hee Young Kim, Jie Fu, Hirobumi Tobe, Jae Il Kim, Shuichi Miyazaki, Crystal structure, transformation strain, and Superelastic property of Ti-Nb-Zr and Ti-Nb-Ta alloys, Shape Memory and Superelasticity, 2015, v.1, issue 2, pp. 107-116.

[2] Реализация инновационного потенциала универсального способа радиально-сдвиговой прокатки / С. П. Галкин, Б. А. Романцев, Е. А. Харитонов. – Черные металлы №1, 2015.

[3] Шереметьев В.А., Кудряшова А.А., Суан Та Динь, Галкин С.П., Прокошкин С.Д., Браиловский В. Перспективная технология получения прутков из сверхупругого сплава Ti-Zr-Nb медицинского назначения на основе сочетания радиально-сдвиговой прокатки и ротационной ковки. Металлург, 2019, №1, 45-52.

[4] Ротационная ковка. Обработка деталей на ротационно- и радиально-обжимных машинах / Ю.С. Радюченко. – Москва: Машгиз, 1962.

[5] Muhammad Farzik Ijaz, Hee Young Kim, Hideki Hosoda, Shuichi Miyazaki, Superelastic properties of biomedical (Ti-Zr)-Mo-Sn alloys, Materials Science and Engineering C, 2015, v. 48, pp.11-20.

ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНАЯ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА СВЕРХУПРУГОГО СПЛАВА Ti-Zr-Nb ДЛЯ МЕДИЦИНСКИХ ПРИМЕНЕНИЙ

Шереметьев В.А.[1], Кудряшова А.А.[1], Андреев В.А.[2,3], Галкин С.П.[1], Прокошкин С.Д.[1], Браиловский В.[41]

НИТУ «МИСиС» (Москва, Россия)

[2]Промышленный центр «МАТЕК-СПФ» (Москва, Россия)

[3]ИМЕТ РАН (Москва, Россия)

[4]Ecole de Technologie superieure (Монреаль, Канада)

sheremetyev@misis.ru

За последнее десятилетие интерес ученых к исследованию метастабильных безникелевых сплавов с памятью формы (СПФ) на основе системы Ti-Zr-Nb для биомедицинских применений значительно возрос. Благодаря уникальной комбинации низкого модуля Юнга (40-60 ГПа), сверхупругого поведения, близкого к поведению кости, и наличию в химическом составе только нетоксичных компонентов эти сплавы рассматриваются как наиболее перспективные материалы для изготовления костных имплантатов [1-3].

Термомеханическая обработка (ТМО) является эффективным инструментом для управления структурно-фазовым состоянием СПФ [4]. С помощью ТМО можно одновременно достигать двух целей: а) получение требуемых заготовок для изготовления имплантатов и б) обеспечение наилучшей комбинации механических и функциональных свойств этих заготовок путем формирования структуры материала. Высокотемпературная ТМО, сочетающая радиально-сдвиговую прокатку (РСП) и ротационную ковку (РК), эффективна для получения высококачественных длинномерных прутков круглого сечения из СПФ на основе Ti-Zr-Nb [5, 6]. Применение РСП позволяет преобразовать слиток в пруток диаметром до 10-12 мм наряду с измельчением структуры и уплотнением металла по всему сечению проката [7]. С помощью последующей РК можно получать пруток диаметром 3-8 мм (что соответствует размерному ряду прутков необходимых при производстве имплантатов) с дополнительным выравниванием структуры металла по поперечному сечению.

В данной работе слиток сплава Ti-18Zr-14Nb (в ат. %) (TZN) диаметром 50 мм, длиной 660 мм и массой около 10 кг был выплавлен методом вакуумной индукционной плавки в компании «Flowserve Corporation» (США). Полученный слиток подвергался горячему изостатическому прессованию при температуре 900 °С и давлении 100 МПа в течении 2 часов. После обработки в газостате проводилась обточка слитка до ø 44,9 мм. Горячая радиально-сдвиговая прокатка слитков ø 44,9 мм до прутка ø 12,7 мм осуществлялась в условиях НПЦ ОМД НИТУ «МИСиС» на мини-станах 14-40 и 10-30 при температуре 900 °С. Полученные прутки подвергались ротационной ковке до ø 7,2 мм при температуре 800 °С.

Изменения фазового состава, микроструктуры, кристаллографической текстуры, механических свойств и особенностей функционального усталостного поведения изготовленных прутков изучали после каждого технологического шага. Теоретический предел обратимой деформации был рассчитан с учетом данных кристаллографической текстуры.

Радиально-сдвиговая прокатка приводит к образованию неоднородной микроструктуры вдоль поперечного сечения деформированного прутка. Динамически рекристаллизованная структура (d≈25 мкм) с текстурой <111> в направлении вытяжки формируется в крайней зоне прутка. По мере приближения к центральной области, размер зерна увеличивается до d≈130 мкм, динамически рекристаллизованная структура заменяется динамически полигонизированной субструктурой, а кристаллографическая текстура становится смешанной. В этом структурном состоянии сплав показывает самую высокую пластичность (δ = 27 37 %), что свидетельствует о его хорошей деформируемости.

В результате последующей ротационной ковки в сплаве формируется смешанная динамически полигонизированная и рекристаллизованная структура *β*-фазы и более однородное распределение размера зерна (d≈34-43 мкм) в поперечном сечении.

Определяется слабая текстура с максимальной интенсивностью в направлении $[212]_{\beta}$. В этом структурном состоянии сплав демонстрирует высокий теоретический предел обратимой деформации, около 5% и лучшую комбинацию механических свойств для имплантатов: низкий модуль Юнга (E=41 ГПа), высокую упругую деформацию (1,51 %), превосходное функциональное усталостное поведение и низкий уровень накопленной деформации.

Работа выполнена за счет гранта Российского научного фонда (проект No 18-79-00247).

Список использованных источников

[1] M. Geetha, A.K. Singh, R. Asokamani, A.K. Gogia, Progress in Materials science, 54(3) (2009) 397-425.

[2] A. Biesiekierski, J. Lin, K. Munir, S. Ozan, Y. Li, C. Wen, Scientific Reports 8(1) (2018)

[3] Hee Young Kim, Jie Fu, Hirobumi Tobe, Jae Il Kim, Shuichi Miyazaki, Crystal structure, transformation strain, and Superelastic property of Ti-Nb-Zr and Ti-Nb-Ta alloys, Shape Memory and Superelasticity, 2015, v.1, issue 2, pp. 107-116.

[4] V. Sheremetyev, V. Brailovski, S. Prokoshkin, K. Inaekyan, S. Dubinskiy, Mater. Sci. Eng. C 58 (2016) 935-944.

[5] V. Sheremetyev, A. Kudryashova, S. Dubinskiy, S. Galkin, S. Prokoshkin, V. Brailovski, Journal of Alloys and Compounds, 737 (2018) 678-683.

[6] Шереметьев В.А., Кудряшова А.А., Суан Та Динь, Галкин С.П., Прокошкин С.Д., Браиловский В. Перспективная технология получения прутков из сверхупругого сплава Ti-Zr-Nb медицинского назначения на основе сочетания радиально-сдвиговой прокатки и ротационной ковки. Металлург, 2019, №1, 45-52.

[7] S.P. Galkin, B.A. Romantsev, E.A. Kharitonov, CIS Iron Steel Rev. 9 (2014) 35-39.

ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОЕ И УЛЬТРАЗВУКОВОЕ ВОЗДЕЙСТВИЕ НА НИКЕЛЬ ПРИ ОДНООСНОМ РАСТЯЖЕНИИ

[1]Царенко Ю.В., [1]Рубаник В.В., [1]Луцко В.Ф., [1]Багрец Д.А., [1]Лесота А.В., [2]Столяров В.В., [2]Угурчиев У.Х.

[1]Институт технической акустики НАН Беларуси, г. Витебск, labpt@vitebsk.by

[2]Институт машиноведения РАН, г.Москва, vlstol@mail.ru

Использование различных физических воздействий позволяет в значительной мере интенсифицировать технологические процессы получения и обработки материалов и в большинстве случаев получать результаты, недостижимые при традиционной технологии. К числу таких воздействий, дающих наибольший эффект, относятся концентрированные потоки энергии [1, 2], в т.ч. ультразвуковые колебания и воздействие импульсным током. Представляет значительный интерес исследование совместного действия обоих эффектов на металлы и сплавы.

Для проведения данных исследований нами была подготовлена установка для обработки проволочных образцов при растяжении. Проведены исследования влияния ультразвуковых колебаний на механическое поведение проволочных образцов никеля НП-2 при одноосном растяжении. Амплитуду ультразвуковых смещений изменяли путем, как регулирования электрической мощности преобразователя, так и выбором бустеров с разными коэффициентами трансформации смещений. В работе использовали бустеры полуволновой длины.

На первом этапе были выполнены эксперименты на проволоке из никеля НП-2 диаметром 1,6 мм предварительно отожженной в вакууме при температуре 1000 °С. Длительность ультразвукового воздействия на образец изменяли от 1 до 5 с, а амплитуду смещений от 5 до 20 мкм. На образцы воздействовали импульсом тока плотностью j = 120 А/мм^2, длительностью импульса $2 \cdot 10^{-4}$ с.

Для оценки нагрева образов с помощью прибора NEC9100 (погрешность 0,2 °С) были выполнены тепловизионные измерения поверхности растягиваемой проволоки НП-2 при воздействии импульсами электрического тока (рисунок 1). Плотность электрического тока в импульсе составляла 160 А/мм^2, скорость подачи импульсов составляла 3 имп/с.

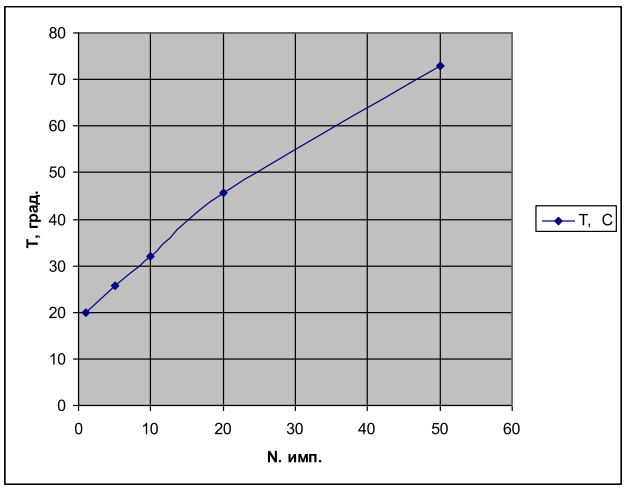


Рисунок 1 - Зависимость температуры нагрева проволоки НП-2 при растяжении от количества импульсов тока

С ростом количества импульсов до 50, температура образца достигает 70 °С, при этом график изменения несколько отличается от линейного, что связано с ростом тепловых потерь с увеличением температуры образца. При воздействии на образец никеля НП-2 импульсным током плотностью 60 А/мм^2 его температура повышается до 200 °С в течение 40 с (рисунок 2).

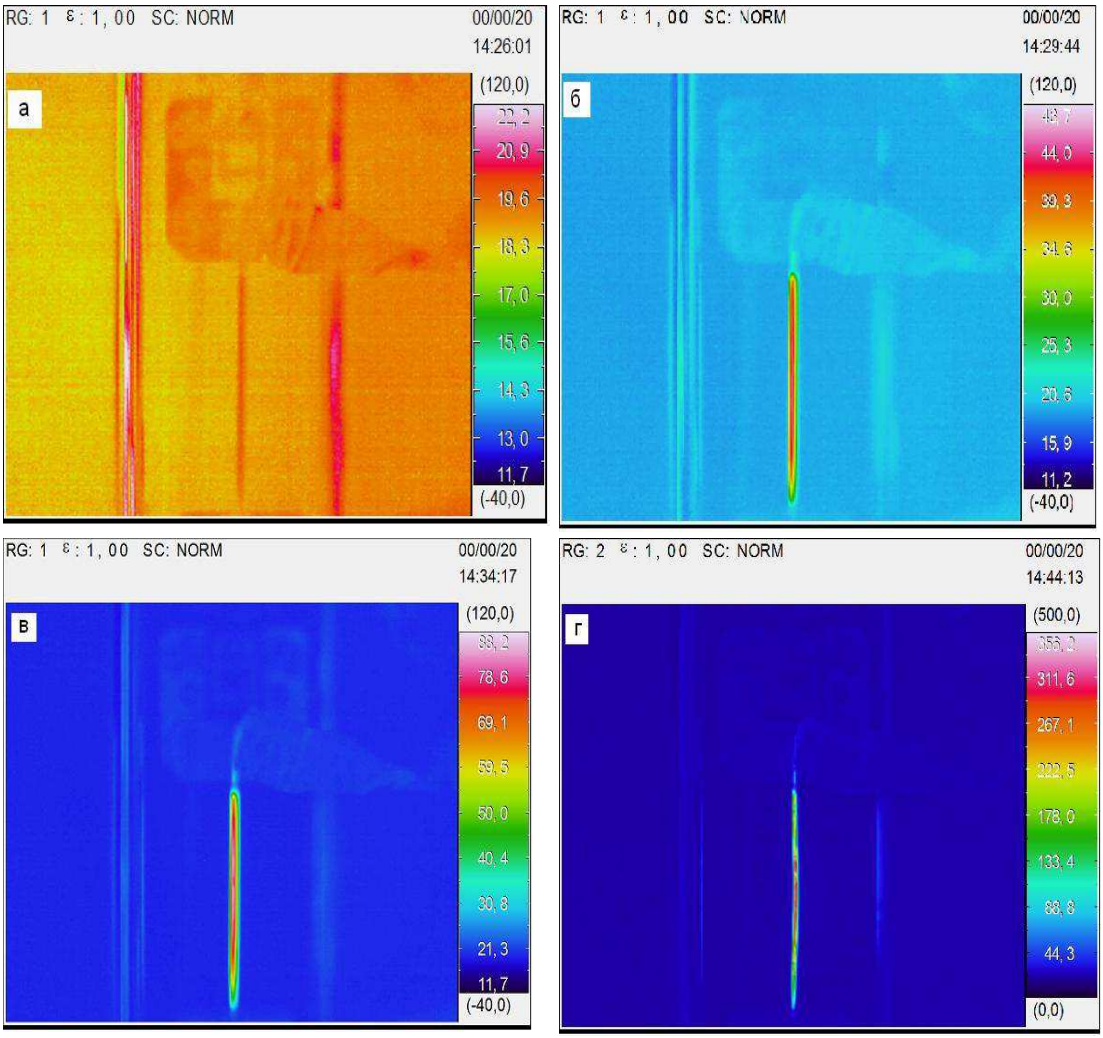


Рисунок 2 - Термограммы проволоки НП-2 после воздействия импульсами электрического тока: а – исходное состояние, б – 20 импульсов, в – 50 импульсов, г - импульсным током плотностью 60 А/мм^2 в течение 40 с

Воздействие импульсного тока и ультразвука на механическое поведение проволочных образцов никеля при одноосном растяжении проводили поочередно, сначала импульсным током, а затем ультразвуком с амплитудой смещений 20 мкм. Воздействие импульсного тока в процессе деформирования металла приводит к снижению напряжения течения металла в момент подачи импульсов, т.е. проявляется электропластический эффект, а при наложении ультразвука наблюдается акустопластический эффект. В результате проведенных исследований установлено, что под действием УЗК наблюдается снижение напряжения течения для никелевой проволоки более чем на 200 МПа, в то время как под действием импульса тока до 25 МПа.

Далее были проведены эксперименты по совместному действию электропластического и акустопластического эффектов на особенности поведения проволоки НП-2 при растяжении. Скорость растяжения проволочных образцов составляла 5 мм/мин. Импульсы тока подавали после включения ультразвука, амплитуда смещений на торце волновода составляла 5 мкм.

Поскольку в данном случае интенсивность ультразвука была меньшей, чем в первом случае, снижение напряжений течения металла за счет УЗК составляло 100 - 120 МПа, а снижение за счет импульсного тока до 20 МПа. Необходимо отметить, что в данном случае наблюдается дополнительное снижение напряжения течения проволоки за счет импульсов тока при одновременном воздействии УЗК, т.е. происходит суммарный эффект от обоих воздействий. Аналогичный результат

наблюдали и при растяжении никелевой проволоки при амплитуде смещений 10 мкм, длительность воздействия УЗК – 5 с (рисунок 3).

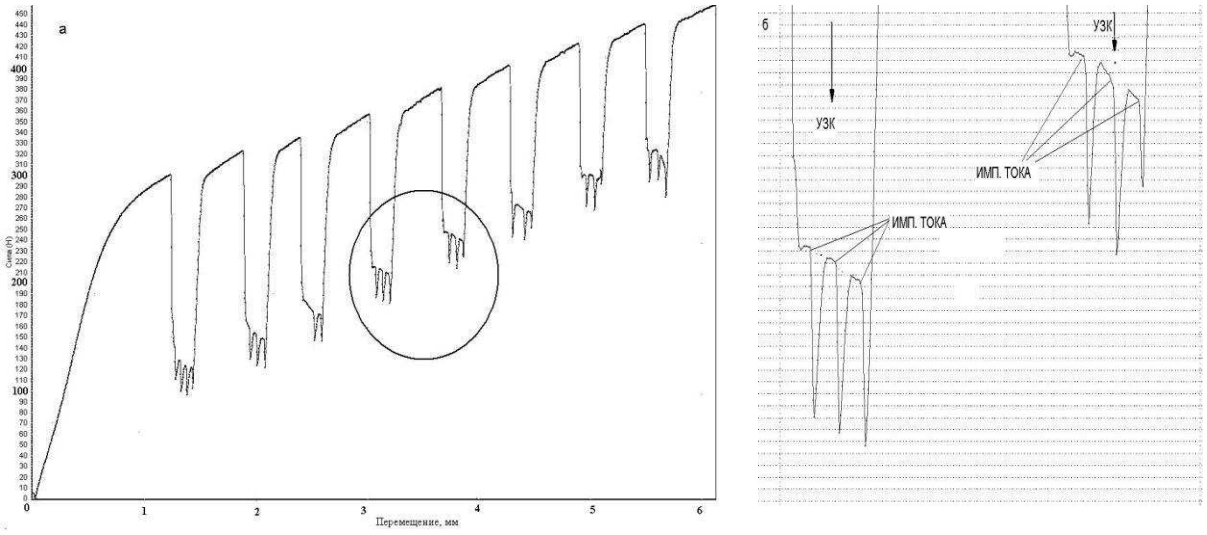


Рисунок 3 - Кривая растяжения проволоки НП-2 при воздействии УЗК (10 мкм) и импульсов электрического тока (а); увеличенная выделенная область снижения усилия деформирования образца (б)

Из рисунка 3-б видно, что во время воздействия УЗК на металл наблюдается дополнительное снижение растягивающей нагрузки за счет действия отдельных импульсов электрического тока, причем величина снижения нагрузки практически остается постоянной. Для предварительно упрочненной проволоки влияние УЗК и импульсов тока на снижение усилия деформирования уменьшается.

Установлено, что за счет импульсов тока при одновременном воздействии ультразвука наблюдается суммарный эффект по снижению напряжения течения проволоки НП-2 от обоих воздействий, что подтверждает и дополняется результаты авторов [3 - 6]. При этом величина снижения напряжений деформирования проволоки от электропластического эффекта в несколько раз ниже, практически на порядок, чем от воздействия ультразвука. Это вызывает сомнения в перспективах его самостоятельного промышленного использования для обработки материалов.

Литература

1. Троицкий, О.А. Ультразвуковое электропластическое плющение металла / О.А. Троицкий // Вестник научно-технического развития. - № 10. - т.26. - 2009. - С.42-49.

2. Клубович В.В., Рубаник В.В., Царенко Ю.В. Ультразвук в технологии производства композиционных кабелей. – Минск: Беларус. навука, 2012. – 293 с.

3. Kozlov A.V., Mordyuk B.N. , Chernyashevsky A.V. On the additivity of acoustoplastic and electroplastic effects. Mater. Sci.&Eng. -A190 - 1995 - P.75-79.

4. Siua K.W., Ngana H.W., Jones I.P. New insight on acoustoplasticity-ultrasonic irradiation enhances subgrain formation during deformation. Int J Plast, 2011. - V27/ -№5) – P. 788–800.

5. Stolyarov V. V., TsarenkoYu. V., Rubanik V. V. Features of the deformation behavior under pulse current and ultrasound in materials with phase transformation // IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering, 447 (2018), 012048 doi:10.1088/1757899X/447/1 /012048.

6. Мисоченко А.А, Царенко Ю.В., Рубаник В.В., Столяров В.В. Комбинация эффектов импульсного тока и ультразвука в сплаве с памятью формы при растяжении//Ультразвук: проблемы, разработки, перспективы. Материалы Международной научной конференции – Уфа: РИЦ БашГУ. – 2017. - С.41-43.

ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРНОГО ФАКТОРА НА ОБРАТИМУЮ ПАМЯТЬ ФОРМЫ В КОЛЬЦЕВЫХ СИЛОВЫХ ЭЛЕМЕНТАХ ИЗ НИКЕЛИДА ТИТАНА

Хлопков Е.А.[1], Макарова Т.А.[1], Белоусов Н.Н.[2]
[1] Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, Санкт-Петербург, Россия, hlopkovelisey@mail.ru
[2] Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина, Донецк,

В настоящее время существует большое количество конструкций и моделей устройств, действующих на эффекте памяти формы (ЭПФ) [1]. Однако в технологических процессах изготовления серийных изделий эффективно применяется лишь пресс ШеР [2]. Приводами такого малогабаритного оборудования являются кольцевые силовые пучковые элементы (КСПЭ), способные развивать усилия до 1200 Н в операционном цикле. В работе [3] показано как с помощью технологии сваривания концов материала кольцевых силовых элементов (КСЭ) расширили возможности технологического процесса. Замкнутый таким образом проволочный контур позволил производить работу не только с развитием ЭПФ, но и в процессе эффекта обратимой памяти формы (ОПФ). Была предложена схема наращивания ОПФ многократным термоциклированием образца по заданному режиму [3, 4]. В работе [5] показано, как с помощью деформирования при разных температурах интервала прямого мартенситного превращения изменялись деформационно-силовые характеристики КСПЭ. В рамках данной работы проведена оценка возможностей регулирования деформационных свойств в развитии процесса обратимой памяти в сварных кольцах при термоциклировании от температуры M_m до A_{sup}, где $M_s \le M_m \le M_f$ до $A_{sup} > A_f$ (где M_s и M_f – температуры начала и конца прямого мартенситного превращения соответственно, A_f – температура окончания обратного фазового перехода). Рассмотрено влияние величины активной деформирующей силы на степень формоизменения образцов во время охлаждения до температур M_m и ниже M_f.

Деформирование образца в условиях пластичности превращения проводили с помощью спиральной пружины (рис.1). Сварные кольца диаметром ~ 62мм были изготовлены из сплава TiNi. Охлаждение происходило в изотермических условиях при температурах холодильных камер 270 К – внутри интервала [M_s; M_f], 255 К – ниже M_f (рис.1, положение 3). Нагрев КСЭ осуществляли без нагрузки в термостате. Температура в камере составляла 430 К (выше A_f) (рис.1, положение 4). При этом первоначальная форма восстанавливалась полностью. На следующем за нагревом этапе остывания следили за величиной ОПФ (рис.1, положение 4). После первого описанного термоцикла делали несколько тренировочных теплосмен под нагрузкой на стадии понижения температуры и свободного развития ЭПФ во время нагрева. Затем повторяли наблюдения за деформационным процессом обратимой памяти формы. Проведены испытания 3 колец с разным уровнем начальной величины тренировочного усилия в каждом цикле: 8,2 Н, 18,8 Н, 32,7 Н.

На рис.2. показано как изменяется при термоциклировании размер колец вдоль оси деформирования в процессе ОПФ в заданных режимах. В трудах [3, 4] авторы отмечали рост обратимой памяти формы в изделиях из никелида титана при термоциклировании в режиме с полным превращением, что подтверждается и кривыми на рис.2, б. При усилии F = 8,2 Н на протяжении 28 циклов наблюдали почти линейный подъем значений ОПФ. Повышение силового воздействия до 18,8 Н привело к выходу на насыщение процесса наращивания деформаций ОПФ, начиная с 10 цикла. А при усилии 32,7 Н характеристики деформационных явлений практически совпали с соответствующими величинами процесса при F = 18,8 Н. В случае, представленном на рис 2, а, когда деформация пластичности превращения при термоциклировании развивается с нижней температурной границей внутри интервала прямого фазового перехода, рост обратимой памяти формы во всех случаях прекращается после достижения некоторой величины. Затем происходит спад значений характеристик ОПФ. При дальнейшем термоциклировании наблюдается немонотонное изменение параметров кольцевых силовых элементов при охлаждении в условиях развития ОПФ.

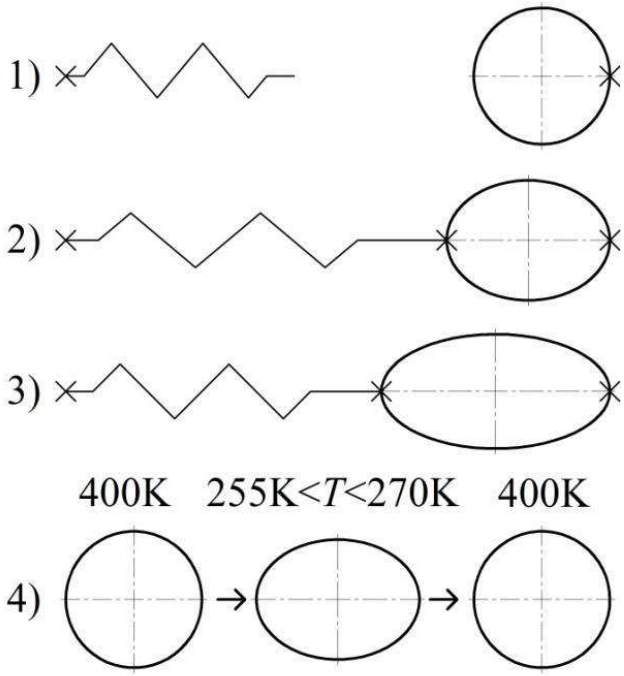
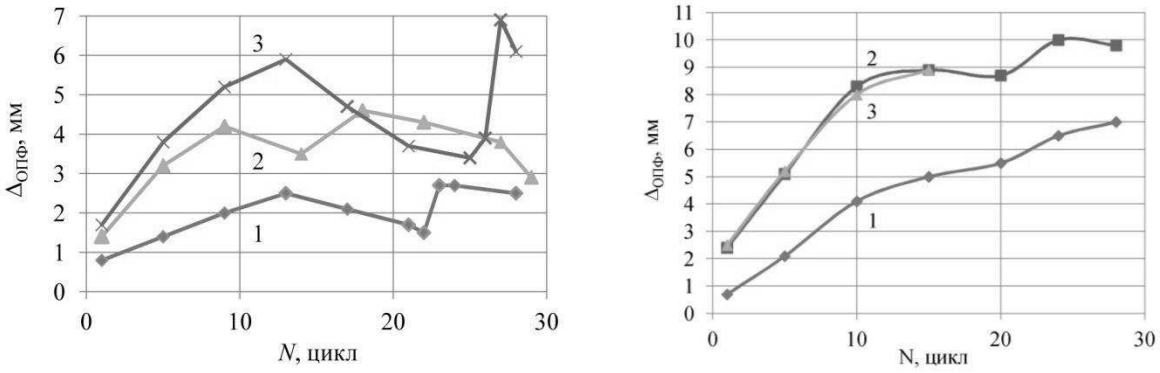


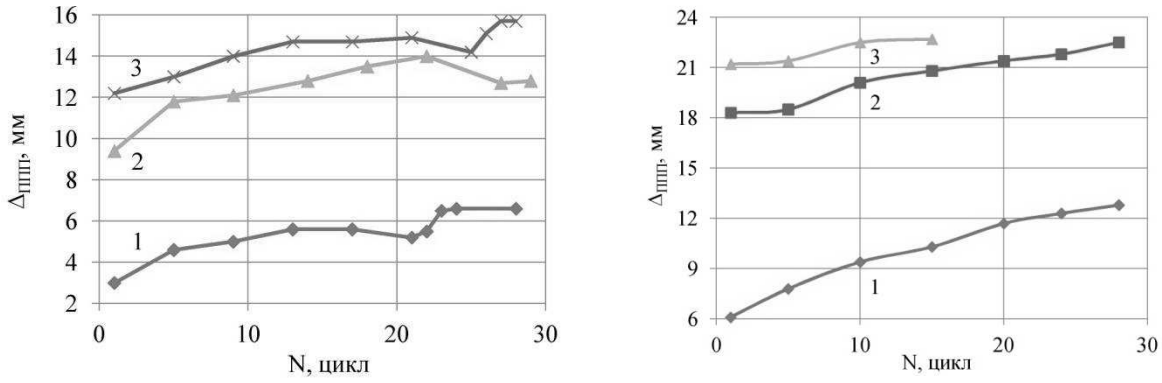
Рисунок 1 - Схема наращивания обратимой памяти формы КСЭ:
1 – КСЭ до нагружения, 2 – КСЭ в момент нагружения в аустенитном состоянии,
3 – КСЭ после деформации пластичности прямого превращения,
4 – реализация обратимой памяти формы КСЭ



а б

Рисунок 2 - Циклическое изменение величины обратимой памяти формы
при подготовке с усилием *F*: 1 - 8,2 Н, 2 - 18,8 Н, 3 - 32,7 Н;
и температурах термоциклов: а - 270 К, б - 255 К

Кривые на рис.3 демонстрируют характер формоизменений кольцевых силовых элементов, вызванный деформациями пластичности превращения, при термоциклировании. Отметим, что спады обратимой памяти формы (рис.2, а) происходят при росте формоизменений овалов, обусловленного пластичностью прямого превращения, во время охлаждения с нагрузкой. После 16 термоцикла образец, подготавливаемый к ОПФ с усилием 32,7 Н, разрушился в зоне сварки в результате нагружения в аустенитном состоянии. Ресурс КСЭ до выхода из строя составил 73 срабатывания, что значительно меньше получаемого с помощью замкнутых механическим способом кольцевых силовых пучковых элементов результата [6].



а б

Рисунок 3 - Циклическое изменение величины деформации пластичности прямого превращения при подготовке с усилием *F*: 1 - 8,2 Н, 2 - 18,8 Н, 3 - 32,7 Н;
и температурах термоциклов: а - 270 К, б - 255 К

Таким образом, для достижения контролируемого формоизменения силовых элементов за счет ОПФ в технологических установках необходимо обеспечить полноту прямого мартенситного превращения. Проведенные эксперименты показали необходимость повышения качества сварных соединений.

Список литературы

1. Беляев С.П., Волков А.Е., Ермолаев В.А., Каменцева З.П., Кузьмин С.Л., Лихачев В.А., Мозгунов В.Ф., Разов А.И., Хайров Р.Ю. Материалы с эффектом памяти формы. Т.4. / под ред. В.А. Лихачева. – Санкт-Петербург: НИИХ СПбГУ, 1998. – 268с.

2. Вьюненко Ю.Н. Применение ЭПФ в производстве слоистых материалов // Перспективные материалы и технологии: сб.статей Междунар. науч. симпозиума. – Витебск: УО «ВГТУ», 2011. – С.182-184.

3. Вьюненко Ю.Н., Белоусов Н.Н. Обратимая память формы в кольцевых конструкциях // 60 Международная научная конференция «Актуальные проблемы прочности», 14–18 мая 2018 года, Витебск, Беларусь.: материалы конференции. – Витебск: УО «ВГТУ», 2018. – С.482-484.

4. Андронов И.Н., Вербаховская Р.А., Данилов А.Н., Корепанова В.С. Мартенситный тип обратимой памяти формы в устройстве для восстановления систолического размера кольца митрального клапана. // Заводская лаборатория. –Т.76, №8, 2010. – С. 38-42.

5. Вьюненко Ю.Н., Хлопков Е.А., Волков Г.А. Управление деформационно-силовыми свойствами "металлических мышц" из сплава TiNi // ФТВД. - Т.27, №4, 2017. - С. 65-72.

6. Вьюненко Ю.Н., Хлопков Е.А., Волков Г.А. Механические свойства "металлических мышц" из материалов с эффектом памяти формы / Перспективные материалы и технологии. Андреев В.А. и др. Монография. В 2-х томах. Т.1. // под ред. В.В. Клубовича. – Витебск: УО "ВГТУ", 2017. – С. 412-429.

ВЛИЯНИЕ БАРОКРИОДЕФОРМИРОВАНИЯ НА ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НИКЕЛИДА ТИТАНА

Хаймович П.А.[1], Бурховецкий В.В.[2], Шульгин Н.А.[1], Андреев В.А.[3,4], Вьюненко Ю.Н.[5]

[1]ННЦ «Харьковский физико-технический институт», Харьков, Украина
[2]Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина, Донецк,
[3]ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ», Москва, Россия
[4]Институт металлургии и материаловедения имени А.А. Байкова РАН, Москва, Россия
[5]ООО «ОПТИМИКСТ ЛТД», Санкт-Петербург,Россия, 6840817@mail.ru

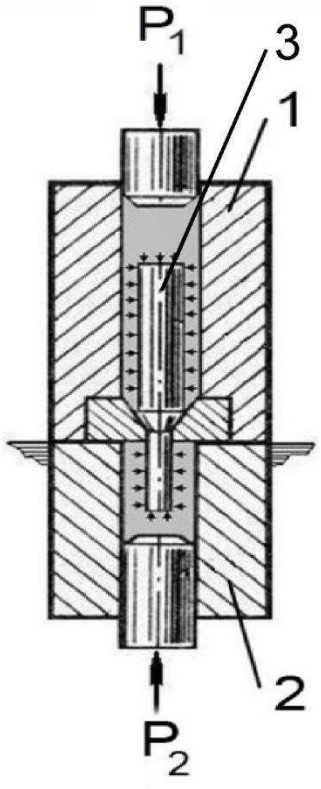


Рисунок 1 – Схема действия установки для барокрио-деформирования:
1 – подающая камера,
2 – принимающая камера,
3 – заготовка деформируемого материала,
P_1 – давление в камере 1,
P_2 – противодавление в камере 2

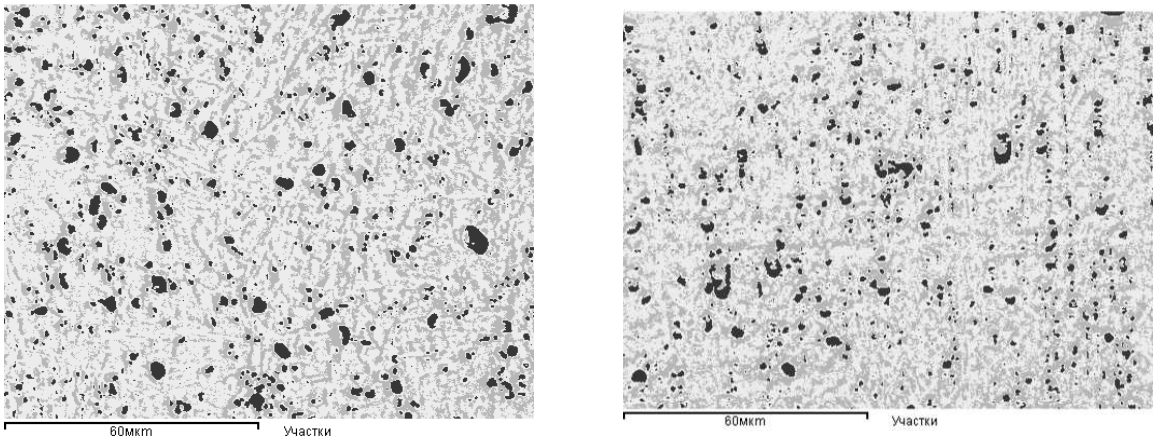
Исследования влияния термомеханической обработки никелида титана при температуре жидкого азота показали, что в результате в условиях растяжения разрушение материала может происходить при деформации ε ~ 5-7% [1]. По опубликованным в [2] сведениям лишь монокристаллы сплава TiNi во время деформировании вдоль направления $< \bar{1}11 >$ могут вытягиваться на 25 % без разрушения. Растяжение вдоль осей $< \bar{1}39 >$ и $< 001 >$ приводит к разрушению монокристаллов при ε < 10%. Однако при деформировании никелида титана квазигидроэкструдированием при 77 К по приведенной на рис.1 схеме удалось добиться удлинения образцов на ~ 20 %. Для этого как в подающей, так и в принимающей камерах приходилось создавать гидростатическое давление.

Заготовки для барокриодеформирования были получены из прутка Ti - 55,15 вес.% Ni. Из горячекатанного прутка диаметром 20 мм ротационной ковкой при ~ 1070 К получали цилиндр диаметром 12 мм. Затем при 670 К доводили диаметр прутка до 10 мм по той же технологии. В подающую камеру помещали заготовку из никелида титана высотой 25 мм. В качестве среды, передающей давление, использовали индий. Для защиты материала от растрескивания в принимающей камере создавали давление 8 кбар. Вытягивание заготовки проводили при давлении в подающей камере 14 кбар. После барокриодеформирования из цилиндрической заготовки для проведения исследований в растровом электронном микроскопе *JSM*-6490*LV* и дифференциаль-ном сканирующем калориметре *METTLER TOLEDO 822E* электроискровым методом были вырезаны образцы в виде параллелепипедов (2х1,5х1 мм). Аналогичные образцы были изготовлены из исходного кованого прутка. Развитие эффекта памяти формы изучали на стержне 22х1,5х1 мм.

На рис.2 приведены фотографии структуры никелида титана исходного состояния после ковки (рис.2, а) и после барокриодеформирования (рис.2, б). На первой фотографии структурные неоднородности располагаются случайным образом. После квазигидроэкструзии при температуре жидкого азота неоднородности выстроены в вертикальные цепочки. Линии цепочек совпадают с направлением квазигидроэкструзии.

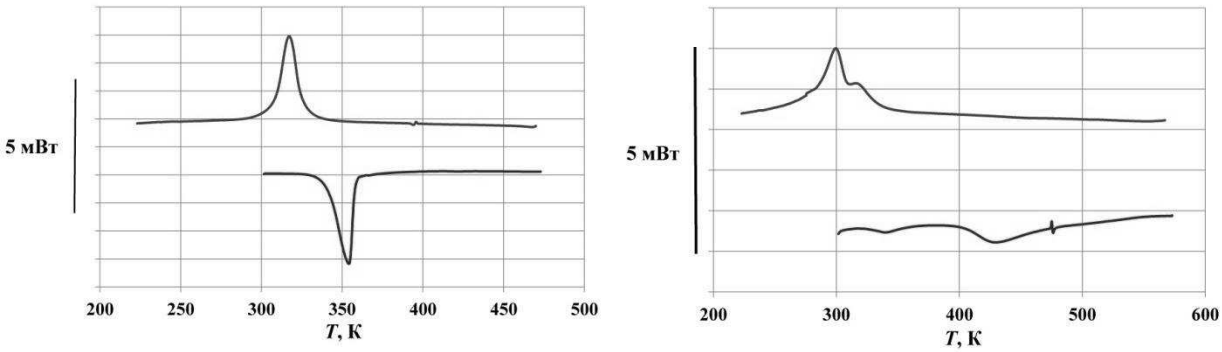
На калориметрических кривых (рис.3) представлены данные об эндотермических процессах при нагреве и тепловыделении во время охлаждения. Скорость изменения

температуры была равной 10 К/мин. В исходном состоянии материала в интервалах температур обратного и прямого мартенситного фазового перехода имеются экстремумы, соответствующие поглощению и выделению скрытой теплоты превращения. Температурные интервалы трансформации кристаллической решетки, в соответствии с методикой их определения на ДСК, составили при нагреве ~ 20 К, а при охлаждении около 24 К.



а Б

Рисунок 2 - Структура никелида титана в исходном состоянии – кованый пруток (а), после барокриодеформирования (б)



а б

Рисунок 3 - Калориметрические характеристики исходного материала (а), после барокриодеформирования (б)

После барокриодеформирования эндотермический процесс при нагреве идет в два этапа. Первая стадия протекает в интервале температур от ~ 320 К и до ~ 360 К. Вторая стадия начинается приблизительно через 40 К и длится до 500 К. На первом этапе идет поглощение тепла в размере 1 Дж/г, на втором – 10 Дж/г. Во время охлаждения на калориметрической кривой наблюдаем сдвоенный пик (рис.3, б). При этом меньший максимум очень близок по своему положению на температурный шкале аналогичному экстремуму исходного материала.

На рис.4 представлены результаты изучения процесса формовосстановления во время нагрева изогнутых образцов. Кривая 1 показывает развитие эффекта памяти формы в стержне из материала, подвергнутого барокриодеформированию. Перед нагревом при температуре ~ 270 К стержень был изогнут. Деформация наружного слоя ε достигала величины ~ 4,5 %. После снятия внешней нагрузки стержень частично восстановил свою форму. Остаточная деформация была равна 2,5 %. В процессе нагрева отклонение изогнутого стержня от вертикали Δ уменьшалось. Однако вернуть прямолинейную форму стержню не удалось.

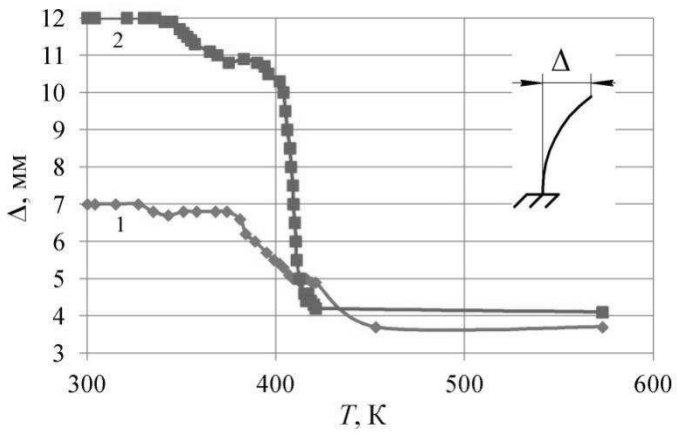


Рисунок 4 - Развитие эффекта памяти формы:
1 – образец после барокриодеформирования,
2 – образец, отожженный при 820 К в течении 20 мин

После этого стержень отожгли при 820 К в течение 20 мин. Образцу была возвращена первоначальная прямолинейная форма при указанной температуре в начале термообработки. Затем его закалили погружением в воду с температурой 295 К. При 270 К стержень был вновь изогнут до ε ≈ 4,5 %. Однако в этом случае после снятия нагрузки на образец остаточная деформация оказалось равной ~ 3,8 %. Кривая 2 на рис.4 показывает как развивалось формовосстановление в отожженом материале.

Приведенные данные позволяют сделать следующие выводы. Барокриодеформирование существенно повышает в никелиде титана предел упругости. Однако это не позволило повысить степень формовосстановления продеформированного образца.

Судя по фотографиям и калориметрическим данным в процессе барокриодеформирования изменилась структура материала. По-видимому уменьшен размер зерен и повышена плотность внутренних дефектов. В результате накопленной потенциальной энергии полей упругих напряжений меняется скрытая теплота превращения.

Значительно расширяется интервал температур перестройки кристаллической решетки. При этом наблюдается двустадийность в развитии эндотермической реакции и в деформационном процессе восстановления формы.

Во время прямого превращения раздвоение пика тепловыделения может быть связано с трансформацией аустенита в мартенсит через *R*-фазу. При этом нельзя исключать возможности разделения термодинамических условий превращения в объеме образца. В результате таких явлений могут изменяться интервалы температур перестройки кристаллической решетки и происходить разделение этого процесса на два этапа в разных температурных интервалах.

Авторы выражают благодарность д.ф.-м.н Ресниной Н.Н. за содействие в калориметрических исследованиях.

Список литературы

1. Беляев С.П., Волков А.Е., Ермолаев В.А., Каменцева З.П., Кузьмин С.Л., Лихачев В.А., Мозгунов В.Ф., Разов А.И., Хайров Р.Ю. Материалы с эффектом памяти формы. Т.1. / под ред. В.А. Лихачева. – Санкт-Петербург: НИИХ СПбГУ, 1997. – 424с.

2. Пушин В.Г., Прокошкин С.Д., Валиев Р.З. и др. Сплавы никелида титана с памятью форм. Ч.1. Структуры, фазовые превращения и свойства. / под ред. В.Г. Пушина. – Екатеринбург: УрО РАН, 2006. – 438с.

СРАВНЕНИЕ МЕТОДОВ ДЕТЕКТИРОВАНИЯ СИГНАЛОВ АКУСТИЧЕСКОЙ ЭМИССИИ С МАЛЫМ ОТНОШЕНИЕМ СИГНАЛ-ШУМ

Аглетдинов Э.А., Виноградов А.Ю., Мерсон Д.Л.
Тольяттинский государственный университет, Россия, г. Тольятти, aeinar7@gmail.com

Метод акустической эмиссии (АЭ) является мощным инструментом, позволяющим отслеживать эволюцию развития пластической деформации в материале. Дискретный сигнал электрического напряжения, полученный после регистрации упругих волн пьезопреобразователем, называют сигналом акустической эмиссии. На практике для исследования интегральной эволюции процессов пластической деформации используется ряд непрерывных характеристик, таких как энергия АЭ, мощность, медианная частота и др. Более детализированную оценку дают дискретные параметры АЭ, которые рассчитываются для отдельных событий. В связи с этим возникает задача детектирования событий.

Для детектирования во всем современном АЭ-оборудовании используется пороговый метод. Главным минусом этого метода является существенная потеря информации при низком отношении сигнал-шум, так как в этом случае необходимо устанавливать высокое значение порога для избежание ложных срабатываний.

Нашей лабораторией был разработан и успешно применен новый метод детектирования (метод φ-параметра), основанный на локальном анализе функции спектральной плотности мощности случайных сигналов АЭ [1], [2]. Он позволяет выявлять сегменты сигнала, статистически отличающиеся от фонового шума. Подробное описание алгоритма дано в работе [3].

В настоящей работе было проведено сравнение предлагаемого метода детектирования с классическим пороговым методом, а также с популярным в сейсмологии методом отношения усредненного значения в коротком и длинном окнах (STA/LTA) [4].

Для этого был сгенерирован искусственный сигнал АЭ, состоящий из восьми реальных событий, происходящих через 5 мс каждое. Эти события были вручную вырезаны из реального сигнала АЭ, полученного при испытании на растяжение чистого отожжённого поликристаллического железа.

Для имитации пяти различных уровней зашумленности полезных данных к искусственному сигналу был добавлен соответствующим образом нормированный белый шум с нулевым средним и единичным стандартным отклонением.

Было выявлено, что при слабой зашумленности полезных сигналов все три метода отлично справляются с детектированием. Однако, пороговый метод и метод STA/LTA уже на третьем уровне зашумленности упускают наиболее слабые события (с отношением сигнал шум -18дБ и менее), в то время как метод φ-параметра детектирует все события. При максимальном уровне шума первые два метода детектируют только самый высокоамплитудный всплеск, упуская все оставшиеся события, в то время как метод φ-параметра способен выделять совершенно не различимые на глаз полезные сигналы (рисунок 1).

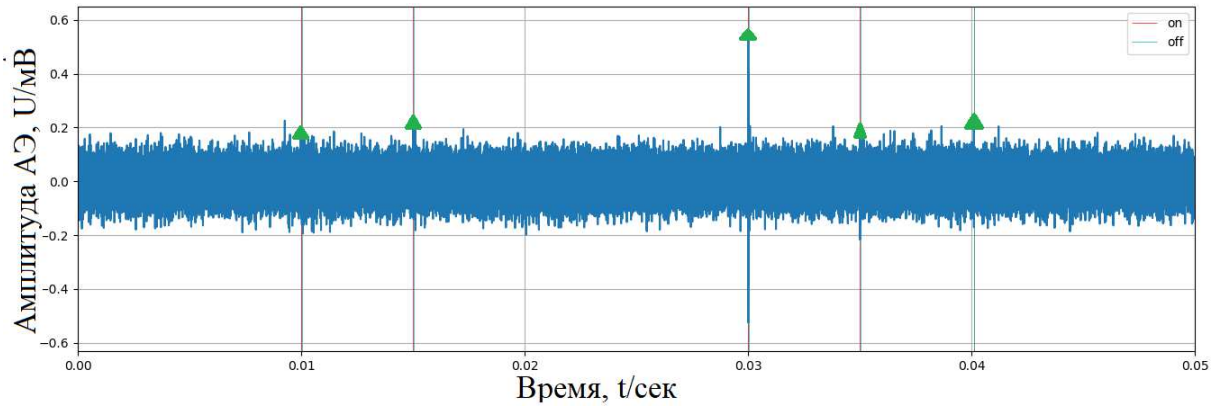


Рисунок 1 - Результаты детектирования полезных сигналов при максимальном уровне зашумления методом φ-параметра. Треугольниками выделены амплитуды обнаруженных событий АЭ. Вертикальные линии обозначают времена событий. Всего задетектировано 5 из 8 событий, в то время, как остальные методы в этом случае регистрируют только самый высокоамплитудный сигнал.

В результате работы было показано, что метод φ-параметра является более эффективным, чем классические методы детектирования сигналов АЭ. Полнота получаемой из сигналов информации и более высокая точность определения времен и амплитуд событий открывает новые перспективы в использовании метода АЭ для фундаментальных исследований процессов пластической деформации.

Настоящая работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и образования РФ в рамках проекта по Госзаданию 11.5281.2017/8.9

Литература

1. Vinogradov, A.; Ueno, H. Method of signal detection JP,4754651,B, 2009.

2. E. Agletdinov, , E. Pomponi, , D. Merson, , A. Vinogradov, A novel Bayesian approach to acoustic emission data/ Ultrasonics, Volume 72, December 2016 , P 89-94.

3. Аглетдинов Э.А, Виноградов А.Ю., Метод определения сейсмических событий малых магнитуд в случайном временном ряду // Журнал "Вектор науки Тольяттинского Государственного Университета" – 2013. – №3(25) – С. 23-27.

4. Trnkoczy, A. Understanding and parameter setting of STA/LTA trigger algorithm - In: Bormann, P. (Ed.), New Manual of Seismological Observatory Practice, 2009, 1-20.

ВЛИЯНИЕ ТАНТАЛА НА ФУНКЦИОНАЛЬНУЮ УСТАЛОСТНУЮ ДОЛГОВЕЧНОСТЬ СВЕРХУПРУГОГО СПЛАВА Ti-Zr-Nb В МОДЕЛЬНОМ БИОЛОГИЧЕСКОМ РАСТВОРЕ

Коробкова А.А., Жукова Ю.С., Пустов Ю.А., Дубинский С.М., Прокошкин С.Д., Филонов М.Р.

Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия, zhukova@misis.ru

Целью настоящей работы являлось исследование коррозионно-электрохимического поведения перспективных сверхупругих сплавов титана в условиях, имитирующих условия эксплуатации готовых изделий (костных имплантатов), т.е. под действием циклических нагрузок в модельном биологическом растворе (раствор Хэнкса).

Из слитков сплавов Ti-18Zr-13Nb-1Ta и Ti-18Zr-14Nb (ат. %), полученных методом вакуумно-дугового переплава, были вырезаны образцы, которые подвергали гомогенизационному отжигу при температуре 1173 К в течение 30 мин в атмосфере аргона и последующей закалке в воду. Далее проводили термомеханическую обработку: холодная прокатка со степенью истиной деформации e=0.3 и последующим отжигом при температуре 873 К в течение 30 мин и закалкой в воду. Микроструктурные исследования проводили с помощью оптического микроскопа *Versamet-2 Union* и электронного микроскопа *JEOL 2100.* Для изучения функциональной усталости проводили эксперимент на оригинальной нагружающей установке; в каждом цикле величина деформации (изгиба) составляла 1,5%, частота 1 Гц. Электродный потенциал сплава во время механоциклирования фиксировали при помощи потенциостата *IPC Pro MF* (*Volta Co*, Россия). В качестве электрода сравнения использовался хлорид серебряный (Ag/AgCl), в качестве рабочего – сам образец. Эксперимент проводился в физиологическом растворе Хэнкса содержащий (концентрация, г/л): 8 NaCl, 0.4 KCl, 0.04 Na_2HPO_4, 0.06 KH_2PO_4, 0.2 $MgSO_4 \cdot 7H2O$, 0.35 $NaHCO_3$, 0.14 $CaCl_2$, H_2O (доводят до 1 л), pH 7.4.

Сравнение размера зерен методом оптической микроскопии проводилось для обоих сплавов до термомеханической обработки (ТМО). Показано, что у обоих сплавов примерно одинаковый размер зерен (100-500 мкм). Для понимания влияния ТМО на микроструктуру сплавов Ti-18Zr-14Nb и Ti-18Zr-13Nb-1Ta был проведен анализ методом ПЭМ. Показано, что после ТМО оба образца обладают полигонизованной дислокационной субструктурой, с высокой плотностью дислокаций внутри субзерен. Сплав Ti-18Zr-13Nb-1Ta показывает более развитую субзеренную структуру после ТМО с несколько меньшим размером субзерна по сравнению со сплавом Ti-18Zr-14Nb. Вероятно, образование меньших субзерен в сплаве Ti-18Zr-13Nb-1Ta связано с более низким коэффициентом диффузии Ta в β структуре, которое, как следствие, привело к замедлению роста субграниц.

На рисунке 1 представлены хронопотенциограммы для сплавов Ti-18Zr-14Nb и Ti-18Zr-13Nb-1Ta при механоциклировании в растворе Хэнкса.

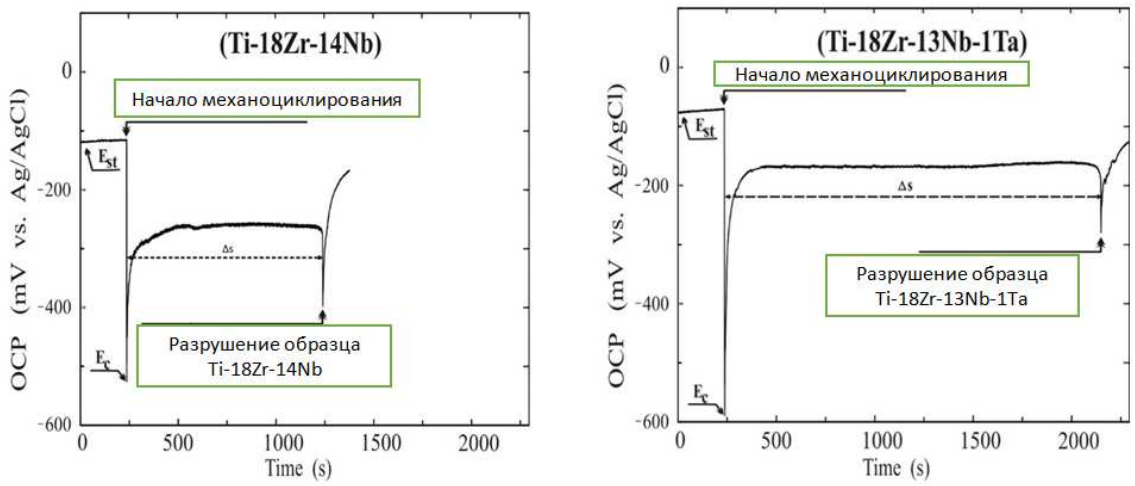


Рисунок 1 - Хронопотенциограммы во время механоциклирования для сплавов (a) Ti-18Zr-14Nb и (b) Ti-18Zr-13Nb-1Ta в растворе Хэнкса с деформацией 1,5% в каждом цикле [1].

По достижении стационарного значения потенциала (E_{st}) начинали механическое циклирование с постоянным значением деформации 1,5% в каждом цикле. Начало циклирования для обоих сплавов Ti-18Zr-14Nb и Ti-18Zr-13Nb-1Ta можно идентифицировать по резкому смещению потенциала в отрицательную область. Эти сдвиги связаны с резкой катодной поляризацией; значения потенциала E_c для сплавов Ti-18Zr-14Nb и Ti-18Zr-13Nb-1Ta составили –453 и –588 мВ, соответственно.

На начальном этапе циклирования смещение ΔE в сторону отрицательных значений больше для сплава Ti-18Zr-13Nb-1Ta по сравнению с Ti-18Zr-14Nb. Однако в процессе циклирования значения потенциала для сплава Ti-18Zr-13Nb-1Ta проявляют большую склонность к возрастанию в течение 400 с, а затем сохраняет стабильные и более высокие значения в течение всего испытания (рисунок 1).

Это связано с формированиемзащитной пассивной пленки на сплаве Ti-18Zr-13Nb-1Ta и ее последующем нарастанием в процессе циклирования. Большие защитные способности пленки на сплаве Ti-18Zr-13Nb-1Ta можно связать с ионами Ta^{5+} , которые хорошо растворяются в матрице TiO2 по сравнению с ионами Zr^{4+} за счет близких ионных радиусов, что приводит к меньшей дефектности и большей стабильности.

В то же время, на стадии динамического разрушения обоих образцов наблюдался небольшой, но отчетливый сдвиг в отрицательную область (рисунок 1), что соответствует образованию трещины, которая после быстро восстановилась за счет пассивации поверхности. Таким образом, отрицательный сдвиг в значениях потенциала обусловлен локальным разрывом защитной пленки, и / или растворение пленки преобладает над ее образованием.

Динамическое разрушение при циклической нагрузке составило около 1500 с для сплава Ti-18Zr-14Nb и 2300 с для сплава Ti-18Zr-13Nb-1Ta.

Сравнивали среднюю функциональную долговечность сплавов Ti-18Zr-14Nb и Ti-18Zr-13Nb-1Ta, которую определяли как количество циклов нагрузка-разгрузка (N_{max}), которое образец выдерживает до разрушения. Число N_{max} для сплавов Ti-18Zr-14Nb и Ti-18Zr-13Nb-1Ta составило 854 ±328 и 1806 ±559, соответственно.

Таким образом, функциональная усталостная долговечность сплава Ti-18Zr-13Nb-1Ta выше, чем у сплава Ti-18Zr-14Nb, что связано с формированием стабильной пассивной пленки, которая препятствует развитию локальной коррозии, а также формированием наносубзеренной структуры, которое повлияло на продолжительную функциональную усталостную долговечность образца сплава Ti-18Zr-13Nb-1Ta.

Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки России (проект RFMEFI57517X0158).

[1] M.F. Ijaz, Y. Zhukova, A. Konopatsky, S. Dubinskiy, A. Korobkova, Y. Pustov, V. Brailovski, S. Prokoshkin. Journal of Alloys and Compounds 748 (2018) 51–56.

ОСОБЕННОСТИ ЭЛИНВАРНОГО ПОВЕДЕНИЯ В ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКИ ОБРАБОТАННОМ СПЛАВЕ Ti-Nb-Zr

Дубинский С.М.[1], Маркова Г.В.[2], Прокошкин С.Д.[3], Браиловский В.[4]

[1] Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия, dubinskiy.sm@misis.ru

[2] Тульский государственный университет, Тула, Россия, galv.mark@rambler.ru

[3] Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия, prokoshkin@tmo.misis.ru

[4] Ecole de technologie superieure, Монреаль, Канада, vladimir.brailovski@etsmtl.ca

Сплавы с памятью формы (СПФ) на основе Ti-Nb известны главным образом, как высокобиосвместимые низкомодульные металлические материалы для несущих элементов медицинских имплантатов. Кроме того, они обладают отдельными особенностями, которые также могут иметь практический интерес. Например, было установлено, что СПФ на основе Ti-Nb, легированный кислородом и подвергнутый холодной деформации для создания высокой плотности дислокаций в материале, проявляет элинварное поведение при нагреве в интервале температур от -196 до 227°C.

В данной работе, установлено элинварное поведение сплава Ti-22Nb-6Zr (ат.%), подвергнутого холодной прокатке с истинной накопленной деформацией e=0,3 и последеформационному отжигу для формирования или полигонизованной (600°C, 30мин.), или рекристаллизованной (750°C, 30мин.) структурам β-фазы. Для исследования упругих свойств использовали метод свободно затухающих крутильных колебаний. Фазовые превращения были исследованы с помощью рентгенодифракционного анализа.

Исследуемый сплав проявляет элинварное поведение при охлаждении в температурном интервале от 550°C до $T_{комн}$. В ходе нагрева наблюдается пик внутренней резонансной частоты и модуля упругости с максимумом при 375°C, что может быть связано с выделением ω-фазы. После последующего нагрева до 550°C, развивается расслоение твердого раствора β-фазы, что приводит к расширению температурного интервала мартенситного превращения. Соответственно, расширяется интервал предмартенситного размягчения решетки и компенсирует увеличение модуля упругости при охлаждении.

Таким образом, впервые установлено элинварное поведение СПФ Ti-Nb-Zr в полигонизованном и рекристаллизованном состояниях при охлаждении в широком интервале температур.

ФАЗОВЫЕ ПЕРЕХОДЫ В ЭЛЕМЕНТАХ ПОД ДАВЛЕНИЕМ

Пилюгин В.П.[1)], Толмачев Т.П.[1)], Пацелов А. М.[1)], Соловьева Ю.В.[2)]

[1] Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения РАН, г. Екатеринбург

[2]Томский государственный архитектурно-строительный университет, Томск, Россия

pilyugin@imp.uran.ru

Выполнен анализ результатов по барическим фазовым переходам первого и второго рода в чистых элементах, в основном *d*-переходных металлах и ряда их сплавов с позиций величин давления, значений гистерезиса прямого и обратного перехода, энтальпии, скачка объема, движущих и сдерживающих сил превращения и механизмов перестройки кристаллической структуры. Рассмотрено влияние давления на температуры плавления элементов, проанализированы случаи и механизмы аномального влияния давления на температуру плавления $dT/dP \leq 0$. Проведён анализ энергетического баланса между переходами первого и второго родов. Рассмотрена природа наличия и величины гистерезиса прямого и обратного барического превращения. Выполнен термодинамический анализ превращений в плане природы движущей силы и сдерживающей силы барического фазового превращения.

Изучено влияние деформационно рагментированной структуры металлов на гистерезис прямого и обратного фазового перехода α (ГПУ) ↔ ω (ГУ) α под давлением в титане и цирконии (ОЦК)↔ε (ГПУ) перехода под давлением в железе и γ (ГЦК) ↔ ε (ГПУ) перехода в Fe - (40-55ат.%) Mn сплавах. In situ под давлением методами ядерной гамма резонансной спектроскопии и рентгеновской дифракции в синхротронном излучении установлены количество α –, ε – и γ - фаз и параметры гистерезиса α(ОЦК)↔ε(ГПУ) перехода по шкале давлений в крупнокристаллических и нанокристаллических образцах железа и Fe - (40-55ат.%) Mn сплавах. Гистерезис прямого и обратного барического превращения в наноструктурированном железе на 4 ГПа превышает гистерезис превращения в крупнокристаллическом, что соответствует значению деформационного превращения, соответствующего 4 ГПа. Таким образом, установлено, что увеличение сдерживающей силы барических фазовых переходов бездиффузионного (мартенситного) типа отвечает значениям деформационного упрочнения чистых металлов, в нашем случае у титана, циркония, железа и его сплавов. Можно однозначно утверждать, что дополнительное увеличение уже имеющегося и обусловленного природой конкретного элемента гистерезиса барического фазового перехода в свою очередь обусловлено дополнительным деформационным упрочнением вследствие предварительной деформации.

В Fe – 32,8% вес. Ni сплаве, металлографическим методом определено влияние предварительной пластической деформации аустенита на морфологию и количество мартенсита охлаждения.

Рассмотрены основные экспериментальные данные по чистым элементам в диапазоне давлений до 20 ГПа и литературные данные последних лет по изучению фазовых превращений ряда элементов в мегабарном диапазоне давлений. Также обсуждаются результаты по барическим переходам в мегабарном диапазоне в металлоподобное состояние ряда диэлектриков: серы, кислорода, азота, гелия, водорода.

КОНСТРУКЦИОННАЯ СТАЛЬ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА ЗУБЧАТЫХ КОЛЕС, ЛЕГИРОВАННАЯ НИОБИЕМ

Глушаков А.Н.
Физико-технический институт НАН Беларуси, г. Минск, Республика Беларусь,
Hlushakov.a.n@gmail.com

Для металлургического и машиностроительного производства актуальной тематикой является создание и применение новых конструкционных сталей и методов их обработки для повышения эксплуатационных свойств и конкурентоспособности продукции в современных экономических условиях [1-5]. При производстве тракторов особое значение имеет использование экономно-легированных цементируемых сталей с повышенной контактной выносливостью для изготовления высоконапряженных деталей трансмиссии. Применение указанных сталей и режимов их объемного и поверхностного упрочнения позволит существенно снизить затраты на изготовление зубчатых колес и повысить их долговечность за счет оптимизации состава структуры и технологии изготовления [1-3].

В Физико-техническом институте НАН Беларуси выполнены работы научно-исследовательского и прикладного характера по созданию и применению новых сталей и технологий при изготовлении зубчатых колес коробки передач серийного трактора «Беларус 1221». Применение новой стали 20ХГНМБ позволяет заменить используемые на производстве стали для деталей трансмиссии. В рамках проведенной исследовательской работы установлено, что легирование конструкционной стали 20ХГНМ микродобавками карбидообразующих элементов значительно улучшает структуру и свойства зубчатых колес, что способствует увеличению их эксплуатационной стойкости и уменьшению затрат на изготовление. По результатам исследований разработана и защищена патентом Республики Беларусь новая сталь 20ХГНМБ легированная микродобавками ниобия.

ФТИ НАН Беларуси совместно с ОИМ НАН Беларуси разработаны технологическая инструкция и условия технологического регламента, на основании которых выплавлена опытно-промышленная партия стали 20ХГНМБ на электропечи ДСП-25Н2 в ЗАО «Волгоградский металлургический завод «Красный Октябрь». Готовый прокат был поставлен на Минский тракторный завод в количестве 22,6т с сертификатом качества. Механические свойства новой и серийной стали представлены в таблице 1.

Таблица 1 -Механические свойства новой и серийной стали

Сталь	$\sigma_т$, МПа	$\sigma_в$, МПа	δ,%	ψ,%	KCU, Дж/см^2	Термообработка
20ХГНМБ	1270	1420	14,0	55,0	106	Закалка 860 ˚С, масло, отпуск 180 ˚С 2 часа, охлаждение воздух.
20ХГНМ ГОСТ 4543-71	930	1180-1570	7,0	-	59	

В рамках разработки и определения технологических режимов обработки зубчатых колес из новой стали была изготовлена опытная партия деталей в количестве 200 штук. В заводских условиях с использованием штатного оборудования были отработаны режимы предварительной термической обработки поковок зубчатых колес, цементации и механической обработки обеспечивающие получение в деталях оптимальной структуры и свойств, для повышения их долговечности.

После предварительной термической обработки поковки имели ферито-перлитную структуру с необходимой для механической обработки твердостью в пределах 180-210 НВ. Механическую обработку проводили по режимам, которые применяемым для изготовления зубчатых колес из серийных сталей 15ХГН2ТА, 25ХГТ и 20ХН3А. Снимки структур показаны на рисунке 1.



а б в

Рисунок 1 - Микроструктура образцов стали 20ХГНМБ опытно-промышленной плавки после нормализации с высоким отпуском (а), нормализации (б) и закалки (в) х500

При исследовании цементируемого слоя зубчатых колес, полученных в вакуумных печах фирмы «ALD» по серийной технологии, выявлена необходимость корректировки параметров процесса для увеличения глубины слоя с требуемым распределением твердости. По результатам оптимизации режима насыщения слоя углеродом снижена температура насыщения с 960℃ до 930℃, что позволило уменьшить коробление деталей.



Рисунок 2 – Шестерня опытно-промышленной стали после стендовых испытаний

Опытными шестернями (рисунок 2) были полностью укомплектованы 12 коробок передач трактора «Беларус 1221», одна из которых была повергнута стендовым испытаниям совместно с серийной коробкой передач. Сравнительные стендовые испытания показали преимущества в эксплуатационной стойкости зубчатых колес из стали 20ХГНМБ перед сталью 20ХН3А.

По результатам исследований и испытаний изготовлены и поставлены на 180 серийных тракторов коробки передач, полностью укомплектованные зубчатыми колесами из новой стали. Подконтрольные трактора отправлены на испытания в хозяйства РБ и стран СНГ.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Сусин А.А. Химико-термическое упрочнение высоконапряженных деталей. Мн.: Беларуская навука, 1999. С.175.

2. Дудецкая Л.Р., Ивашко В.С., Орлов Ю.Г., Куприянов И.Л. Механические испытания металлов и их неразъёмных соединений.- Мн.: МИПК при БГПА, 2000.-100 с.

3. Руденко, С.П. Контактная усталость зубчатых колес трансмиссии энергонасыщенных машин / С.П. Руденко, А.Л. Валько. – Минск: Беларуская навука, 2014. – 126с.

ПРИКЛАСТЕРНЫЕ РАДИАЦИОННЫЕ ДЕФЕКТЫ В НАНОКРИСТАЛЛАХ, ПОЛУЧЕННЫХ В РЕЗУЛЬТАТЕ МЕХАНИЧЕСКОЙ ФРАГМЕНТАЦИИ

Войтович А. П., Калинов В. С., Новиков А. Н., Рунец Л. П., Ступак А. П.
Институт физики имени Б.И. Степанова НАН Беларуси

Введение

Модификация свойств кристаллов ионизирующей радиацией широко используется в электронике и лазерной технике [1, 2]. В связи с этим радиационные дефекты в твердом теле интенсивно исследуются. При этом применяются и изучаются, в основном, известные дефекты, создаваемые в объеме кристалла. Исследуются также поверхностные и приповерхностные радиационные дефекты, которые изменяют характеристики (например, поглощение, преломление) кристаллов в соответствующих областях и открывают возможности создания наноструктур и световодов [3, 4]. Кроме того, они обладают каталитическими свойствами, что ускоряет протекание химических реакций, образование центров кристаллизации на поверхности и также может способствовать созданию наноструктур [5, 6].

В работах [7–9] было продемонстрировано, что в кристаллах фторида лития (LiF) возможно создание собственных радиационных центров окраски (ЦО) с оптическими свойствами, характеристиками электрон-фононного взаимодействия, существенно отличающимися от наблюдавшихся ранее аналогичных свойств и характеристик для обычных, давно известных радиационных дефектов того же состава. Установлено, что дефекты с новыми свойствами формируются при наличии в кристаллах наноразмерных кластеров [10]. В областях, где присутствуют нанокластеры, изменяется кристаллическое поле, что приводит к трансформации характеристик расположенных там дефектов. Поэтому в дальнейшем будем называть такие дефекты прикластерными радиационными дефектами (КРД) или прикластерными центрами окраски (КЦО). С использованием методики, развитой для кристаллов LiF, КЦО созданы и изучены также во фторидах натрия и магния [11]. Обсужденный в [11] механизм образования кластеров пригоден для ионных кристаллов, например, для галогенидов, оксидов. Таким образом, формирование КЦО возможно в большом числе кристаллов. Это обстоятельство позволяет расширить области возможного применения кристаллов с такими дефектами.

Объекты и методы исследования

Исследовались экспериментальные образцы LiF, NaF и MgF_2 в виде монокристаллических пластинок, нанокристаллов (НК) размерами менее 1 мкм и таблеток, спрессованных из нанокристаллов. С целью получения спектров поглощения изучаемые объекты создавались также в виде оптической керамики.

НК изготавливались путем механического дробления номинально чистых кристаллов. Радиационные дефекты создавались гамма квантами от источника ^{60}Co. Облучение образцов проводилось как при комнатной температуре, так и при температуре жидкого азота ($T_{обл}$ = 77 K). После окончания облучения образцы извлекались из жидкого азота и отжигались не менее суток при комнатной температуре. Во время отжига формировались агрегатные ЦО. При реализации второго варианта облучения температура облучения $T_{обл}$ = 77 K < T_u, где T_u – температура подвижности анионных вакансий u_a (в дальнейшем – вакансии), и во время облучения вакансии, в отличие от первого варианта, не диффундируют по кристаллу.

Некоторые образцы облучались электронами с энергией 4 МэВ и флюенсом 10^{13} электрон/см^2 при комнатной температуре. Электронный пучок, получаемый от линейного ускорителя электронов "Электроника ЭЛУ-4", воздействовал на образцы в течение нескольких секунд. При этом в период облучения создаваемые вакансии не имели возможности продиффундировать по образцу на расстояние, достаточное для встречи с партнерами по реакциям. Подвижность вакансий во время воздействия на образцы γ-лучами при комнатной температуре приводила к увеличенному отношению концентраций создаваемых ЦО типа F_2 и F_3^+ по сравнению с отношением, получаемым

при двух других вариантах облучения: электронами при комнатной температуре или γ-квантами при температуре жидкого азота. (Здесь и ниже для ЦО используются обозначения F_n, F_n^+, F_n^-, где нижний индекс "n" – это число вакансий u_a, входящих в дефект; верхний символ "+" или "–" (отсутствие символа) означает недостаток или избыток (равенство) электронов в дефекте по сравнению с числом вакансий. КЦО будут обозначаться добавлением индекса "К" перед числом вакансий.)

Спектры фотолюминесценции (ФЛ) и ее возбуждения (ВФЛ) регистрировались на спектрофлуориметре SM-2203 (SOLAR, Беларусь) при температурах 293 и 77 K. При температуре 293 K измерялись спектры не только порошков и таблеток, но и нанокристаллов, помещенных в иммерсионную жидкость. Во всех случаях интенсивности ФЛ были пропорциональны концентрациям соответствующих ЦО.

Поляризационные измерения с использованием призм Глана в качестве поляризаторов также выполнялись на том же спектрофлуориметре. Определялась степень поляризации $P = (I_{\|} - I_{\perp})/(I_{\|} + I_{\perp})$ люминесценции, где $I_{\|}$ и $I_{\perp}$ – интенсивности ФЛ с поляризацией соответственно параллельной и перпендикулярной поляризации возбуждающего излучения. Определения степени поляризации люминесценции для нанокристаллов, не помещенных в иммерсионную жидкость, и таблеток были невозможны из-за искажающего влияния рассеяния. Поэтому находилась поляризация ФЛ нанокристаллов, расположенных в глицерине между двумя кварцевыми пластинками.

Кинетика затухания ФЛ измерялась методом коррелированного по времени счета фотонов. Люминесценция возбуждалась импульсами излучения светодиодов длительностью менее 1 нс. По кривым затухания находились времена жизни ФЛ.

В некоторых экспериментах НК предварительно, до облучения радиацией, отжигались при различных температурах. Для этого образец помещался в печь. Под температурой отжига $T_{отж}$ в дальнейшем будет пониматься постоянная температура, при которой образец выдерживается в печи в течение 1 часа.

Исследовались также характеристики радиационных дефектов в кристаллических пластинках из LiF, подвергнутых до γ-облучения воздействию импульсного лазерного излучения. Использовался Nd:YAG лазер с модулированной добротностью и с параметрами: длина волны излучения λ = 1.06 мкм, длительность импульса τ = 8 нс, энергия в импульсе E = 16 мДж. Излучение лазера фокусировалось в объем образца линзой с фокусным расстоянием 2 см. Изображения созданных в кристалле лазерным излучением дефектов получены с помощью микроскопа Nicolet Continuμm FT–IR Microscope (Thermo Fisher Scientific, США), Каждый лазерный импульс разрушает кристалл в области фокуса. От центрального пятна разрушения отходят трещины, ориентированные, в основном, вдоль кристаллографических плоскостей {100}. Контролировалось, чтобы образуемые лазером дефекты формировались только в объеме и не выходили на поверхность. В результате изготавливался кристалл, одна половина которого содержала каверны и иные механические дефекты, а вторая была свободной от них. Этот кристалл затем облучался гамма квантами. Второй из подвергнутых лазерному воздействию кристаллов отжигался при T = 350 °C в течение 1 ч до облучения γ-квантами.

Результаты эксперимента и обсуждение

Проведенные эксперименты позволили выделить КЦО, формирующиеся в фрагментированных кристаллах LiF, NaF и MgF_2 после радиационного воздействия. Информацию о различии абсорбционных и люминесцентных характеристик прикластерных и обычных, так называемых объемных, ЦО можно получить сравнением характеризующих их спектров ВФЛ и ФЛ. Спектры, присущие обычным радиационным ЦО, сформированным в объеме кристалла, регистрировались в кристаллических пластинках.

Идентификация КЦО (число вакансий и заряд) проводилась по результатам дополнительных экспериментальных исследований, включающих поляризационные измерения, фототрансформации создаваемых дефектов и температурные отжиги.

В кристаллах LiF были идентифицированы следующие типы КЦО: F_{K2}^+, F_{K2}, F_{K2}^-, F_{K3}^+ и F_{K3}. Показано, что спектры ВФЛ для КЦО в отличие от таких спектров для

обычных ЦО состоят из двух (F_{K2}^+ и F_{K2} КЦО) или трех (F_{K2}^-, F_{K3}^+ и F_{K3} КЦО) близких по интенсивности полос. Это свидетельствует об асимметрии кристаллического поля в местах расположения КЦО. Сравнение спектров ФЛ и ВФЛ КЦО и ЦО одного и того же состава показывает, что сдвиги Стокса для пар F_{K2} и F_2, F_{K3}^+ и F_3^+, F_{K3} и F_3 больше для ЦО, а для пар F_{K2}^- и F_2^-, F_{K2}^+ и F_2^+ – для КЦО. Следовательно, для пар F_{K2} и F_2, F_{K3}^+ и F_3^+, F_{K3} и F_3 электрон-фононное взаимодействие больше для ЦО, а для пар F_{K2}^- и F_2^-, F_{K2}^+ и F_2^+ – для КЦО. Выяснение причин(ы) таких соотношений электрон-фононного взаимодействия требует дальнейших исследований.

Для примера на рисунках 1 и 2 приведены спектры ФЛ и ВФЛ для нейтральных и положительно заряженных двухвакантных ЦО и КЦО в кристаллах LiF.

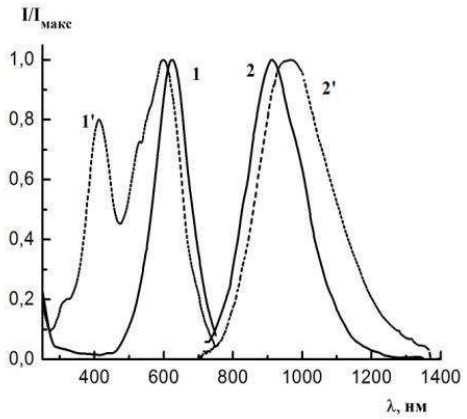


Рисунок 1 -
Спектры ВФЛ (1, 1′) и ФЛ (2, 2′) для F_2^+ ЦО (сплошные кривые) и F_{K2}^+ КЦО (штриховые кривые)

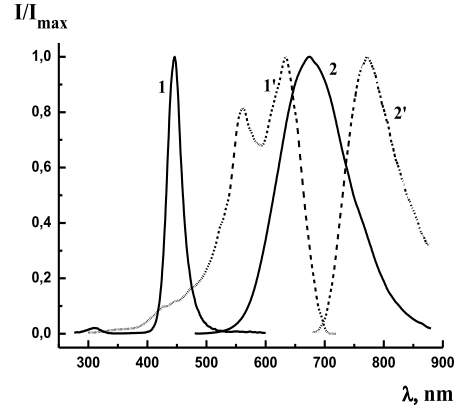


Рисунок 2 -
Спектры ВФЛ (1, 1′) и ФЛ (2, 2′) для F_2 ЦО (сплошные кривые) и F_{K2} КЦО (штриховые кривые)

Аналогично фториду лития в нанокристаллах NaF обнаружены те же типы КЦО за исключением F_{K3}.

Исследовались также фрагментированные кристаллы MgF_2, облученные электронами или гамма квантами, в которых найдены три типа радиационных дефектов с неизвестными ранее характеристиками. Следует отметить, что эти дефекты не образуются в случае дорадиационного отжига образцов в течение одного часа при температуре 823К.

Заключение

Использование люминесцентных методов исследования позволило обнаружить прикластерные радиационные центры окраски в фрагментированных кристаллах LiF, NaF и MgF_2. Установлены типы дефектов (количество вакансий и электронов).

Спектры люминесценции и возбуждения люминесценции для прикластерных центров окраски, содержащих более одной анионной вакансии, отличны от соответствующих спектров для обычных радиационных центров данного типа. Эти отличия проявляются как в структуре спектров, так и положениях максимумов полос.

Увеличение температуры дорадиационного отжига образцов от комнатной до 250 ^oC приводит к значительному уменьшению эффективности создания прикластерных радиационных центров окраски. При температурах дорадиационного отжига 350 ^oC и выше прикластерные центры окраски после гамма облучения не обнаруживаются.

ЛИТЕРАТУРА

1. V. Kozlovski, V. Abrosimova. Radiation Defect Engineering (Selected Topics in Electronics and Systems), Singapore, World Scientific Pub. Co. (2005)

2. T.T. Basiev, P.G. Zverev, S.B. Mirov. In “Handbook of Laser Technology and Applications”, Eds. C.E. Webb, J.D.C. Jones, Philadelphia, Boca Raton, Taylor & Francis Group, CRC Press (2003) 499–522

3. R.M. Montereali. In “Handbook of Thin Film Materials”, Ed. H.S. Nalwa, New York, Academic Press, 3 (2002) 399–431

4. А.П. Войтович, В.С. Калинов, Ю.В. Лойко, Н.Н. Науменко, Л.П. Рунец, А.П. Ступак. Журн. прикл. спектр., 75, № 1 (2008) 102–110

5. U. Malaske, C. Tegenkamp, M. Henzler, H. Pfnür. Surf. Sci., 408, № 1-3 (1998) 237–251

6. V. Zielasek, T. Hildebrandt, M. Henzler. Phys. Rev. B, 62, № 4 (2000) 2912–2919

7. A. P. Voitovich, V. S. Kalinov, M. V. Korzhik, E. F. Martynovich, L. P. Runets, A. P. Stupak. Radiat. Eff. Def. Solids, 168, N 2 (2013) 130–136

8. A. P. Voitovich, V. S. Kalinov, A. P. Stupak, A. N. Novikov, L. P. Runets. J. Lumin., 157 (2015) 28–34

9. R. M. Montereali, A. P. Voitovich. In “Nano-Optics: Principles Enabling Basic Research and Applications”, Eds. B. Di Bartolo, J. Collins, L. Silvestri, Springer, Dordrecht (2017) 149–171

10. A. P. Voitovich, P. A. Loiko, X. Mateos, L. P. Runets, J. M. Serres, A. P. Stupak. J. Lumin., 188 (2017) 75–80

11. A. P. Voitovich, V. S. Kalinov, P. A. Loiko, E. F. Martynovich, X. Mateos, A. N. Novikov, P. P. Pershukevich, L. P. Runets, J. M. Serres, A. P. Stupak. J. Lumin., 201 (2018) 57–64

ФАЗОВАЯ СТАБИЛЬНОСТЬ И РАДИАЦИОННАЯ СТОЙКОСТЬ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПОКРЫТИЙ TiCrN

Комаров Ф.Ф.[1], Константинов С.В.[1], Стрельницкий В.Е.[2]
[1] НИУ «Институт прикладных физических проблем им. А.Н. Севченко» БГУ, 220045 ул. Курчатова 7, г. Минск, Беларусь komarovF@bsu.by mymail3000@tut.by
[2] Национальный научный центр Харьковский физико-технический институт, 61108 ул. Академическая 1, г. Харьков, Украина

Усовершенствование атомных реакторов и интенсификация их работы вызывает необходимость разработки и создания новых радиационно-стойких материалов. Эффективным путём повышения радиационной стойкости материалов является создание большого числа стоков для точечных дефектов структуры, индуцируемых облучением. Наноструктурированный материал, обладающий большой интегральной протяжённостью границ зёрен, может обладать повышенной стойкостью к облучению [1-3]. В этой связи актуальной является разработка наноструктурированных радиационно-стойких нитридных покрытий.

Исследования проводились на образцах покрытий TiCrN, сформированных методом сепарируемого вакуумно-дугового осаждения на подложках из нержавеющей стали марки 12Х17. Для нанесения покрытий были использованы катоды различного состава: 1) 80 масс. % Ti, 20 масс. % Cr; 2) 68 масс. % Ti, 32 масс. % Cr; 3) 58 масс. % Ti, 42 масс. % Cr. Толщина покрытий составила величину 2–4 мкм.

С целью изучения радиационной стойкости покрытия облучались на ускорителе лёгких ионов AN 2500 ионами гелия с энергией 500 кэВ, флюенсами от $5 \cdot 10^{16}$ ион/см^2 до $3 \cdot 10^{17}$ ион/см^2. Далее проводился отжиг облучённых покрытий в атмосфере аргона при температуре 773 K, в течении 15 минут с целью смоделировать длительную эксплуатацию в ядерном реакторе. Элементный состав полученных покрытий анализировался методом спектроскопии резерфордовского обратного рассеяния (РОР) ионов гелия. Структура исследовалась методом рентгеноструктурного и фазового анализа на дифрактометре ДРОН-3. Морфология поверхности изучалась оптической микроскопией, микрофотографии были получены цифровой камерой CANON. Были также проведены исследования структуры исходных и облученных образцов на сканирующем электронном микроскопе Hitachi SU3400. Микротвердость покрытий TiCrN измеряли вдавливанием по методу восстановленного отпечатка по ГОСТ 9450-76. Износостойкость исходных и облученных покрытий TiCrN исследовалась на машине трения, подробное описание которой можно найти в [4].

Методом РОР установлено, что элементы в покрытиях TiCrN распределены равномерно и однородно по толщине, градиенты концентраций отсутствуют. Не обнаружено содержания кислорода и прочих вредных примесей. Этот факт свидетельствует о высоком качестве полученных покрытий. По результатам РОР можно предположить, что титан и хром находятся в фазе нитрида и не образуют других фаз. По результатам предыдущих исследований установлена возможность проникновения азота в подложку при нанесении покрытий методами реактивного магнетронного напыления и сепарируемого вакуумно-дугового осаждения с образованием диффузионного слоя толщиной до 100 нм между подложкой и покрытием [4]. Наличие такого слоя способно значительно повысить адгезионную прочность сцепления покрытия с подложкой.

Обнаружено, что после облучения покрытия $Ti_xCr_{1-x}N$ сохраняют однофазную структуру при x=0,68 и x=0,58 и двухфазную структуру при x=0,8. Текстурированность покрытий TiCrN типа (110) также сохраняется после облучения во всех случаях. Обнаружено смещение пиков дифракции от ГЦК фазы покрытия (Ti, Cr)N (200), (Ti, Cr)N (220), (Ti, Cr)N (400) в область больших углов дифракции, что свидетельствует об уменьшении периода кристаллической решетки покрытия TiCrN.

Обнаружен также эффект уменьшения среднего размера кристаллитов покрытия $Ti_xCr_{1-x}N$ после облучения ионами гелия с энергией 500 кэВ и флюенсом $2 \cdot 10^{17}$ ион/см^2. Так при x=0,8 средний размер кристаллитов фазы (Ti, Cr)N после облучения

уменьшился на 12,5 нм с 19 нм до 6,5 нм, при x=0,68 уменьшился на 5,3 нм с 16 нм до 10,7 нм, при x=0,58 уменьшился на 2,4 нм с 13 нм до 10,6 нм.

Наблюдающееся уменьшение среднего размера кристаллитов покрытий TiCrN после облучения ионами гелия может быть связано с увеличением объема аморфной межкристаллитной прослойки в структуре покрытия за счет накопления в ней мигрировавших из объема кристаллита радиационно-индуцированных дефектов – так же, как и в случае покрытий TiN, TiAlN, TiAlYN, (TiHfZrVNb)N, изученных ранее [5-7]. Это подтверждает эффективность границ кристаллитов как стоков для радиационно-индуцированных дефектов. Подобных зависимостей в предыдущих исследованиях в литературе не найдено. Результаты рентгеноструктурного и фазового анализа наноструктурированных покрытий TiCrN после облучения ионами He^+ с энергией 500 кэВ и флюенсом $2\cdot10^{17}$ ион/см^2 свидетельствуют в пользу их радиационной стойкости и фазовой стабильности.

Облучение наноструктурированных покрытий $Ti_xCr_{1-x}N$ всех составов ионами гелия с энергией 500 кэВ слабо сказывается на их микротвердости до флюенса $2\cdot10^{17}$ ион/см^2, как это видно из рисунка 1.

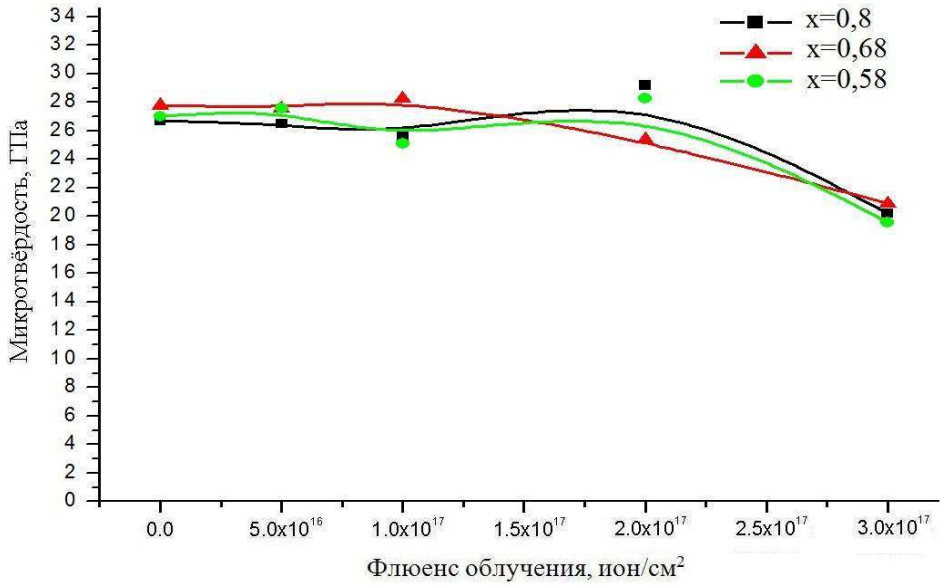


Рисунок 1 – Микротвердость покрытий $Ti_xCr_{1-x}N$ 0,8≤x≤0,58 после облучения ионами гелия с энергией 500 кэВ

До данного флюенса облучения изменения значений микротвердости не превышают 1-1,5 ГПа. При флюенсе облучения $2\cdot10^{17}$ ион/см^2 покрытия $Ti_xCr_{1-x}N$ с x=0,8 и x=0,58 упрочняются на 3,2-3,5 ГПа, покрытие с x=0,68 разупрочняется на 3 ГПа. При флюенсе облучения равном $3\cdot10^{17}$ ион/см^2 наноструктурированные покрытия $Ti_xCr_{1-x}N$ всех составов разупрочняются до величины микротвердости 20-20,5 ГПа. Замечено, что элементный состав при изменении x от 0,58 до 0,8 слабо влияет на характер изменения микротвердости покрытий $Ti_xCr_{1-x}N$ после облучения ионами гелия с энергией 500 кэВ в диапазоне флюенсов $5\cdot10^{16}$ ион/см^2 – $2\cdot10^{17}$ ион/см^2. Следует отметить, что изменение микротвердости покрытий TiCrN после облучения происходит в меньшем диапазоне величин, чем в случае покрытий TiN, TiAlN, TiAlYN, (TiHfZrVNb)N [5-7].

Наименьший массовый износ наблюдается у покрытия $Ti_xCr_{1-x}N$ при x=0,58 – 0,46 мкг, при x=0,8 он равен 0,58 мкг, при x=0,68 – 0,56 мкг. Относительный коэффициент трения покрытий $Ti_xCr_{1-x}N$ варьируется в диапазоне 0,2-0,4 и уменьшается в увеличением концентрации хрома от x=0,8 до x=0,58. Обнаружено, что после облучения ионами гелия с энергией 500 кэВ флюенсом $3\cdot10^{17}$ ион/см^2 массовый износ покрытий при тех же условиях трения увеличивается с 0,58 мкг до 0,87 мкг при x=0,8, с 0,56 мкг до 1,07 мкг при x=0,68, с 0,46 мкг до 0,86 мкг при x=0,58.

Заключение. Установлено, что облучение наноструктурированных покрытий $Ti_xCr_{1-x}N$ в диапазоне составов $0,8 \le x \le 0,58$ ионами гелия с энергией 500 кэВ не приводит к заметным структурно-фазовым изменениям и разупрочнению до флюенса $2 \cdot 10^{17}$ ион/см^2. Указанный флюенс ионов гелия является критическим и достаточным для начала процесса разрушения наноструктурированных покрытий $Ti_xCr_{1-x}N$ до глубины локализации максимума имплантированной примеси и сгенерированных радиационных дефектов. Обнаружено, что облучение в диапазоне флюенсов $5 \cdot 10^{16}$ ион/см^2 – $3 \cdot 10^{17}$ ион/см^2 не приводит к фазовой сегрегации твердого раствора (Ti Cr)N, выделения новых фаз отсутствуют, микроблистеринг также не зафиксирован. Облучение с последующим отжигом приводят к уменьшению среднего размера кристаллитов покрытий от 13-19 нм до 6,5-10,6 нм. Облучение наноструктурированных покрытий $Ti_xCr_{1-x}N$ всех составов ионами гелия с энергией 500 кэВ слабо сказывается на их микротвердости до флюенса $2 \cdot 10^{17}$ ион/см^2. Установлено увеличение массового износа покрытий $Ti_xCr_{1-x}N$ с увеличением флюенса облучения ионами гелия с энергией 500 кэВ. Таким образом, наноструктурированное покрытие $Ti_xCr_{1-x}N$ при $0,58 \le x \le 0,8$ демонстрирует высокую радиационную стойкость и перспективно для применения на оболочках ТВЭЛов ядерных реакторов.

Список литературы

1. Р.А. Андриевский. // Нанообзоры. – 2011. – Т. 6. – № 5-6. – С. 34-42.

2. Р.А. Андриевский. // Успехи физических наук. – 2014. – Т. 184. – № 10. – С. 1017-1032.

3. T.D. Shen. // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B. – 2008. – V. 266. – P. 921-925.

4. F.F. Komarov, V.M. Konstantinov, A.V. Kovalchuk, S.V. Konstantinov, H.A. Tkachenko. // Wear. – 2016. – V. 352-353. – P. 92-101.

5. Ф.Ф. Комаров, С.В. Константинов, В.Е. Стрельницкий. // Доклады НАН Беларуси. – 2014. – Т. 58, – № 6. – С. 22-27.

6. F.F. Komarov, A.D. Pogrebnyak, S.V. Konstantinov. // Technical Physics. – 2015. – V. 60. – №. 10. – P. 1519-1524.

7. Ф.Ф. Комаров, С.В. Константинов, В.Е. Стрельницкий, В.В. Пилько. // Журнал технической физики. – 2016. – Т. 86. – № 5 – С. 57-63.

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРИМЕСНЫХ ФАЗ В НЕОДНОРОДНЫХ СЕГНЕТОЭЛЕКТРИЧЕСКИХ КРИСТАЛЛАХ TGS МЕТОДОМ СКАНИРУЮЩЕЙ ЕМКОСТНОЙ СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ

Гайнутдинов Р.В.[1], Толстихина А.Л.[1],. Лашкова А.К.[1], Белугина Н.В.[1], Шут В.Н.[2], Мозжаров С.Е.[2], Кашевич И.Ф. [3]

[1]Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия,

[2]Институт технической акустики НАН Беларуси, г. Витебск, Беларусь,

[3]ВГУ им.П.М. Машерова, г. Витебск, Беларусь, kashevich@tut.by

Сканирующая емкостная силовая микроскопия (СЕСМ) − одна из электрических модификаций атомно-силовой микроскопии (АСМ), которая является косвенным методом измерения пространственных вариаций электрической емкости системы зонд-образец. Она позволяет получать емкостные изображения поверхности проводящих и диэлектрических образцов в нанометровом масштабе и извлекать информацию о скрытых структурах и неоднородностях в этих материалах [1,2]. СЕСМ, следуя классическому макроскопическому способу определять степень легирования полупроводников на основе зависимости C(U), стала методом контроля двумерного распределения легирующей примеси в устройствах микроэлектроники. В полупроводниковой индустрии этот метод нашел применение для анализа работы и отказов устройств, визуализации эффектов ионной имплантации и характеризации локальных электрических параметров эпитаксиальных

К сегнетоэлектрикам, насколько можно судить по ограниченному количеству публикаций, метод СЕСМ пока применялся редко, и потенциал его в данном плане еще не раскрыт. Для эффективного управления характеристиками сегнетоэлектрика крайне актуальны получение и изучение свойств легированных примесью кристаллов. Искусственное создание дефектных зон, распределенных в объеме кристалла по определенному закону благодаря внедрению специальных примесей, качественно изменяет свойства и характер доменной структуры и во многих случаях приводит к формированию регулярной доменной структуры в процессе роста кристалла. Для решения указанных задач требуется развитие комбинированных методов исследования доменной структуры и распределения примеси в кристалле на основе АСМ.

Целью данной работы было изучение потенциальных возможностей бесконтактной СЕСМ в исследовании неоднородных сегнетоэлектриков на примере полосчатых монокристаллов TGS – TGS+Cr. В работе обсуждаются методические аспекты визуализации пространственного распределения легирующей примеси, особенности получения емкостных изображений высокого разрешения при использовании второй и третьей гармоники детектируемого сигнала, интерпретации природы наблюдаемого контраста и оценки чувствительности метода. Для извлечения дополнительной информации измерялись поверхностный потенциал, пьезоэлектрический отклик и топографический рельеф поверхности.

Кристаллы TGS – TGS+Cr были выращены скоростным методом при постоянной температуре роста 31.4°C (температура Кюри TGS – 49.15°C), пересыщение чистого раствора было 0.1°C, раствора с примесью – 0.5°C. Периодическое изменение состава достигалось путем роста затравки попеременно в растворах разного состава – в номинально чистом и содержащем легирующую примесь ионов хрома Cr^{3+}. Были изучены два типа полосчатых кристаллов с разным содержанием примеси: первый был выращен при концентрации хрома в растворе 5 мас%, второй − при 1.6 мас%.

Эксперименты по подготовке и исследованию поверхности образцов проводились в контролируемых условиях измерительного комплекса «TRACKPORE ROOM-05», класс чистоты 5 ИСО(100) с поддержанием влажности 35 отн. % ±1 % и температуры 24ºС ±0.05°C. Образцы изучали на сканирующем зондовом микроскопе NTEGRA Prima (НТ-МДТ) по стандартным методикам электрической АСМ. Для измерения поверхностной емкости применялась двухпроходная бесконтактная методика, в которой при первом проходе в процессе сканирования регистрируется

рельеф, а при повторном, проводимом на постоянном расстоянии кантилевера от поверхности при поданном переменном напряжении, измеряется амплитуда колебаний кантилевера на второй гармонике (2ω) [3].

Методом сканирующей микроскопии Кельвина (СМК), также двухпроходным, регистрировали распределение поверхностного потенциала на основе компенсационного принципа (постоянная компонента поданного напряжения Udc подбиралась таким образом, чтобы колебания кантилевера на частоте ω переменной компоненты напряжения отсутствовали). Доменную структуру изучали в контактном режиме микроскопии пьезоэлектрического отклика (МПО) путем измерения сигнала электромеханического отклика

Методами МПО, СМК и СЕСМ были получены контрастные изображения (размером 80×80 μm2) одного и того же участка полярной поверхности кристалла (1) с границей между полосами: чистой (TGS) и примесной (TGS+Cr). На МПО-изображении (рис. 1а) разница в контрасте (светлый, темный) обусловлена только переменой знака полярности 180°-доменов.

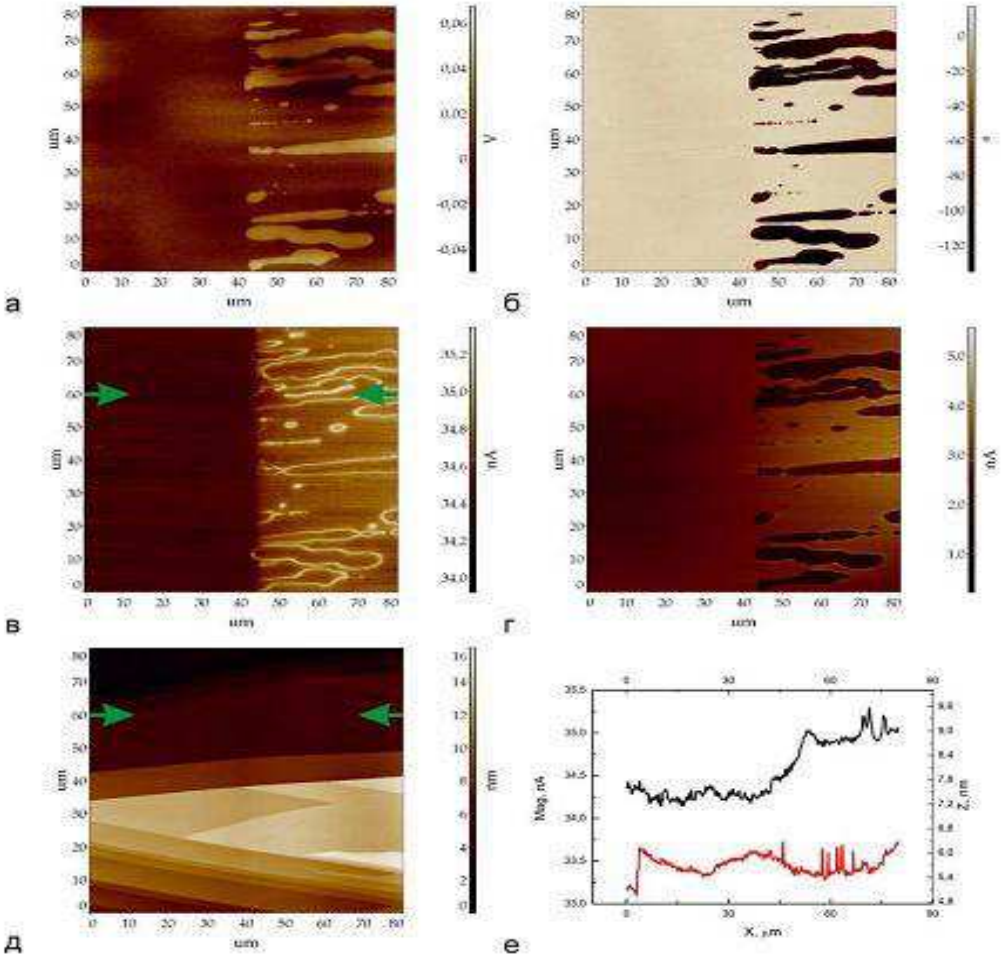


Рисунок 1 - Изображение одного и того же участка полярной поверхности кристалла TGS – TGS + Cr с границей между полосами TGS и TGS + Cr: пьезоотклик (а), поверхностный потенциал (б), емкость (dC/dZ) (в), дифференциальная емкость (dC/dU) (г), топография (д). Профили сечения dC/dZ (1) и dC/dU (2) (е). Кристалл 1 имел концентрацию хрома 5 мас%.

Местоположение примесной полосы предположительно можно определить по наличию мелкодисперсных доменов противоположного знака, выстроившихся вдоль линии границы и в самой полосе. Отчетливо различимы те же домены и на изображении поверхностного потенциала (рис. 1б), на основе которого определяется знак доменов. В нашем эксперименте светлый контраст на СМК-изображении соответствует доменам положительного знака. Как хорошо видно, на емкостном изображении (dC/dZ) (рис. 1в) снова повторяются те же детали, что служит прямым доказательством существования емкостного контраста, связанного с присутствием

доменов. В данном случае наблюдаются три варианта контраста: светлый, соответствующий доменным границам, темный – полосе чистого TGS, и еще один промежуточный серый − полосе с примесью хрома.

Разница в концентрации хрома в «чистых» и примесных полосах составила ~ 0.08 мас%, что дало ощутимое различие в сигнале, формирующем емкостное изображение полос. Серый контраст в нашем случае связан с присутствием примеси − в этом отношении метод СЕСМ оказывается более информативным, чем методы МПО и двухпроходный СМК (рис. 1а,б), не обладающие чувствительностью к примесному составу TGS и при отсутствии характерной мелкодисперсной доменной структуры не способные визуализировать примесную полосу.

Была сделана попытка оценить предельную концентрацию хрома, при которой еще наблюдается емкостной контраст на примесных полосах. Для этого был изучен другой кристалл (2), выращенный при меньшем в 3−4 раза содержании хрома. За счет пространственного изменения емкости на изображении также обнаруживалась примесная полоса с промежуточным серым контрастом. соответствующая примесной полосе. При данных условиях измерения разница в абсолютной величине сигнала между чистой полосой (темной) и примесной (серой) составляет ~ 3.5%; ее можно связать с различием в концентрации примеси соответствующих слоев.

Относительно оценки контраста на областях с градиентом примеси емкостных изображений по изменению амплитуды емкостного сигнала в 1−3.5 % следует заметить, что они носят приближенный характер, так как в каждом отдельном случае качество полученного изображения, зависит от параметров сканирования и наличия артефактов топографической природы.

Таким образом, было показано, что СЕСМ является перспективным методом визуализации примесных участков поверхности сегнетоэлектрика с наноразмерным пространственным разрешением, способным к выявлению очень малых величин градиента примеси (на уровне 0.02−0.08 мас%). Установленная высокая чувствительность СЕСМ к наличию примеси в кристалле дает возможность наблюдать сегнетоэлектрические структуры с периодически послойным изменением концентрации примеси и градиентом концентрации вдоль длины образца вне связи с доменной структурой и изучать профили распределения концентрации носителей заряда.

Список литературы

1. Lányi Š. Application of Scanning Capacitance Microscopy to Analysis at the Nanoscale. In Bhushan B., Fuchs H., Tomitori M. Applied Scanning Probe Methods VIII: Scanning Probe Microscopy Techniques (NanoScience and Technology) Springer. 2008. P.377–420.

2. Oliver R.A. // Rep. Prog. Phys. 2008. V. 71. P.076501 (37 pp) doi:10.1088/0034-4885/71/7/076501.

3. Быков В.А., Лосев В.В., Саунин С.А. Емкостная методика сканирующей силовой микроскопии в исследовании распределения легирующей примеси в кремнии. Труды Всерос. совещ. ”Зондовая микроскопия-99”. Нижний Новгород (1999). С.135–140.

КЕРАМИКА $(Ni_{1-x}Zn_x)Fe_2O_4$ С ПРОСТРАНСТВЕННЫМ ИЗМЕНЕНИЕМ СОСТАВА

Шут В.Н., Сырцов С.Р., Трубловский В.Л.
ГНУ «Институт технической акустики НАН Беларуси», г. Витебск, Беларусь
e-mail: shut@vitebsk.by

Благодаря своим уникальным свойствам ферроики находят широкое применение в различных областях науки и техники [1]. Для модификации свойств полярных материалов и адаптации к конкретным приложениям их легируют различными примесями. В этом плане перспективным подходом является создание структур с градиентом состава, когда примеси распределены в объеме материала не однородно, а по некоторому закону. Наибольший прогресс в этой области достигнут при формировании сегнетоэлектрических структур с градиентом состава (compositionally graded ferroelectrics) [2]. Объем исследований по другим типам ферроиков (в частности, магнитным) существенно меньше. Представляет интерес использование градиентных материалов в мультиферроиках – веществах, в которых сосуществование магнитной и сегнетоэлектрической подсистем приводит к появлению магнитоэлектрического (МЭ) эффекта. Теоретически предсказано, что МЭ константы в слоистых композитах (со связностью 2-2) значительно возрастают при использовании структур с градиентом состава (свойств) в качестве сегнетоэлектрической и (или) магнитной компоненты [3]. В работе [4] представлены результаты исследования многослойной керамики на основе феррита $(Ni_{1-x}Zn_x)Fe_2O_4$ со «стандартным» градиентом состава (плавное изменение состава по толщине образцов), полученных по толстопленочной технологии (методом шликерного литья). Процесс изготовления таких образцов имеет некоторые технологические трудности. Соседние слои имеют разное соотношение Ni/Zn. Соответственно отличаются температуры усадки и спекания слоев. В связи с этим сложно подобрать оптимальные режимы спекания. Зачастую имеет место деформация образцов. Это снижает их практическую привлекательность при использовании в качестве магнитной подсистемы МЭ элементов. Поэтому представляет интерес исследовать возможность получения градиентных магнитных слоев с другими типами пространственного изменения состава, позволяющих избежать указанных недостатков. Целью данной работы является получение керамики на основе никель-цинковых ферритов $(Ni_{1-x}Zn_x)Fe_2O_4$ со «встречным» градиентом состава (x = 0.2 → 0 → 0.2) и изучение их магнитных характеристик.

Были синтезированы порошки $(Ni_{1-x}Zn_x)Fe_2O_4$ трех составов: x = 0; 0.1; 0.2. Из приготовленных порошков методом шликерного литья получали пленки толщиной ~ 25 μm. Однородные структуры (с фиксированной концентрацией цинка) собирались из пленок одинакового состава. Для изготовления структур с градиентом состава (x = 0.2 → 0 → 0.2) совместно прессовались пленки различных составов ($(Ni_{0.8}Zn_{0.2})Fe_2O_4$ + $(Ni_{0.9}Zn_{0.1})Fe_2O_4$ + $NiFe_2O_4$ + $(Ni_{0.9}Zn_{0.1})Fe_2O_4$ + $(Ni_{0.8}Zn_{0.2})Fe_2O_4$) (по два слоя каждого состава). Из пакетов вырубались заготовки размерами 5.5×4.0 mm. Для уменьшения диффузионных процессов на границах слоев с различным составом был применен двухступенчатый режим спекания образцов. На первом этапе температура повышалась до максимального значения 1270°C (скорость нагрева составляла 400°C/ч), затем снижалась до 1100°C при которой осуществлялась выдержка в течение 3 h. Окончательная толщина многослойных образцов составляла ~ 260 μm. Полученные керамические образцы не имели видимых деформационных искажений.

Рентгеноструктурные исследования однородных образцов показали, что используемая технология синтеза позволяет получать однофазные структуры в диапазоне концентрации замещения никеля цинком x = 0−0.2. Результаты дифракционного анализа керамики составов $NiFe_2O_4$ и $(Ni_{0.8}Zn_{0.2})Fe_2O_4$ представлены на рис. 1. Видно, что дифракционные рефлексы (пики) смещаются в сторону меньших углов при изменении концентрации Zn от x = 0 до x = 0.2. Это указывает на увеличение объема ячейки при увеличении концентрации цинка и согласуется с влиянием размерного фактора для твердых растворов замещения, когда радиус иона замещения

цинка ($r(Zn^{2+})$ = 0.74 Å) больше, чем у замещаемого иона никеля ($r(Ni^{2+})$ = 0.69 Å (при координационном числе 6)). Параметр элементарной ячейки увеличивается от значения a = 8.34 Å (для x = 0) до 8.40 Å (при x = 0.2).

Рентгеноструктурный анализ градиентных структур показал, что положения дифракционных рефлексов (и параметры элементарных ячеек), полученные с поверхностей образцов, близки к значениям для соответствующих однородных материалов (a = 8.39 Å).

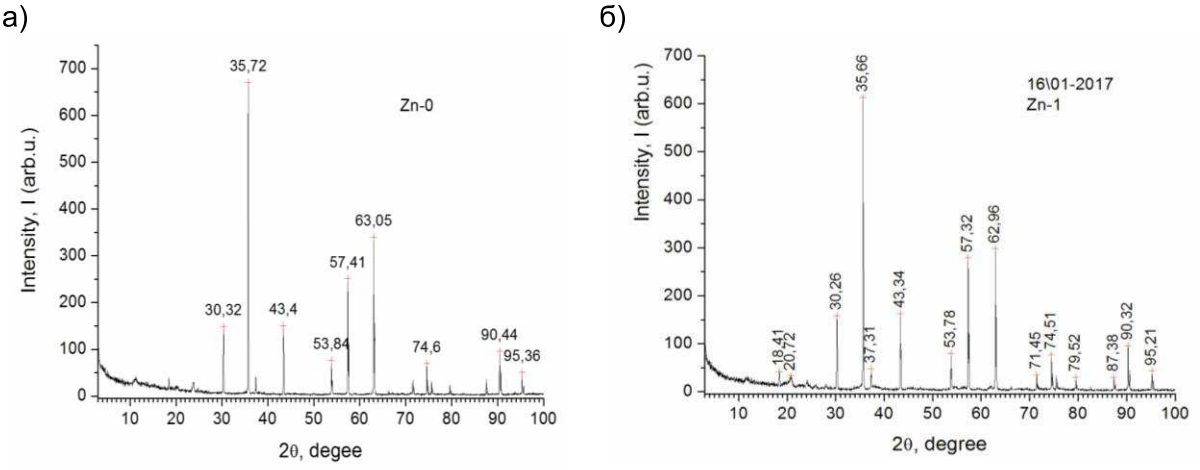


Рисунок 1 - Рентгенограммы керамики составов $NiFe_2O_4$ (а) и $(Ni_{0.9}Zn_{0.1})Fe_2O_4$ (б)

Данные электронной микроскопии подтвердили получение однофазной керамики. На рис. 2 представлены SEM-изображения поверхностей однородных образцов с различным содержанием цинка, а также поверхности градиентной пленки. Керамика имеет достаточно однородную структуру, размеры зерен составляют 2-5 мкм. В большинстве работ, посвященных исследованию микроструктуры твердых растворов феррита никеля цинка, отмечается, что с ростом концентрации цинка средний размер зерна увеличивается. В нашем случае эта тенденция не наблюдается. Известно, что параметры микроструктуры исследуемых материалов зависят не только от состава, но и от режимов спекания, характеристик (состояния) исходных оксидов [5]. В наших экспериментах для уменьшения диффузионных процессов использовался двухстадийный режим спекания. При низкой температуре на второй стадии (1100°C) процессы массопереноса замедлятся, и происходит дальнейшее уплотнение керамики без существенного роста кристаллитов. Отметим, что размеры зерен на поверхности ферритов со «встречным» градиентом несколько меньше, в сравнении с однородной керамикой соответствующего состава ($(Ni_{0.8}Zn_{0.2})Fe_2O_4$).

Исследование распределения элементов по толщине материалов $(Ni_{1-x}Zn_x)Fe_2O_4$ с (x = 0.2 → 0 → 0.2) подтверждают наличие градиента состава (рис. 3). Концентрация никеля возрастает в направлении от края (10.9 мол.%) к центру (13 мол.%) образца; содержание цинка, наоборот, минимально в центральной области. При этом в центральной области концентрация цинка отлична от нуля (составляет ~ 0.3 мол.%). Т.е. цинк диффундирует на глубину более 20 μ от границы слоев. Таким образом, используемый двухстадийный режим спекания позволяет достичь компромисса: обеспечить синтез керамики и сохранить при этом закономерно-неоднородное распределение химических элементов.

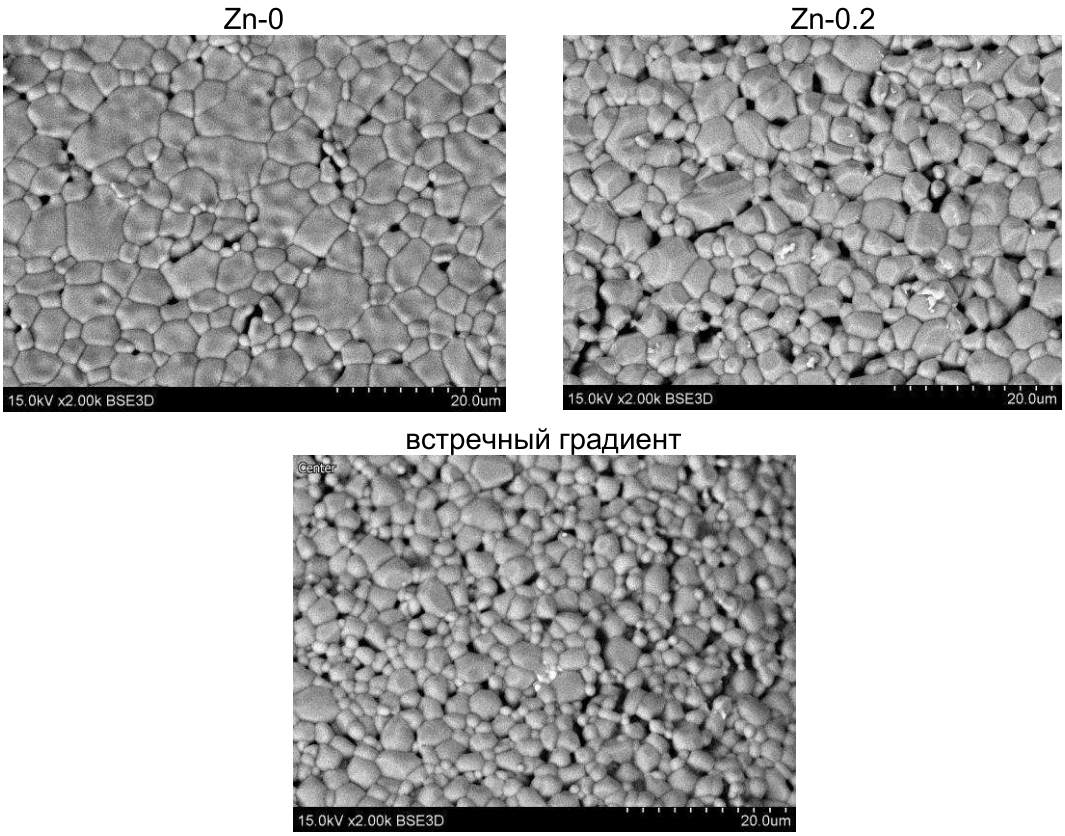


Рисунок 2 - SEM-изображения поверхности образцов

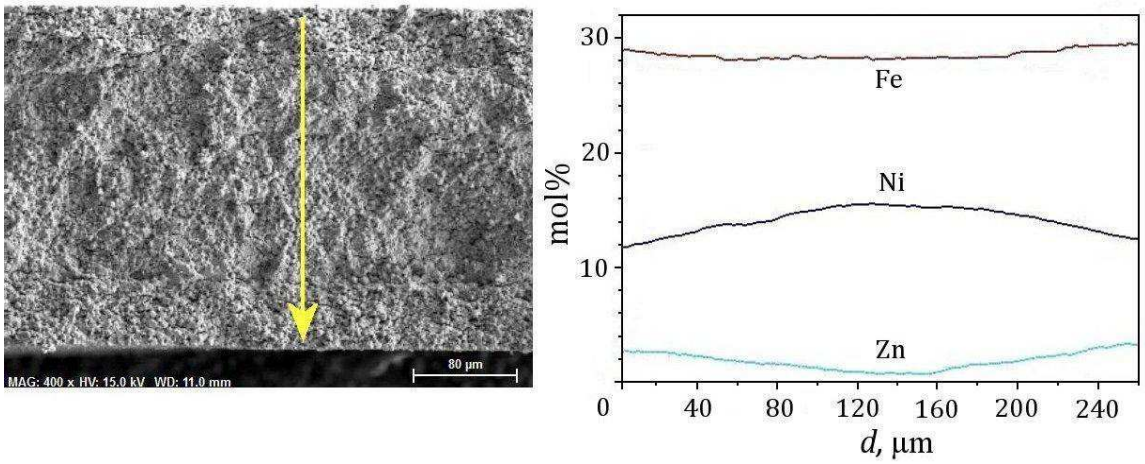


Рисунок 3 - Фотография торца керамики (слева) и распределение элементов по толщине образца (справа)

Зависимости удельной намагниченности от величины индукции магнитного поля $\sigma = f(B)$ изучены при комнатных температурах в геометрии параллельного и перпендикулярного направления магнитного поля относительно плоскости пленок

В однородных образцах удельная намагниченность увеличивается от σ = 46 $A \cdot m^2 \cdot kg^{-1}$ (при x=0) до σ = 57 $A \cdot m^2 \cdot kg^{-1}$ (при x=0.2). Феррит никеля является ферримагнетиком. Ферримагнитные свойства феррит никеля определяются сверхобменными A-O-B взаимодействиями между катионами, находящимися в тетрагональной (A) и октаэдрической (B) позициях шпинельной структуры. Магнитные моменты ионов направлены антипараллельно в этих подрешетках. Внедрение немагнитных ионов цинка на A-позиции приводит к вытеснению ионов F^{3+} в октаэдрические B позиции $((Fe^{3+}_{1-x}Zn^{2+}_{x})(Fe^{3+}_{1+x}Ni^{2+}_{1-x})O_4)$ и, соответственно, к увеличению разности намагниченности подрешеток. Т.о величина общей

намагниченности феррита возрастает по мере увеличения концентрации цинка до значения x = 0.4, при которой происходит снижение уровня обменного взаимодействия между ионами A и B подрешеток [1]. Значения намагниченности в состоянии насыщения при различных геометриях эксперимента практически одинаковы. При этом существенно увеличивается напряженность магнитного поля (~10 раз), необходимая для достижения насыщения в случае приложения поля перпендикулярно плоскости пленки. Это обусловлено влиянием размагничивающего фактора при данной геометрии эксперимента (толщина образцов существенно меньше размеров поверхности).

Петли магнитного гистерезиса градиентных материалов являются симметричными по обеим осям. Искажений в виде перетяжек также не наблюдается. Значение намагниченности близко к соответствующему значению для образцов с x=0.1 (σ = 56 $A \cdot m^2 \cdot kg^{-1}$). Ранее нами было показано, что интегральная петля магнитного гистерезиса многослойной структуры (x = 0 → 0.2) может быть получена «суммированием» ординат петель магнитного гистерезиса отдельных слоев керамики.

При геометрии эксперимента, когда внешнее поле коллинеарно градиенту величины намагниченности (или градиенту состава) – $\boldsymbol{H} \parallel \nabla \sigma$, теоретически предсказана возможность формирования внутреннего магнитного поля $\boldsymbol{H}_{int}$, приводящего к сдвигу петли гистерезиса [6]. Согласно соотношению $\boldsymbol{H}_{int} = -\int \frac{dM}{dz} dz$, при созданной в исследуемых образцах величине градиента намагниченности, горизонтальный сдвиг петли должен быть значительным (~ 0.1 Т). Однако, в пределах погрешности эксперимента, сдвига петли гистерезиса (ни по оси удельной намагниченности σ, ни по оси магнитной индукции B), свидетельствующего о наличии в градиентных материалах внутреннего поля, нами обнаружено не было (рис. 4). Т.е. эффект возникновения внутренних полей, наблюдаемый в тонкопленочных градиентных структурах [6], в объемных материалах не реализуется. Причины такого расхождения эксперимента с теорией проанализированы в работе [4] и могут быть связаны с формированием полидоменной структуры в объемных материалах, что препятствует возникновению внутреннего магнитного поля.

Список литературы:

1. A. J. Moulson and J. M. Herbert. Electroceramics: Materials, Properties, Applications. 2nd Edition. John Wiley & Sons. 2003. 557 p.

2. В.Н. Шут, С.Р. Сырцов, В.Л. Трубловский. Поляризационные характеристики градиентных толстых пленок $Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$ ФТТ. 2011, Т. 53, № 9. С. 1761-1767.

3. J. Ma, J. Hu, Z. Li, C.-W. Nan. Recent Progress in Multiferroic Magnetoelectric Composites: from Bulk to Thin Films. Adv. Mater. 2011, V.23. P.1062.

4. В.Н. Шут, С.Р. Сырцов, Л.С. Лобановский, К.И. Янушкевич. Кристаллическая структура и магнитные свойства керамики $(Ni_{1-x}Zn_x)Fe_2O_4$ с градиентом состава. ФТТ. 2016, Т 58, № 10. С. 1907-1912.

5. A. Verma, T.C. Goel, R.G. Mendiratta, P. Kishan. Magnetic properties of nickel-zinc ferrites prepared by the citrate precursor method. J.Magnetism and Magnetic Materials. 2000, V. 208. P. 13-19.

6. J.V. Mantese, A.L. Micheli, N.W. Schubring, R.W. Hayes, G. Srinivasan, S.P. Alpay. Magnetization-graded : The magnetic analogs of semiconductor junction elements. Appl. Phys. Lett. 2005. V. 87, 082503.

МОРФОЛОГИЯ И ДИСПЕРСНОСТЬ ПОРОШКОВ МАГНЕТИТА, ПОЛУЧЕННЫХ ПРИ ВОЗДЕЙСТВИИ УЛЬТРАЗВУКА

Шут В.Н., Мозжаров С.Е.
Институт технической акустики НАН Беларуси, г. Витебск, Беларусь;
Витебский государственный технологический университет, г. Витебск, Беларусь
e-mail: shut@vitebsk.by

Магнитные наночастицы имеют очень широкий спектр практических применений: магнитные уплотнители и магнитные чернила для банковских чеков, магнитные носители информации и многочисленные биомедицинские приложения.[1] При этом, для каждого конкретного применения, магнитные наночастицы должны иметь разные свойства. В большинстве приложений магнитные материалы работают лучше всего, если их размер ниже некоторого критического значения, который зависит от состава материала и обычно составляет около 10–20 нм. При таких размерах магнетики переходят в однодоменное состояние и проявляют суперпарамагнитное поведение. Магнитный момент таких частиц может случайным образом менять направление под влиянием температуры, и при отсутствии внешнего магнитного поля средняя намагниченность равна нулю. Эта особенность делает суперпарамагнитные наночастицы очень привлекательными для широкого спектра биомедицинских применений, поскольку уменьшается риск образования агломератов при комнатной температуре. Тем не менее, неизбежна проблема, связанная с внутренней нестабильностью частиц малого размера в течение длительного периода времени. Ультрамелкодисперсные частицы имеют тенденцию образовывать агломераты, что бы уменьшить поверхностную энергию, что обусловлено большой площадью поверхности по отношению к объему. Более того, «голые» металлические наночастицы химически высокоактивны и легко окисляется на воздухе, что обычно приводит к потере магнетизма и диспергируемости. Поэтому для многих приложений крайне важно разработать стратегии защиты для химической стабилизации магнитных наночастиц против деградации во время или после синтеза. Дополнительно, для биомедицинских применений *in vivo* магнитные наночастицы должны быть нетоксичными и неиммуногенными. Основные области биомедицинского назначения магнитных наночастиц являются диагностика и инструменты исследований (биосенсоры, MRI, маркеры биомолекул, биосепарация и пробоподготовка, исследования молекулярного взаимодействия), а также адресное терапевтическое воздействие (целевая доставка терапевтических молекул, управляемая локальная гипертермия опухолей) [2-6].

Наиболее широкое применение в биомедицине получили суперпарамагнитные наночастицы оксида железа (Superparamagnetic iron oxide nanoparticles –SPION) , что обусловлено их низкой токсичностью и стабильностью магнитных характеристик . SPION представляют собой небольшие синтетические частицы γ-Fe_2O_3 (маггемит), Fe_3O_4 (магнетит) или α-Fe_2O_3 (гематит) с размерами от 10 до 100 нм. Суперпарамагнитные наночастицы оксида железа являются единственными клинически одобренными наночастицами оксидов металлов [7].

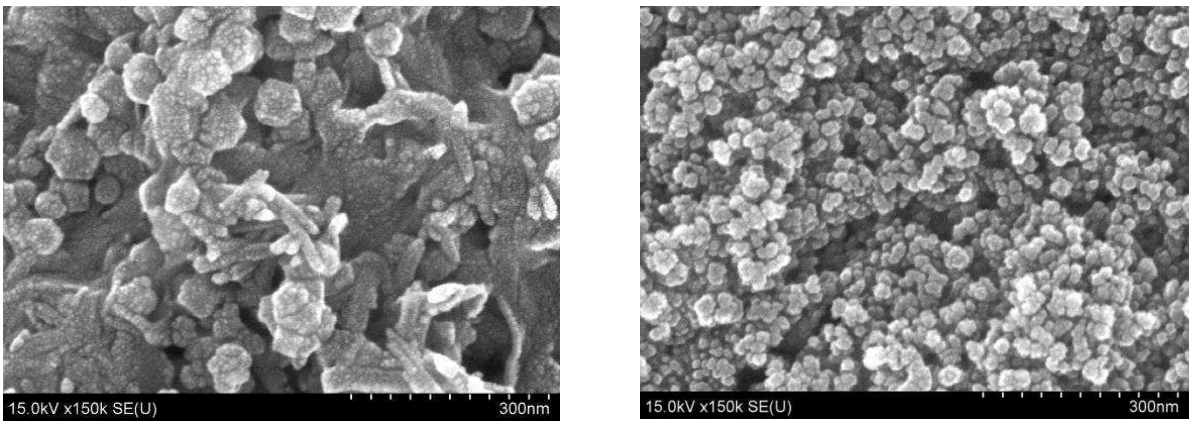
Наиболее распространенный способ получения наночастиц магнетита – жидкофазный метод химической конденсации, предложенный Элмором в 1938 году [8], в основе которого лежит процесс осаждения солей двух – и трехвалентного железа концентрированным водным раствором щелочи. Но, несмотря на длительную историю применения, наночастицы магнетита сохраняют огромный потенциал для использования в широком спектре биомедицинских приложений. Разработка методов получения магнитных порошков является наиболее важной проблемой, поскольку от способа синтеза зависят форма и размер наночастиц, распределение по размерам, морфология поверхности, доля структурных дефектов или примесей, распределение дефектов внутри кристаллитов. В совокупности все это определяет магнитные свойства и магнитное поведение материалов. В настоящее время наноструктурные материалы все более интенсивно получают с помощью методов, основанных на ультразвуковых эффектах, возникающих в жидких средах [9]. Воздействие УЗ излучения связано в первую очередь с развитием такого эффекта, как акустическая

кавитация, возникающего в среде при распространении ультразвука и представляющего собой эффективное средство превращения энергии звуковой волны низкой плотности в энергию высокой плотности, связанную с пульсациями и захлопыванием кавитационных пузырьков [10].

Ранее мы сообщали о получении Fe_3O_4 под действием ультразвука, при добавлении раствора аммиака в водный раствор солей двухвалентного и трехвалентного железа. Реакции образования магнетита происходит по следующей схеме:

$$Fe((II) + 2Fe(III) + 8NH_3 \bullet H_2O \rightarrow Fe_3O_4$$

Был проведен гранулометрический анализа магнетита с помощью прибора ANALYSETTE 22 MicroTec plus фирмы «FRITSCH». Среднеарифметический диаметр частиц магнетита уменьшался от 4.7 мкм (химическая реакция) до 0.49 мкм (химическая реакция при воздействии ультразвука). Метод лазерного сканирования не дает представления о морфологии частиц. Образовавшиеся конгломераты считаются за частицу крупных размеров. Соответственно, измеренный средний размер частиц получается большим, чем при микроскопическом анализе, результаты которого представлены ниже. На рисунке 1 показаны СЭМ-фотографии порошков магнетита, полученных без применения ультразвука и с использованием УЗ колебаний.



а б

Рисунок 1 – Морфология порошков магнетита, полученных без применения ультразвука (а) и с использованием УЗ колебаний (б)

Из сравнения СЭМ фотографий, видно, что ультразвук оказывает очень сильное влияние на дисперсность и морфологию полученного порошка. Обычно реакции осаждения проходят в два этапа – образование зародыша (ядра) и затем его рост. Для того чтобы получить однородные по размерам частицы (достигнуть монодисперсности) в таком процессе, эти две стадии должны быть отделенными друг от друга, и, кроме того, следует избегать зародышеобразования в процессе роста кристаллитов. При возникновении кавитации каждый захлопывающийся пузырек представляет собой источник, генерирующий какое-то количество центров кристаллизации [11]. Интенсивное перемешивание, сопровождающее кавитацию и образование большого количества зародышей, позволяет провести реакцию за короткое время, что способствует монодисперсности полученного продукта. Средний размер частиц магнетита полученного в условиях воздействия УЗ составлял 20-25 нм. Вторая характерная особенность материалов, полученных при УЗ воздействии, – округлая форма частиц (отсутствие острых углов). Этот момент очень важен в контексте применения магнетита при адресном терапевтическом воздействии. Например, для терапевтического лечения опухолей управляемой локальной гипертермией – методом, основанном на разогреве магнитных материалов, введенных в зону опухоли,

электромагнитными полями. В этом случае необходимо, с одной стороны, локализовать наночастицы в заданной области, а с другой равномерно распределить их в этой области. И этим требованиям соответствуют материалы, синтезированные при наложении ультразвуковых колебаний, поскольку имеют нанометрическиие размеры и форму близкую к сферической.

Список литературы:

1 Lu, A.-H. Magnetic Nanoparticles: Synthesis, Protection, Functionalization, and Application, Reviews /An-Hui Lu, E. L. Salabas, Ferdi Schuth// Angew. Chem. Int. Ed., 2007. – № 46 .– P.1222–1244.

2. Biological applications of magnetic nanoparticles / M. Colombo [et al.] // Chem. Soc. Rev., 2012. – Vol. 41 .– № 11. – P. 4306–4334.

3. Использование магнитных наночастиц в биомедицине / А.Г., Першина [и др.]// Бюллетень сибирской медицины, 2008. – № 2. – С.70–78.

4. Tartaj, P. The preparation of magnetic nanoparticles for applications in biomedicine/ P. Tartaj [et al.] // J. Phys. D: Appl. Phys., 2003 .– № 36. – R182–R197

5. Applications of magnetic nanoparticles in biomedicine/ Q. A. Pankhurst [et al.] //J. Phys. D: Appl. Phys., 2003. – №36. – R167–R181.

6. Medical Application of Functionalized Magnetic Nanoparticles, / Akira Ito [et al.]// Journal of bioscience and bioengineering, 2005. –Vol. 100.– № 1, P. 1–11.

7 Mohapatra, M., Anand, S. Synthesis and applications of nano-structured iron oxides/hydroxides – a review/ M. Mohapatra, S. Anand //International Journal of Engineering, Science and Technology, 2010 – Vol. 2. – № 8. – P. 127–146.

8. Elmore, W. C. Ferromagnetic Colloid. fox Studying Magnetic Structures /W. C. Elmore W. C // Phys. Rev., 1938, .– № 54. – P 309–310.

9. Mason, T.J. Applied Sonochemistry: Used of Power Ultrasound in Chemistry and Processing/ T.J Mason., J.P.Lorimer //Wiley, 2002. – 314 p.

10. Leighton, T.G. The Acoustic Bubble/ T.G. Leighton.– London: Academic Press, 1994. – 611 p.

11. Толочко, Н.К. Закономерности ультразвуковой кристаллизации растворов/ Н.К.Толочко, С.Е.Мозжаров// Веснік Віцебскага дзяржаўнага універсітэта, 2005 .– №2 (36) .– С. 118–121.

ИЗМЕНЕНИЕ СТРУКТУРЫ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ ПРИ ИМПУЛЬСНОМ ВОЗДЕЙСТВИИ ЭЛЕКТРОННЫМ ПУЧКОМ С ПЛОТНОСТЬЮ ЭНЕРГИИ ВБЛИЗИ ПОРОГА ПЛАВЛЕНИЯ TiNi

Нейман А.А.[1], Семин В.О. [1], Мейснер Л.Л. [1,2], Миронов Ю.П. [1]
[1] Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения
Российской академии наук (ИФПМ СО РАН), Томск, Россия
[2] Национальный исследовательский
Томский государственный университет, Томск, Россия
nasa@ispms.ru

Повышение коррозионной стойкости медицинских материалов, к которым относятся сплавы на основе никелида титана, является актуальной задачей инженерии поверхности. Как показали многочисленные исследования, воздействие низкоэнергетическими сильноточными электронными пучками (НСЭП) вызывает сверхбыстрые термические процессы, улучшающие физико-химические и прочностные свойства обрабатываемого материала. Использование такого метода обработки материала приводит к изменению химического состава, структурного и напряженно-деформированного состояний поверхностной области, что может снизить величину проявления эффектов сверхэластичности и памяти формы конечного изделия из TiNi. Использование НСЭП обработки с плотностью энергии, соответствующей порогу плавления обрабатываемого материала, позволит минимизировать влияние поверхностного модифицированного слоя на функциональные свойства.

Ранее проведенные численные расчеты [1] позволили определить значение плотности энергии НСЭП, при которой начинается плавление TiNi сплава, равное E_S = 2 Дж/см^2. В работе [2] при исследованиях сплава TiNi после НСЭП обработки с плотностями энергии ЭП в диапазоне E_S = 1–2 Дж/см^2 действительно наблюдалось плавление тонкого поверхностного слоя материала, структура которого детально не была изучена. Цель данной работы – исследовать структуру поверхностного слоя, которая формируется в результате импульсного воздействия электронным пучком с плотностью энергии вблизи теоретически рассчитанного порога плавления TiNi.

Образцы для исследования вырезали из прокатного листа сплава TiNi (ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ», Россия), готовили химическим травлением, механической шлифовкой и электролитической полировкой. НСЭП обработку провели на автоматизированной установке РИТМ-СП (Институт сильноточной электроники СО РАН, Томск, Россия) при параметрах электронного пучка: E_s = 1,1 Дж/см^2, длительность импульса – 2-3 мкс, энергия электронов – 19 кэВ, количество импульсов 5 и 15, выдержка между импульсами составила 10 с.

Исследования структуры поверхностного слоя до и после электронно-пучковых воздействий проведены на оборудовании центра коллективного пользования «Нанотех» ИФПМ СО РАН. Рентгеноструктурный анализ (РСА) выполнен на дифрактометре ДРОН-7 (Буревестник, Россия) в Co-Kα излучении. Электронно-микроскопические исследования выполнены на просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) JEM 2100 (JEOL, Япония) при ускоряющем напряжении 200 кВ. Подготовка тонких фольг в геометрии “cross-section” с доведением на установке ионного травления EM 09100IS (JEOL, Япония) позволяет исследовать эволюцию микроструктуры по глубине от поверхности. Определение элементного состава выполнено с помощью энерго- и волнодисперсионных спектрометров INCA Energy (Oxford Instruments, Великобритания), которыми оснащены ПЭМ и сканирующий электронный микроскоп EVO 50 (Цейс, Германия).

Проведены структурные исследования материала в состоянии поставки (после подготовки исходного состояния поверхности), а также после электронно-пучковых воздействий при разном количестве импульсов. Установлено изменение зеренной структуры в поверхностном слое облученных образцов – крупнокристаллическая структура исходного материала (рисунок 1 а) меняется на наноразмерную столбчатую структуру (рисунок 1 б-д). Установлена корреляция между режимами облучения и

геометрическими и структурными параметрами сформировавшейся структуры. В докладе обсуждаются изменения элементного и фазового состава, особенности тонкой структуры и толщина модифицированного электронным пучком слоя.

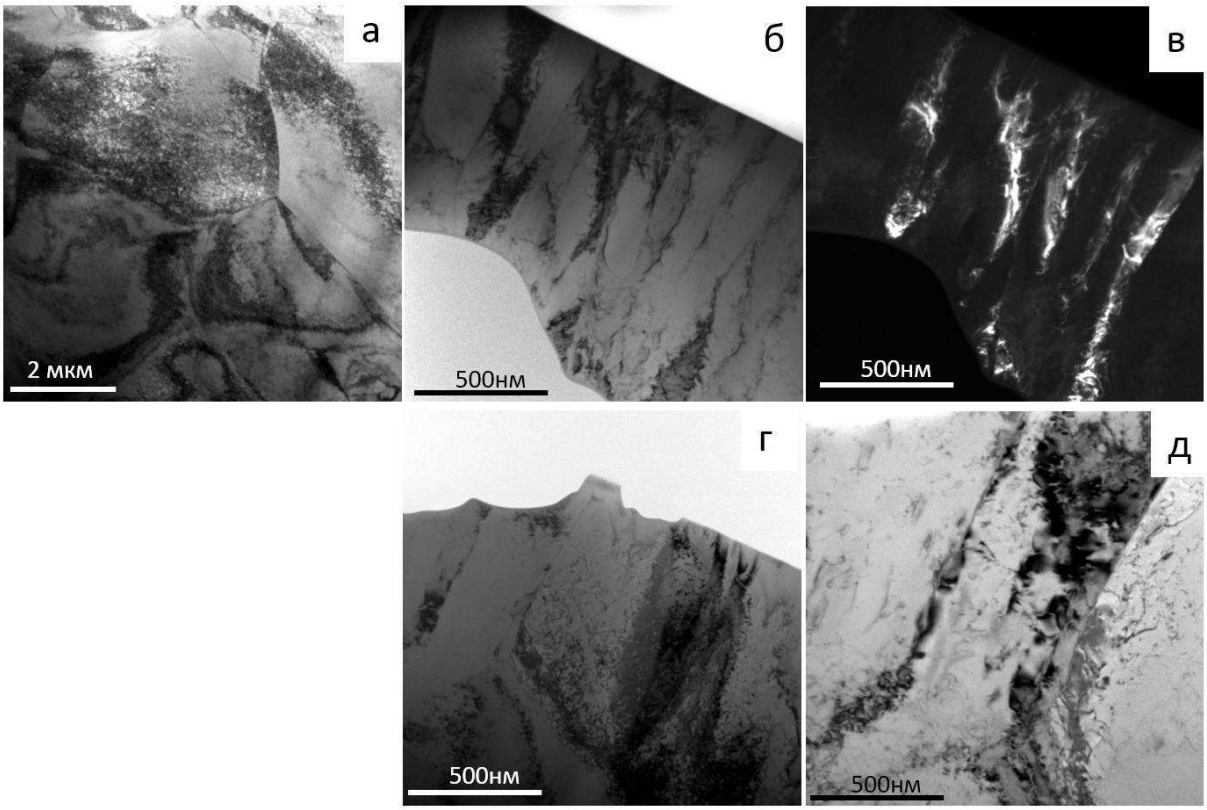


Рисунок 1 - Светлопольные (а, б, г, д) и темнопольное (в) электронно-микроскопические изображения приповерхностных областей никелида титана в состоянии поставки (а) и после 5 (б, в) и 15 (г, д) импульсов электронно-пучкового воздействия

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы (проект III.23.2.1). Электронно-пучковая обработка поверхности образцов выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда, проект № 18-19-00198 (от 26.04.2018 г.).

Литература

1. Распределение температуры в образце с микроскопическим включением второй фазы при облучении низкоэнергетическим импульсным сильноточным электронным пучком Д.А. Шепель, А.Б. Марков // Письма в ЖТФ, 2017, том 43, вып. 3. DOI: 10.21883/PJTF.2017.03.44221.16301.

2. Effect of nonmetallic and intermetallic inclusions on crater formation on the surface of TiNi alloys under the electron-beam impact L.L. Meisner, V.P.Rotshtein, A.B.Markov, et. // Procedia Structural Integrity Volume 2, 2016, Pages 1465-1472 https://doi.org/10.1016/j.prostr.2016.06.186.

РЕСУРСОСБЕРЕГАЮЩАЯ ТЕХНОЛОГИЯ ПРОДЛЕНИЯ СРОКА СЛУЖБЫ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ РАБОЧИХ ЛОПАТОК ГАЗОВЫХ ТУРБИН ИМПОРТНЫХ ГТД

Бердник О.Б., Царева И.Н., Тарасенко Ю.П., Кривина Л.А., Кириков С.В.
Институт проблем машиностроения РАН (ИПМ РАН) – филиал ФИЦ Института прикладной физики РАН (ИПФ РАН), Нижний Новгород, Россия, irichatsareva@mail.ru

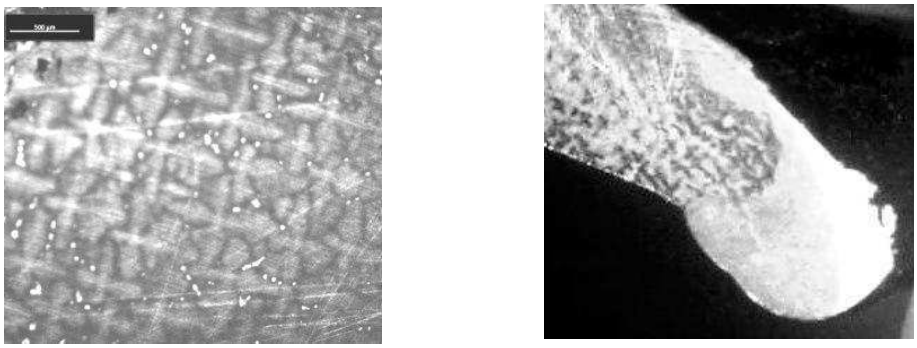
Введение

Надежность и ресурс газотурбинных двигателей энергетических установок определяются работоспособностью таких ответственных деталей горячего тракта, какими являются рабочие лопатки турбин. В современном двигателестроении их изготавливают из жаропрочных никелевых суперсплавов: поликристаллических сплавов направленной кристаллизации (In792, CM186LC и MAR-M247), монокристаллических сплавов I-го поколения (CMSX-2, CMSX-3) и II-го поколения (CMSX-4). Рабочие лопатки являются примером практически единственного применения монокристаллических сплавов в качестве конструкционного материала. При эксплуатации рабочие лопатки подвержены механическим и вибрационным нагрузкам, эрозионному воздействию газового потока и высокотемпературному окислению. Изучение процессов старения в монокристаллических жаропрочных сплавах при длительной высокотемпературной эксплуатации (~1000 ^{o}C) представляет не только научный, но и практический интерес, так как в условиях импортозамещения как никогда актуальной стоит задача разработки ресурсосберегающей технологии продления срока службы монокристаллических рабочих лопаток импортных газотурбинных двигателей (ГТД) энергетического оборудования.

Результаты и их обсуждение

Объектом исследований являлись рабочие лопатки 1–ой ступени газовой турбины SGT-800 Siemens после отработки назначенного ресурса с наработкой ~25 000 часов. Были проведены исследования постэксплуатационного состояния материала лопаток. Химический анализ, проведенный неразрушающим методом (на анализаторе Olympus delta premium), показал, что лопатки изготовлены из монокристаллического жаропрочного сплава CMSX-4 (сплав II поколения с температурой полного растворения γ'-фазы – 1286 °C). Элементный состав сплава: 9 % Co; 6,5 % Cr; 6,0 % Ta; 6,0 % W; 6,5 % Ta; 5,6 % Al; 3 % Re; 1 % Ti; 0,6 % Mo; 0,1 % Hf. На рабочих лопатках после эксплуатации обнаружены дефекты механического происхождения (забоины на перовой части), выгорание средней части реборды, отслоения теплозащитного покрытия диоксида циркония (на входной и выходной кромках, в зоне охлаждающих отверстий, вблизи реборды). Шероховатость покрытия (измеренная с помощью профилометра TR200) составляет по параметру R_a = 1,6 мкм, материала замковой части составляет R_a=0,25 мкм. Неразрушающий микроструктурный анализ (на оптическом микроскопе USB Digital Microscope и электронном микроскопе VEGA TESCAN II) показал, что материал лопаток имеет кондиционное состояние (рисунок 1), представляющее собой монокристаллическую микроструктуру с дендритным строением (с расстоянием между осями дендритов ~120 мкм). Так как структура материала за время эксплуатации (~25 000 часов) не претерпела существенных изменений (рисунок 1а), то восстановительная термическая обработка после наработки не требуется. Твердость материала лопаток (измеренная ультразвуковым твердомером МЕТ-У1) составляла для перовой части HV=320 – 370 кг/мм^2, для замковой части ~ 380 кг/мм^2.

Для восстановления геометрических размеров реборды (в верхней части пера лопаток) предложен метод импульсной микронаплавки (на аппарате NOVAPAX SW-V01). В качестве наплавочных материалов были апробированы: проволока из жаропрочного никелевого сплава ЭП648 и полоски из монокристаллического сплава (элементный состав: W-9,87 %; Co-9,38 %; Al-6,09 %; Cr-4,58 %; Mo-1,09 %; Re-4,25 %; Ta-3,44 %; Nb-1,08 %, Ni–остальное).

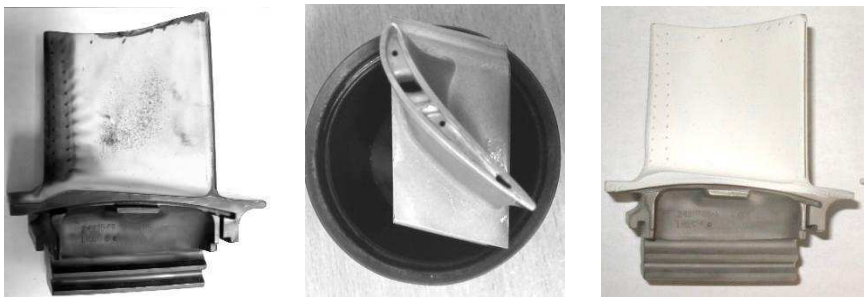


а б

Рисунок 1 – Микроструктура материала рабочих лопаток 1-ой ступени SGT-800: а - в постэксплуатационном состоянии (х100), б - после наплавочных работ (х50)

Испытания адгезионной прочности методом микроиндентирования показали высокую прочность сцепления наплавленного металла с подложкой для обоих вариантов. На границе раздела не обнаружено трещин, сколов и отслоений. Методом оптической металлографии установлено, что в вблизи границы наплавленного металла сохраняется исходная дендритная микроструктура монокристаллического сплава, что доказывает отсутствие значительного температурного воздействия при импульсной наплавке (рисунок 1б). Испытания жаростойкости (методом изотермической выдержки на воздухе при температура 1000° С в течение 300 часов) показали высокую стойкость к высокотемпературному окислению наплавленных образцов. При измерениях микротвердости наименьшее различие в показателях твердости основного и наплавленного материала установлено для варианта наплавки проволокой ЭП648. Учитывая технологичность при наплавке тонкой проволокой и результаты проведенных проб в качестве наплавочного материала была выбрана проволока (диаметром 0,8 мм) марки ЭП648.

Для защиты рабочей поверхности лопаток от высокотемпературной газовой коррозии, высокого градиента температур при пусковых нагрузках и эрозионного воздействия газового потока было разработано теплозащитное покрытие диоксида циркония, формируемое методом высокоэнергетического плазменного напыления из порошковой смеси состава (ZrO_2 + 7 % Y_2O_3) со сферической формой частиц (размером основной фракции 80 мкм) на интерметаллидном подслое с фазовым составом (□□NiAl+□'-Ni_3Al) [1]. Для нанесения теплозащитного покрытия использован метод высокоэнергетического плазменного напыления (на установке «Термоплазма-50-1). За счет повышения энергетических характеристик плазменного потока (среднемассовая скорость плазменной струи V= 2400 м/с, среднемассовая температура Т=6000 - 6500 К) достигается большее проплавление частиц напыляемого материала по сравнению со стандартным плазменным методом, а увеличение кинетической энергии частиц способствует уплотнению слоев формируемого покрытия при осаждении на подложку. Полученное покрытие имеет двухфазный состав: Т-ZrO_2 + К-ZrO_2 (~10 %) с микроструктурой слоев, состоящих из столбчатых зерен. Покрытие обладает низкой пористостью (~5 %), высокой твердостью (HV=950 ГПа). По результатам проведенных высокотемпературных и термоциклических испытаний покрытие обеспечивает повышение стойкости рабочей поверхности к высокотемпературной газовой коррозии и эффективность теплозащиты рабочей поверхности (по параметру снижения температуры) не менее 120 °С.



а б в

Рисунок 2 – Внешний вид рабочих лопаток 1-ой ступени газовой турбины SGT-800: а – после эксплуатации, б – после наплавочных работ, в – восстановленная с теплозащитным покрытием ZrO_2

На основании проведенных исследований разработана ресурсосберегающая технология продления срока службы лопаток газовых турбин SGT-800, SGT-600, SGT-400 (производства фирмы Siemens). Технологический процесс включает в себя следующие ремонтно-восстановительные операции: входной визуально-оптический контроль; анализ постэксплуатационного состояния материала (микроструктура, элементный состав, твердость, механические характеристики); удаление старого теплозащитного покрытия (абразивным и механическим методами); механическое шлифование и разделка дефектных зон под наплавку; восстановительная термическая обработка (при необходимости по результатам анализа микроструктуры материала); промежуточный контроль (микроструктура, твердость материала); восстановление геометрических размеров лопаток методом импульсной микронаплавки; механическая зачистка наплавленных зон; пескоструйная подготовительная обработка; нанесение методом высокоэнергетического плазменного напыления жаростойкого интерметаллидного подслоя и теплозащитного покрытия диоксида циркония; выходной контроль (твердость, толщина покрытия, шероховатость); калибровки отверстий охлаждающих каналов, зачистка замковых частей Разработанная технология внедрена для продления ресурса монокристаллических рабочих лопаток 1-ой ступени, эксплуатируемых в настоящее время на тепловых электростанциях «Международная», «Коломенская» и «Крымская».

Работа выполнена в рамках государственного задания ИПФ РАН на проведение фундаментальных научных исследований на 2013-2020 гг. по теме № 0035-2014-0401 (№ госрегистрации 01201458049).

Заключение

На основании анализа постэксплуатационного состояния материала разработана и внедрена ресурсосберегающая технология продления срока службы монокристаллических рабочих лопаток газовых турбин импортных газотурбинных двигателей энергетического назначения.

Список литературы

1. Тарасенко Ю.П., Царева И.Н., Бердник О.Б., Фель Я.А., Кузьмин В.И., Михальченко А.А., Картаев Е.В. Структура и физико-механические свойства жаростойкого интерметаллидного покрытия «Ni-Co-Cr-Al-Y», полученного на модернизированном плазменном оборудовании. Теплофизика и аэромеханика, 2014, т.21, №5, с.671-680.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЧНОСТНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ АМД-МЕТОДАМИ

Кустов А.И., Зеленев В.М., [(1)]Мигель И.А.
Воронежский государственный педагогический университет, Россия
[(1)] ВУНЦ ВВС ВВА им. Профессора Н.Е.Жуковского и Ю.А. Гагарина (Воронеж), Россия
E-mail: akvor@yandex.ru
[(1)] E-mail: vuaik@mail.ru

Значительный интерес в настоящее время в области материаловедения представляет прогнозирование предельных состояний (ПС) материалов. Если материал под влиянием внешних факторов необратимо изменяет параметры физико-механических свойств, и происходит это за счет активизации не являвшейся ранее существенной структурной характеристики, то говорят о переходе в п*редельное состояние* [1]. Обычно ПС следует выявлять на ранних стадиях возникновения, особенно для конструкционных материалов, имеющих низкую сопротивляемость хрупкому разрушению. При этом, критериями наступления ПС могут быть и параметры локального деформационно-напряженного состояния, и концентрации внутренних напряжений, являющиеся тонкими структурночувствительными характеристиками. Достижение выбранными критериями критических значений способствует появлению ПС в локальных областях материалов. При разрушении материала определяющее значение играет процесс *локального разрушения* (ЛР). На наш взгляд, решить поставленные задачи, прежде всего в разработке способов определения количественных характеристик ПС, позволяют методы акустомикроскопической дефектоскопии [2,3].

Упруго-механические параметры материала изменяются как при вязком, так и при хрупком разрушении. В принципе этот процесс приводит к трансформации физических характеристик материалов, в том числе и характеристик акустических волн (АВ). По результатам измерений таких параметров АВ как уровень поглощения ($\Delta V/V\%$) и скорость (υ_R), в объекте предполагалось определять состояние материала, оценивать его работоспособность по значениям измеренных величин. При этом, применение методов исследований, основанных на одних физических принципах, обеспечивало получение достоверных и обоснованных результатов. Сами исследования проводились на взаимосвязанных размерных уровнях (например, мезо-, микро- и нано-). Всем необходимым требованиям отвечали предложенные АМД-методы [1-3], обеспечивающие визуализацию и анализ структур, их характеризацию с помощью АВ.

Целью настоящей работы было изучение изменений характеристик АВ ($\Delta V/V\%$ и υ_R) при изменении пластичности материалов, изучение параметров их деформационного состояния и анализ корреляционных связей характеристик материала и параметров АВ. Именно на основе полученных результатов предполагалось предложить набор количественных параметров, достоверно характеризующих предельные состояния материалов. В работе объектами изучения были стали и чистые металлы, которые подвергались различным внешним воздействиям.

В наших более ранних работах [3] было показано, что режим визуализации с относительным сканированием поверхности образца и акустической линзы позволяет получить акустическое изображение структуры объекта. При этом, изменяя расстояние (Z) линза-поверхность объекта, можно формировать изображения на различной глубине. Пример одного из полученных акустических изображений представлен на рис.1.

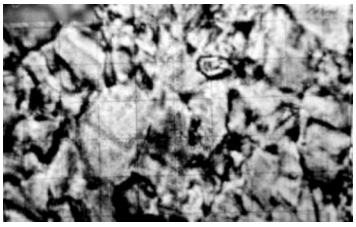


Рисунок 1 - Акустомикроскопическая визуализация структуры стали с деформацией 50% (шлиф перпендикулярен плоскости прокатки; H_2O, Z = -14 мкм, масштаб 40 мкм/дел.)

На акустических снимках различные по степени деформации и кристаллографической ориентации зерна (рис.1) за счет акустического контраста проявляются как отдельные образования. В ходе исследований создавались структуры с неоднородностями, поперечные размеры которых не превышали десятые доли микрометра. Их поверхности покрывались металлическими слоями (*Cr, Al, Ni,*) толщиной до нескольких единиц микрометров. Экспериментально подтверждено, что САМ чувствителен к такого рода дефектам и позволяет гарантированно их визуализировать до глубин в несколько десятков микрометров.

Следующий этап исследований был связан с характеризацией областей, образовавшихся при деформационных воздействиях и выявлением зарождающихся при этом дефектов в материалах в конденсированном состоянии. Для решения этой задачи применялся метода *V(Z)*-кривых, разработанный и успешно примененный нами ранее [1]. Измеряя экспериментально расстояние между максимумами (ΔZ_N) интерференционной кривой, характерного вида для каждого материала, рассчитывали значения скорости поверхностных акустических волн (ПАВ), чувствительную к параметрам ПС (1 и 2).

$$\upsilon_R = \frac{\upsilon_l}{\sqrt{1-\left(1-\frac{\upsilon_l}{2\cdot f\cdot \Delta Z_N}\right)^2}} \qquad (1) \qquad \Delta Z_N = \frac{\upsilon_l}{2\cdot f}\cdot\left[1-\sqrt{1-\left(\frac{\upsilon_l}{\upsilon_R}\right)^2}\right]^{-1} \qquad (2)$$

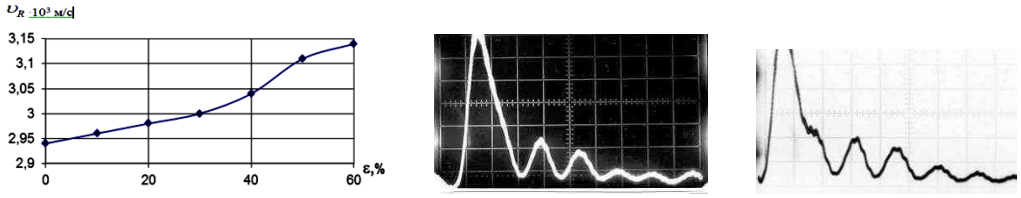
В приведенных выражениях υ_R - скорость поверхностной акустической волны, υ_l– скорость продольной волны в иммерсионной жидкости, *f* - рабочая частота САМ. Величина υ_R, а также высота главного максимума *V(Z)*-кривых – информативные характеристики объекта, позволяющие рассчитывать, например, упругие модули *E* и *G*, плотность, пористость. При наличии метода V(Z)-кривых определить значения предела текучести $\sigma_{0,2}$ можно с использованием значений упругих модулей (3 и 4), которые рассчитываются на основе представлений, изложенных в [1]:

$$E = \upsilon_R^2\cdot\frac{2\rho\cdot(1+\gamma)^3}{(0{,}87+1{,}12\gamma)^2}; \qquad (3) \qquad G = \upsilon_R^2\cdot\rho\cdot\left(\frac{1+\gamma}{0{,}87+1{,}12\gamma}\right)^2. \qquad (4),$$

где ρ-плотность материала образца, υ_R скорость ПАВ в нем, γ коэффициент Пуассона. Оценка значений предела прочности проводилась в соответствии с известным выражением: $\sigma_{0,2} \cong \frac{G}{10^2\cdot n\cdot\pi}$. (5)

Эта величина может быть рассчитана по результатам измерения скорости ПАВ из V(Z)-кривых (рис.2). Полученные этим методом значения $\sigma_{0,2}$ совпали в пределах погрешности 5% с рассчитанными по методике расчета по размеру зерна. На рис.2 представлены V(Z)-кривые для двух сортов стали, трансформация вида которых позволяла оценить критичность ПС в данной конкретной локальной области. Оценку параметров деформационного воздействия на характеристики материалов проводили как в режиме измерения скорости акустических волн (АВ) и уровня их затухания, так и в режиме акустомикроскопической визуализации. Был специально разработан алгоритм исследований, который позволяет рассчитывать физико-механические

параметры стали, или параметры ряда модельных материалов, с помощью АМД-методов [3] и с использованием стандартных решений оптимизационных задач.



а *б* *в*

Рисунок 2 - *а*) Корреляционная зависимость υ_R от степени деформации стали 30ХГСМЛ *б*) Вид экспериментальной *V(Z)*-кривой стали 30ХГСМЛ; (υ_R = 3,18 ·10^3 м/с, ΔZ_N = 14,68 мкм, $(\Delta V/V\%)_{max}$ = 37%, масштаб по вертикали 1 дел.= 0,25 В, по горизонтали – 1 дел.=12,2 мкм. *в*) *V(Z)*-кривая ст. 33ХН3МА, (ΔZ_N=13,22 мкм, и υ_R=2930 м/с)

На следующем этапе исследований для нахождения базовых характеристик материала образца и детального анализа экспериментально полученной кривой были применены информационные технологии (ИТ). Они обеспечили расчет предела упру-

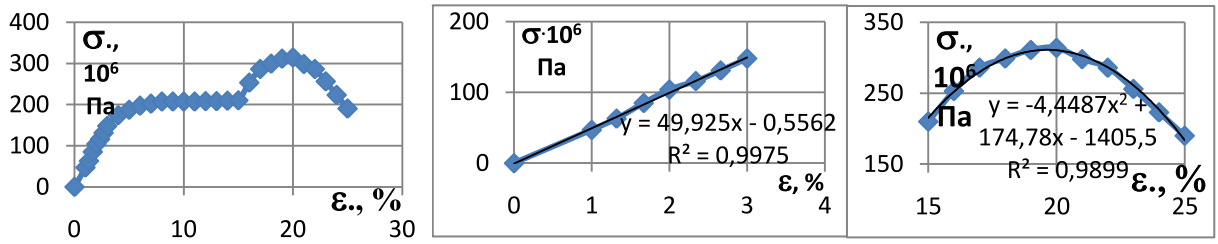


Рисунок 3 - Полученная традиционным методом экспериментальная кривая стали 3 (*а*). Экспериментальные зависимости σ - ε на участках 1 (область чисто упругих деформаций) (*б*) и 4 (область предела прочности) (*в*)

гости ($\sigma_У$), предела пропорциональности ($\sigma_{пц}$), *условного предела текучести* ($\sigma_{0,2}$), а также, предела текучести ($\sigma_Т$) и предела прочности ($\sigma_В$). Были применены АМД-методы, которые обеспечили расчет значений скоростей ПАВ и уровень их затухания в стали 3. на основе полученных данных были рассчитаны упруго-механические характеристики материала. Из графика, представленного на рис.3*б* был определен угол наклона линейного участка кривой к оси деформаций (66^O), а затем и его тангенс – 2,246). При этом, деформация в ($6{,}58\cdot10^{-2}$)% соответствует напряжению $\sigma_{пц}$ в (148 МПа). В сотнях ГПа отношение этих величин должно быть численно равно тангенсу угла наклона прямой упругости к оси деформаций, а также и модулю упругости (в нашем случае это 225 ГПа) [4]. Как показали эксперименты, это предположение подтвердилось с высокой точностью.

Список литературы

1. Мигель И.А., Кустов А.И. Разработка акустомикроскопических методов оценки влияния внешних воздействий на состояние поверхности материалов и их физические свойства // Вестник Тамбовского университета., сер. “Естеств. и технич. науки”. – Тамбов. 2010. Т.15. вып.3. часть I. 376 с. (с. 1062-1063)

2. Мигель И.А., Кустов А.И. А Оценка параметров анизотропии свойств металлических материалов с использованием АМД-методов // ФПСМ., Т.14., №1., 2017., с.44 - 51.

3. Кустов А.И., Мигель И.А. Определение параметров упрочнения или восстановления свойств поверхности материалов с помощью инновационных методов физического эксперимента – АМД-методов // ФПСМ, том 11, №4/2., 2014. – с. 592 -598.

4. Ирвин, Д.Ж. Основы теории роста трещин и разрушения / Д.Ж Ирвин, П.Парис // Разрушение. Т.3. / под ред. Г. Либовиц. – М.: Мир, 1976. – С. 17–66.

ВЛИЯНИЕ РЕЖИМА БАРОКРИОДЕФОРМИРОВАНИЯ НА АКУСТИЧЕСКУЮ ЭМИССИЮ TiNi

Хаймович П.А.[1], Андреев В.А. [2,3], Черняева Е.В. [4*], Волков А.Е. [4], Шульгин Н.А.[1], Вьюненко Ю.Н. [5]

[1]Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт», г. Харьков, 61108, Украина,

[2] ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ», Москва, 117449, Россия

[3] ФГБУН Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва, 119334, Россия

[4]Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург, 198504, Россия

lena@smel.math.spbu.ru

[5]ООО "ОПТИМИКСТ ЛТД", Санкт-Петербург, 195426, Россия,

Исследовали сплав TiNi с содержанием никеля 55,15 вес.%, из которого методом ротационной ковки [1] были изготовлены прутки диаметром 10 мм. Из полученных заготовок нарезали образцы в виде дисков толщиной 2 мм и цилиндры высотой 25 для проведения барокриодеформирования (БКД) в установке, состоящей из рабочей камеры 1 и присоединяемой к ней камеры противодавления 2 (рис.1). Продавливание заготовки 3 через матрицу осуществлялось за счет разницы давлений P_1 и P_2 в камерах 1 и 2, соответственно, при температуре –196°С. В качестве рабочей среды в камере 2 был использован индий [2]. Деформирование проводили при трех уровнях противодавления P_2 = 5, 8 и 12 кБар. При этом разница между величинами P_1 и P_2 всегда составляла 6 кБар. Удлинение исходного цилиндра составило примерно 20% при всех режимах.

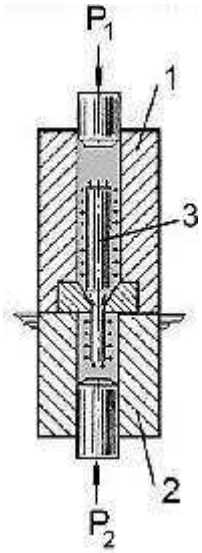


Рисунок 1 - Схема установки для проведения БКД

Из полученных экструдатов были вырезаны прямоугольные образцы размерами примерно 10x9x1,5 мм и образцы в виде дисков толщиной 1,5 мм

Регистрацию сигналов акустической эмиссии (АЭ) проводили при помощи широкополосных датчиков АЭ MSAE-L2 и MSAE 1300 WB-C с усилителем MSAE-FA010 с общим усилением 80дБ. Все зарегистрированные сигналы разбивали на группы по форме кривой спектральной плотности и анализировали спектральные портреты (усредненные для каждой группы формы кривой спектральной плотности мощности) самой представительной группы, которая обычно содержала от 70 до 90 % сигналов. Дополнительно для каждого сигнала вычисляли энергию и медианную частоту (частоту, которая делит площадь под кривой спектральной плотности пополам).

Структурные изменения в никелиде титана оценивали по изменению характеристик АЭ при уколах твердосплавным коническим индентором в приповерхностный слой (1, рис.2), центральную область (3, рис.2) и промежуточную область (2, рис.2). Индентирование проводили непосредственно на датчике (рис.3) с максимальной нагрузкой на индентор 1000 Н.

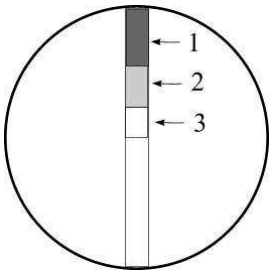


Рисунок 2 - Области укола индентором при изучении АЭ



Рисунок 3 - Внешний вид нагружающего устройства акустической установки

На рис.4 приведены кривые спектральной плотности S для уколов индентором в образец в исходном состоянии (образец №1). Показано, что в зонах 2 и 3 максимальные значения локальных экстремумов соответствуют частоте 130 кГц, а в приповерхностном слое наибольший локальный максимум обнаружен на частоте около 240 кГц. Увеличение в спектре высокочастотной составляющей обычно свидетельствует о большей поврежденности структуры материала [3]. В нашем случае это может быть связано с деформационным воздействием на приповерхностный слой прутка во время его изготовления при тепловой ковке.

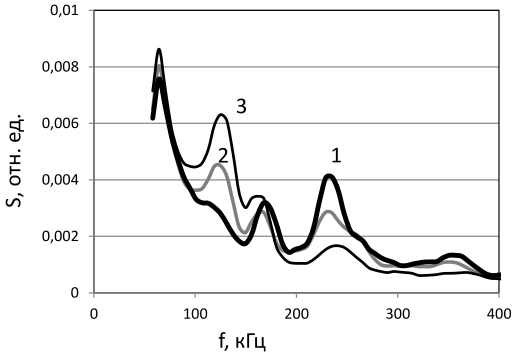
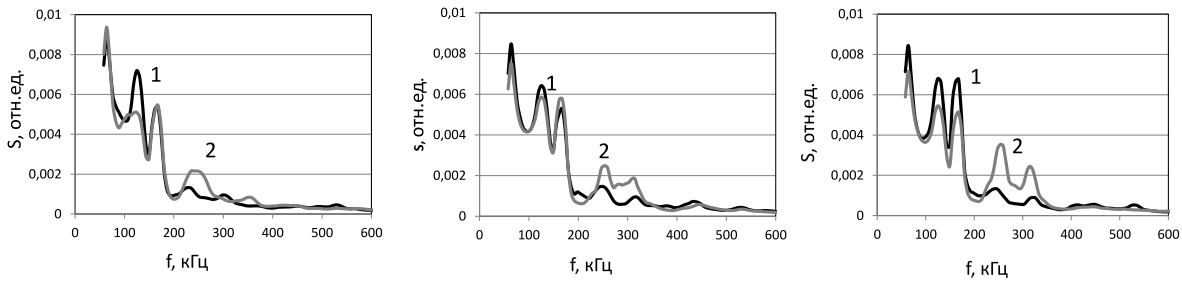


Рисунок 4 - Кривые спектральной плотности мощности, полученные при уколах в приповерхностную зону 1 (кривая 1), промежуточную зону 2 (кривая 2) и центральную зону 3 (кривая 3) образца TiNi в исходном состоянии.

В образцах №2-4, полученных из материала после БКД при P_2 = 5, 8 и 12 кБар, соответственно, во всех случаях доминируют пики спектральной плотности на частотах 130 и 170 кГц (рис. 5). При этом высокочастотная составляющая (на частотах около 240 кГц) спектральной плотности в наружных слоях везде больше, чем в центральных зонах. Причем с ростом степени противодавления P_2 высота пиков на этих частотах в наружном слове увеличивается, а спектры в центральной части образцов практически не меняются, что свидетельствует о том, что при продавливании заготовки через матрицу при БКД наибольшему изменению подвергается внешняя часть заготовки.



а б в

Рисунок 5 - Кривые спектральной плотности сигналов АЭ при внедрении индентора в образцы №2 (а), №3 (б) и №4 (в) в центральные (кривые 1) и приповерхностные (2) зоны (см. рис.2)

Кроме того, после БКД процесс индентирования сопровождается пониженной генерацией акустических импульсов. В экспериментах с диском в исходном состоянии

среднее количество зафиксированных сигналов было равно 280 на один укол, а после БКД оно составляло 203-208 импульсов.

В отличие от индентирования при комнатной температуре, акустическая эмиссия, сопровождающая фазовый переход в деформированном материале, была интенсивней в сравнении с исходным состоянием. Для изучения этого процесса использовали датчик MSAE 1300 WB-C с усилителем MSAE-FA010 с общим усилением 80 дБ. Нагрев образцов №1-4, расположенных на поверхности датчика (3), проводили с помощью теплопровода из стальной пластины размерами 90х20х2 мм, край которой нагревали пламенем свечи. Каждый из четырех образцов последовательно трижды нагревали до 150°С и охлаждали до комнатной температуры.

На рис. 6 показана зависимость числа зафиксированных импульсов с единицы объема материала от номера термоцикла.

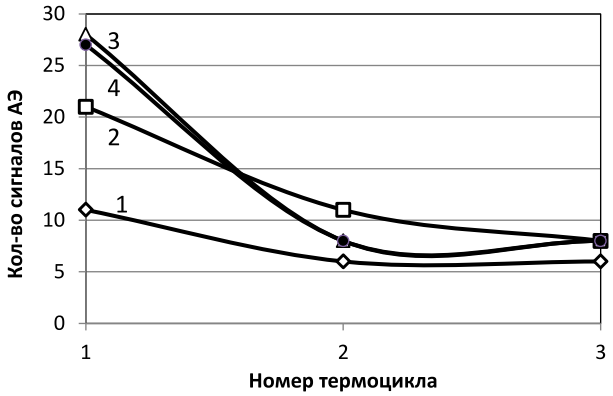


Рисунок 6 - Зависимость удельного количества сигналов АЭ (а) в трех последовательных циклах нагрев-охлаждение для образцов TiNi в исходном состоянии №1 (1) и после БКД: №2 (2), №3 (3) и №4 (4)

Из приведенных данных видно, что в исходном и продеформированных образцах с противодавлением 8 и 12 кБар во втором и третьем термоциклах число импульсов АЭ практически одинаковое. После деформирования сплава при P_2=5 кБар понижение АЭ идет более плавно. При этом количество сигналов в первом термоцикле у образца в исходном состоянии существенно меньше, чем у образцов после БКД.

Таким образом, варьируя давление в камерах установки для БКД можно влиять на свойства никелида титана. Метод АЭ может служить индикатором как изменений в структуре, так и в протекании фазовых превращений в сплаве TiNi.

Список литературы

1. Андреев В.А., Юсупов В.С., Перкас М.М., Просвирнин В.В., Шелест А.Е., Прокошкин С.Д., Хмелевская И.Ю., Коротицкий А.В., Бондарева С.А., Карелин Р.Д. Механические и функциональные свойства промышленных полуфабрикатов из сплава тн-1, полученных теплой ротационной ковкой и РКУП//Деформация и разрушение материалов. 2017. №4. С.43-48

2. Хаймович П.А., Черняева Е.В. Особенности реализации барокриодеформирования металлов / в кн. Перспективные материалы и технологии - Витебск: изд-во УО «ВГТУ», 20017 – с.182-202

3. Черняева Е.В., Мерсон Д.Л. Спектральный анализ акустической эмиссии как перспективный метод оценки состояния материалов /гл. в кн. Перспективные технологии и методы контроля - Витебск: изд-во УО «ВГТУ», 2009 – с.316-359

ВЛИЯНИЕ РАЗМЕРА ЗЕРНА/СУБЗЕРНА, ФОРМИРУЮЩЕГОСЯ В РЕЗУЛЬТАТЕ ИЗОТЕРМИЧЕСКОГО И НЕИЗОТЕРМИЧЕСКОГО ОТЖИГА НА ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ СВОЙСТВА НИКЕЛИДА ТИТАНА

Полякова К.А.[1], Рыклина Е.П.[1], Реснина Н.Н.[2], Прокошкин С.Д.[1]
[1]*ФГАОУ ВО Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия, vachiyan@yandex.ru*
[2]*ФГБОУ ВО Санкт Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург, Россия, resnat@mail.ru*

Исследовано влияние изотермического и неизотермического отжига на структурообразование, калориметрические эффекты мартенситных превращений и функциональные свойства сплава с памятью формы (СПФ) Ti-50,7 ат.%Ni, полученного в результате холодного волочения с накопленной деформацией e = 0.6 (ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ»).

Одну группу образцов подвергали изотермическому отжигу при температуре 430 °С в течение 1-50 ч). В ходе изотермического отжига процессы разупрочнения матрицы протекают одновременно с процессами старения. Формирующаяся структура B2-аустенита состоит из субзерен полигонизованной субструктуры и рекристаллизованных зерен с мелкодисперсными выделениями частиц фазы Ti_3Ni_4, которые определяются только электронографически. С увеличением времени отжига средний размер структурных элементов увеличивается от 30 до 500 нм.

Вторую группу образцов подвергали неизотермическому отжигу при 600, 700 и 800 °С в течение 0.25-1 ч для получения рекристаллизованной структуры с размером зерна в диапазоне 1.5-15 мкм.

Структурные исследования проводили на сканирующем электронном микроскопе TESCAN VEGA 3LMH с детектором EBSD-HKL (NordlysMax EBSD, Oxford Instruments) и просвечивающем электронном микроскопе JEOL 2100, при ускоряющем напряжении 200 кВ. Калориметрические исследования мартенситных превращений проводили на калориметре «Mettler Toledo 822^e» при скорости нагрева и охлаждения 10 °С/мин.

При наведении эффекта памяти формы и исследовании функциональных свойств использовали схему деформации изгибом в диапазоне значений наводимой деформации 12–20%, с применением наиболее структурно-чувствительной схемы, предполагающей вовлечение R→B19′-превращения в процесс деформации.

Определены критические размеры структурных элементов в смешанной и рекристаллизованной структуре, обеспечивающих максимальные значения обратимой и полной обратимой деформации (последняя включает и вклад упругой отдачи и обратимой деформации).

Проанализированы факторы, определяющие существование критического размера структурных элементов матрицы.

Полученные результаты могут быть использованы для прецизионного управления функциональными свойствами за счет регулирования параметров микроструктуры.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации в рамках государственного задания № 11.1495.20174.6.

ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТОЯНИЯ ПРИПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ ТВЕРДОТЕЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ С ПОМОЩЬЮ АКУСТИЧЕСКИХ ВОЛН ГИГАГЕРЦЕВОГО ДИАПАЗОНА

Кустов А.И., [(1)]Мигель И.А.
Воронежский государственный педагогический университет, Россия
[(1)] ВУНЦ ВВС ВВА им. Профессора Н.Е.Жуковского и Ю.А. Гагарина (Воронеж), Россия
E-mail: akvor@yandex.ru
[(1)] E-mail: vuaik@mail.ru

В настоящее время задача надежного прогнозирования поведения материалов, как при стабильных условиях эксплуатации, так и при существенной динамике параметров различных внешних воздействий является одной из актуальных задач материаловедения. Успешное решение этой задачи возможно лишь при комплексном подходе к процессу мониторинга, при опоре на ряд независимых, основанных на различных физических принципах методах. Важное место среди таких методов все увереннее занимают АМД-методы [1-3], использующие для получения физических характеристик материалов акустические волны. При этом ведущую роль играют приповерхностные слои изучаемых материалов.

Целью настоящей работы была разработка способов исследования состояния приповерхностных слоев твердотельных матери алов с помощью акустических волн гигагерцевого диапазона. В работе объектами изучения были стали, подвергнутые различным внешним воздействиям, прежде всего деформационным. На первом этапе были проведены модельные эксперименты, позволившие рассчитать значения скорости ПАВ и оценить степень их совпадения со значениями, полученными др. методами [4]. Погрешность составляла не более 1-2%, что подтверждает высокую точность применяемых методов, их достоверность и надежность. Для проведения экспериментальных измерений использовалась акустическая ячейка, схема которой представлена на рис.1.

В ряде наших более ранних работ [5,6] было показано, что параметры распределений параметров, полученных на акустических изображениях, характерные значения υ_R и □V/V%, могут являться характеристиками, позволяющими прогнозировать поведение материалов в конденсированном состоянии. Нами был предложен ряд методов непо -

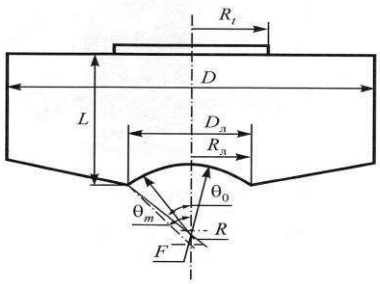


Рисунок 1 - Основные параметры звукопровода САМ с акустической линзой: R_t –радиус преобразователя; $D_л$-диаметр апертуры линзы; l –длина звукопровода; Rл – радиус апертуры линзы; R – радиус кривизны линзы; D-диаметр звукопровода; F – фокусное расстояние акустической линзы; θ_0 – угол раскрытия линзы; θ_m – апертурный угол.

средственной оценки деформации металлических образцов [7] по акустическим изображениям. Однако, он достаточно трудоемок и требует высокой квалификации операторов. Поэтому, на наш взгляд, в настоящее время, для целей контроля деформационных воздействий перспективнее метод V(Z)-кривых [2,3]. С его помощью рассчитывались значения скоростей ПАВ в локальных областях объекта со степенью локальности 6 – 10 λ_R (в в абсолютном измерении размер области составлял от 25 до 40 мкм.

На рис.2 представлен пример V(Z)-кривой для стали 06Х14Н6МД2Т, обеспечивающей расчет значений скорости ПАВ и коэффициента их поглощения.

Точность определения акустических характеристик в этом случае очень высокая и может достигать нескольких десятых долей процента, так как V(Z)-кривая содержит восемь характерных осцилляций в области кривой, отвечающей за упругие свойства материала объекта.

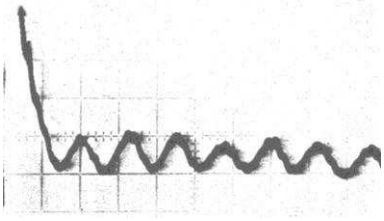


Рисунок 2 - Пример V(Z)-кривой для стали 06Х14Н6МД2Т, обеспечивающей расчет значений скорости ПАВ и коэффициента их поглощения.

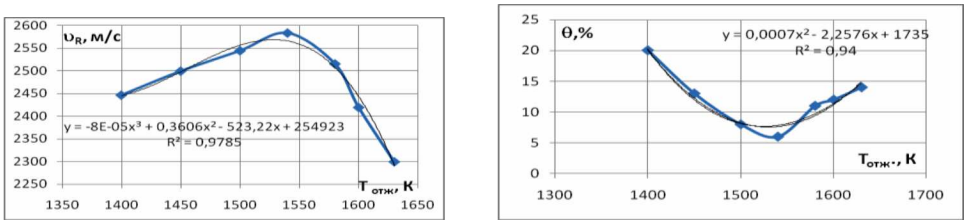


Рисунок 3 - Зависимость υ_R от $T_{отж}$ ЦТС-22, и кривая изменения пористости в зависимости от температур, полученная методом V(Z)-кривых.

Особого внимания требует изучение поведения некристаллических материалов. С одной стороны они имеют изотропное строение, а значит и уровень свойств в них постоянен. Однако, распределение в них микро- и нанопор является одним из определяющих параметров, влияющим на механические и электрические свойства. На рис. 3 представлены зависимости параметров керамических образцов от значений температур отжига.

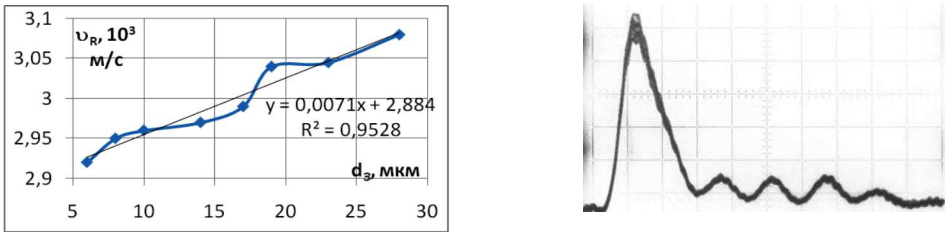


Рисунок 4 - Зависимость скорости ПАВ в образце стали (38ХМЮА) от размера зерна (υ_R определена по методу V(Z)-кривых, а d_3 из акустических изображений) и пример фиксации V(Z)-кривой для стали, трансформация которой обеспечивает прогнозирование поведения материала (H_2O, по вертикали: 1 В/дел., 5% деформация; масштаб по горизонтали: 12,5 мкм/дел., ΔZ_N =14,95 мкм, $\upsilon_R = 3{,}11 \cdot 10^3$ м/с)

Следующий этап был связан с оценкой чувствительности АМД-методов к деформации материалов, прежде всего металлических. Области наибольшего воздействия, после различных типов деформации, изучались в режиме V(Z)-кривых и акустической визуализации. В результате экспериментов наблюдались псевдопериодические изменения V/V и υ_R вдоль оси деформации, и относительно слабые в перпендикулярном оси деформации направлении. По изменению высоты главного максимума V(Z)-кривой в режиме измерения коэффициента поглощения АВ были выявлены области с микротрещинами, направленные диагонально относительно оси деформации.

Следующий этап был посвящен экспериментам на реальных объектах - сталях (60Г, 33ХН3МА, 20ХГСА и др.). Они деформировались до определенной степени (до 20-25%) с контролем размера зерна в режиме акустической визуализации, с

последующим измерением значений скорости ПАВ. Пример V(Z) – кривой для одного из сортов стали представлен на рис.4. Полученные зависимости позволяют утверждать, что между размером зерна (d_3) и величиной $\sigma_{0,2}$ имеется корреляционная связь, которая и была обнаружена в результате дополнительных экспериментов. Для ряда образцов испытуемых сталей в зависимости от размера d_3 были определены значения $\sigma_{0,2}$, которые фактически подтвердили зависимость Холла-Петча. Поэтому, в данном случае, скорость ПАВ является одним из параметров, позволяющих прогнозировать поведения материалов в конденсированном состоянии, так как измеряя величину υ_R можно определить значение $\sigma_{0,2}$ материала объекта.

Таким образом, проведенное нами статистически значимое количество экспериментов доказывает, что методы АМД позволяют оценивать степень деформации металлических материалов по величине параметров АВ, обеспечивают выявление признаков ПС и прогнозирование поведения материалов в конденсированном состоянии. Они эффективны при исследование состояния приповерхностных слоев твердотельных материалов.

Список литературы

1. Мигель И.А., Кустов А.И. Анализ трансформации структуры приповерхностных слоев сталей и их влияние на процесс упрочнения АМД-методами // Вестник ПНИПУ., Машиностроение, Материаловедение., Т.18., №4, 2016.,205 с (с. 134-146).

2. Мигель И.А., Кустов А.И. Оценка степени деформации материалов и определение параметров их разрушения АМД-методами // Вестник Тамбовского университета. – 2016. – Том 21, вып. 3. – С.1102-1106.

3. Кустов А.И., Мигель И.А. Оценка параметров анизотропии свойств металлических материалов с использованием АМД-методов // ФПСМ., Т.14., №1., 2017., с.44 - 51.

4. Физические величины: справочник / А.П.Бабичев, Н.А. Бабушкина, и др.; п/р И.С.Григорьева и Е.З. Мейлихова. – М.; Энергоатомиздат, 1991. 1232 с.

5. Мигель И.А., Кустов А.И. Прогнозирование поведения материалов в конденсированном состоянии с помощью акустических волн. // Вестник Тамбовского университета. Серия Естественные и технические науки. – Тамбов, 2018. – Т.23, №122. – 348с. - с.148-151.

6. Мигель И.А., Кустов А.И. Зеленев В.М. Расчет количественных параметров предельных состояний металлических материалов АМД-методами // Вестник Тамбовского университета. Серия Естественные и технические науки. – Тамбов, 2018. – Т.23, №123. – 227с. - с.436-440.

7. Мигель И.А., Кустов А.И. Оценка влияния деформации материалов на их структуру и определение параметров их сопротивления разрушению АМД-методами // Фундаментальные проблемы современного материаловедения., 2018. №4 (15)., с.476-481.

АНАЛИЗ ИЗМЕНЕНИЯ ПРОЧНОСТИ ДИФФУЗИОННО ОЦИНКОВАННЫХ СТАЛЬНЫХ ИЗДЕЛИЙ В УСЛОВИЯХ КОРРОЗИОННО-УСТАЛОСТНОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ

Константинов В.М., Булойчик И.А.
Белорусский национальный технический университет, Минск, Беларусь,
v_m_konst@mail.ru, ilya.by@gmail.com

Термодиффузионное цинкование (ТДЦ) получило широкое распространение для антикоррозионной зашиты стальных металлоизделий. Однако, температурный интервал ТДЦ (300…700 ^{o}C) накладывает определенные ограничения на обрабатываемые изделия в связи с разупрочняющим воздействием температур ТДЦ.

Согласно данным [1], диффузионное цинкование не оказывает влияние на механические свойства, определяемые при статических испытаниях (относительное удлинение, а так же пределы прочности и текучести стали). Однако, для изделий подверженных термической обработке, а так же деталей с регламентируемыми требованиями к прочностным характеристикам обработка данным способом может вызвать изменение регламентируемых соответствующей нормативно-технической документации характеристик. Изменение эксплуатационных свойств термически обработанных стальных изделий может произойти как за счет термического воздействия температур реализации процесса ТДЦ на структуру стали, так и за счет формирования в поверхностной зоне детали интерметаллидного диффузионного слоя состоящего из высокотвердых, но в то же время хрупких фаз, в которых возможно зарождение и развитие усталостных трещин. На основании ранее проведенных исследований было установлено, что после диффузионного цинкования свыше 420°C вероятность разупрочнения термически обработанного стального крепежа возрастает [2]. Это особенно актуально для высокопрочных крепежных элементов. Классом прочности боле 8.8. В то же время, согласно данным источника [3], где представлены исследования влияния цинкования в расплаве и электролитического цинкования на усталостную прочность сталей после различного типа термической обработки, отмечено снижение прочностных показателей для образцов, оцинкованных в расплаве, что связано с зарождением и распространением усталостных трещин в зоне формирования твердых интерметаллидных фаз диффузионного слоя. Принимая во внимание тот факт, что для ряда деталей, эксплуатирующихся в условиях знакопеременных нагрузок при повышенном коррозионно-абразивном изнашивании (колонны штанг бурильных труб нефтедобывающих комплексов) формирование цинковых интерметаллидных диффузионных слоев является более предпочтительным в сравнении с бездиффузионными покрытиями на основе цинка, существует необходимость в исследовании влияния процессов термодиффузионного цинкования на изменение прочностных свойств термообработанных стальных изделий работающих в условиях коррозионно-усталостного воздействия. Был выполнен анализ известных данных по влиянию цинкования на усталостную прочность сталей. Так, на рисунках 1, 2 представлены усталостные кривые для образцов из низкоуглеродистой и среднеуглеродистой стали после различной обработки поверхности. Согласно данным источника [3], эффект от разупрочнения при диффузионном цинковании выше для сталей с большим содержанием углерода, что коррелирует с авторскими данными [4, 5]. Существенное значение имеет так же содержание углерода в стали. Авторский опыт и литературные данные дают основание полагать, что, падение значений усталостной прочности при термодиффузионном цинковании строительных сталей с малым содержанием углерода будет меньше в сравнении с высокоуглеродистыми сталями.

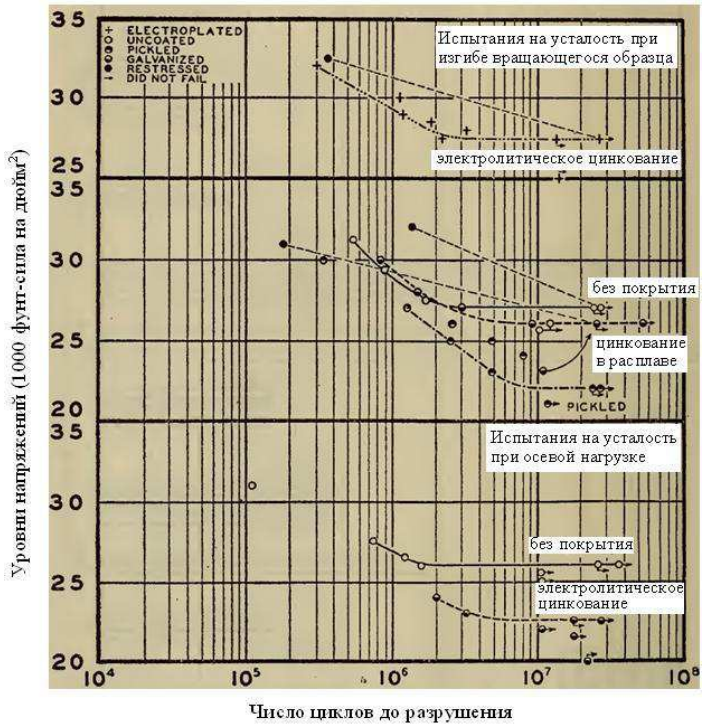


Рисунок 1 – Диаграмма усталостных напряжений для стали с содержанием углерода 0,02 % масс. [3]

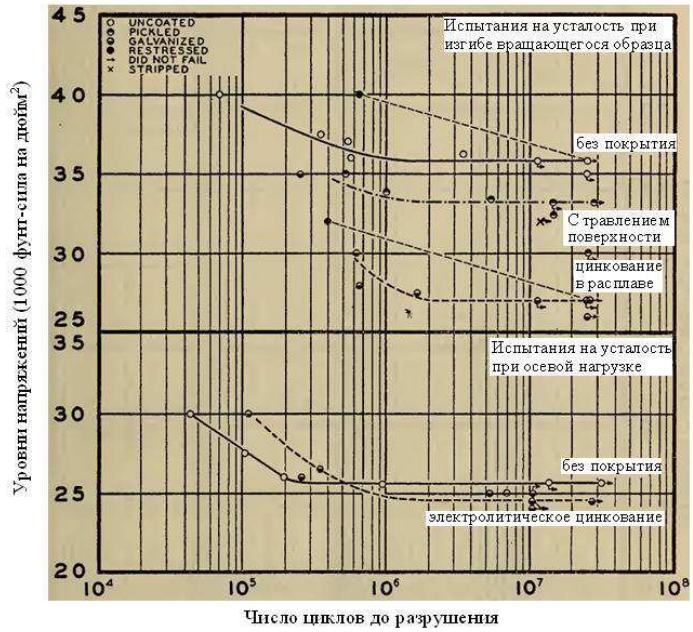
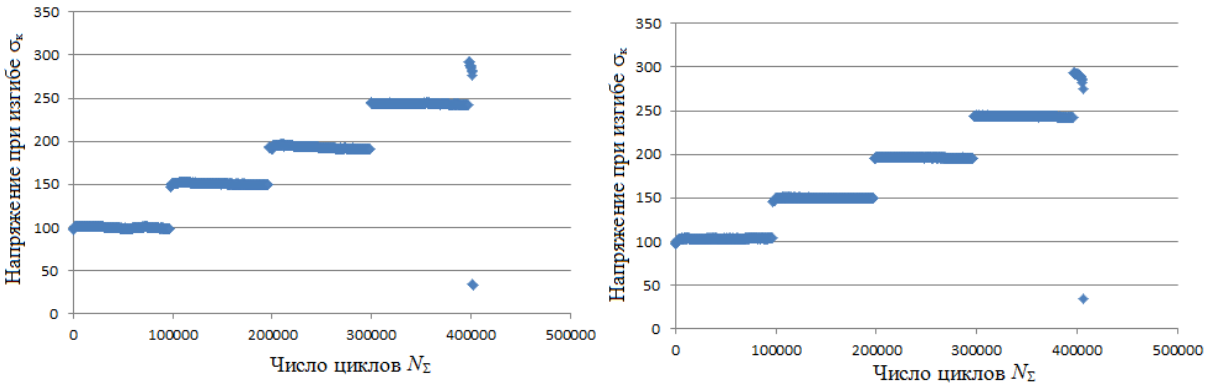


Рисунок 2 – Диаграмма усталостных напряжений для стали с содержанием углерода 0,45 % масс. [3]

Следует так же принять во внимание тот факт, что в отличие от цинкования в расплавах, для диффузионного цинкования в порошковых насыщающих средах с учетом широкого температурного интервала реализации процесса возможно управление фазовым составом формируемого на изделии диффузионного слоя, за счет чего возможен металловедчески обоснованный подбор фазового состава для минимизации влияния на усталостные характеристики стали. В то же время, согласно данным [1] авторским результатам, приведенным в таблице 1 и на рисунке 3, термодиффузионное цинкование не влияет на снижение предела прочности, а, в ряде случаев, с учетом особенностей коррозионной среды, повышает предел выносливости стали в коррозионно-активной среде, предотвращая формирование коррозионных трещин в поверхностной зоне изделия за счет наличия цинкового интерметаллидного диффузионного слоя.

Таблица 1 – Результаты испытаний образцов на усталость, после коррозионных испытаний [1]

Марка стали	Вид обработки	Предел коррозионной усталости, МПа, определенный на стендах со скоростями:	
		3000 об/мин.	45 об/мин.
40Х	Без защитного покрытия	175	120-130
40Х	Термодиффузионное цинкование	270	260
20ХН		320	330
15НМ		325	340
35Г2		340	345



а б

Рисунок 3 – Сравнение зависимостей напряжений при изгибе от числа циклов испытаний для образцов с защитным диффузионным слоем (а) и без защитного слоя (б) для образцов из стали 65Г после коррозионных испытаний

Таким образом, термодиффузионное цинкование в порошковых насыщающих средах не влияет на изменение статических усталостных прочностных характеристик низкоуглеродистых сталей низких классов прочности. Характер влияния ТДЦ на механические свойства высокопрочных сталей требует дальнейших исследований. Увеличение содержания углерода в стали может снизить усталостную прочность после ТДЦ. Не смотря на снижение ряда прочностных характеристик для сталей с высоким содержанием углерода, указанный способ цинкования можно с успехом применять для антикоррозионной защиты стальных деталей нефтегазоперерабатывающих комплексов (колонны насосных штанг), работающих в условиях повышенного коррозионно-эрозионного изнашивания и выполненных из низкоуглеродистых и среднеуглеродистых сталей.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Е.В. Проскуркин, Н.С. Горбунов, Диффузионные цинковые покрытия, Москва, Металлургия 1972, 248с.

2. Some aspects of sherardizing implementation during anticorrosive defence of heat-treated metal parts [Электронный ресурс] / V M Konstantinov, I A Buloichyk. IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering № 71, 2015 Article ID: 012063. – Режим доступа: http://iopscience.iop.org/1757-899X/71/1/012063. – Дата доступа: 08.05.17.

3. W.H. Swanger, R.D. France. Effect of Zinc coatings on the endurance properties of steel / Bureau of standards journal of research. Washington, April 30, 1932.

4. Константинов В.М., Исследование влияния термодиффузионного цинкования на усталостную прочность сталей / Константинов В.М., Булойчик И.А. // XII Международная научно-техническая конференция «Современные методы и технологии создания и обработки материалов». ФТИ НАН РБ, – Минск, 2017 с. 100-101.

5. Константинов В.М., Булойчик И.А. Влияние термодиффузионного цинкования на прочностные свойства термически обработанных стальных изделий. Актуальные проблемы в машиностроении. Том 4. № 4. 2017, г. Новосибирск, с. 107-112.

ДЕМПФИРУЮЩИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ СЛОИСТЫХ КОМПОЗИЦИЙ TiNi - ВПС – TiNi

Кожушко В.В.[1], Хлопков Е.А.[2,4], Сятковский А.И.[3], Вьюненко Ю.Н.[4]
[1]Институт механики металлополимерных систем имени В.А. Белого, Гомель, Беларусь
[2]Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, Санкт-Петербург, Россия
[3]ОАО «Пластполимер», Санкт-Петербург, Россия
[4]ООО «ОПТИМИКСТ ЛТД», Санкт-Петербург, Россия, 6840817@mail.ru

Высокое внутреннее трение в металлических материалах с эффектом памяти формы (ЭПФ) является неотъемлемым атрибутом гетерофазного состояния. В справочном издании [1] приведены экспериментальные результаты многих исследователей диссипативных свойств. Основными факторами, влияющими на величину демпфирующих свойств материалов этого класса являются температура, амплитуда деформации, частота колебаний, скорость изменения температуры и химический состав сплавов. Для сплавов TiNi, CuAlNi и некоторых композиций CuZnAl и CuMn характерно, что низкотемпературное состояние обладает более высокими характеристиками внутреннего трения в сравнении с высокотемпературным. В сплавах CuZnSn, CuMnAl, FePt, AuCd, InTl уровень диссипации в мартенситном и аустенитном состоянии приблизительно одинаков. Поэтому неоднократно делались попытки использовать первую группу сплавов в технике в качестве демпферов, за иключением хрупкого CuZnAl. Однако добиться значительных успехов не удалось. Высокие диссипативные свойства конструкций из материалов данной группы обеспечивались гетерофазным состоянием сплавов в условиях быстрого изменения температуры во время вибрирования на малых частотах.

Исследованы данные по температурной зависимости внутреннего трения при разных скоростях нагрева. Измерения проводили на приборе динамического механического анализа *DMA Q*800 по схеме – двухплечевой изгиб (рис.1). В качестве характеристики внутреннего трения определялся $tg\,\delta$, где δ – сдвиг по фазе в изменении

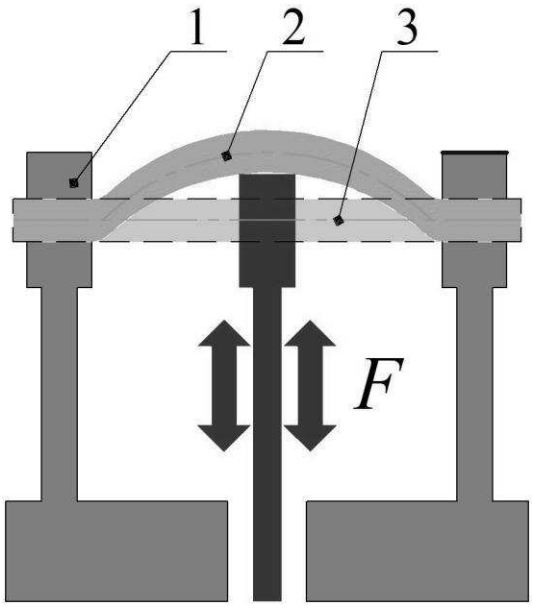


Рисунок 1 - Двухплечевой изгиб: 1 – установка, 2 – продеформированный образец, 3 – образец в исходном состоянии

прикладываемой нагрузки $F = F_0 \cdot sin\omega t$ и измеряемой деформации нагруженного слоя $\varepsilon = \varepsilon_0 \cdot sin(\omega t+\delta)$, где F_0 – максимальная нагрузка, ω – частота колебаний, t – момент времени, ε_0 – деформация, соответствующая максимальному напряжению. Измеряли характеристики внутреннего трения пластины из сплава TiNi49,7ат.% размером 35x10x0,5 мм (рис.2).

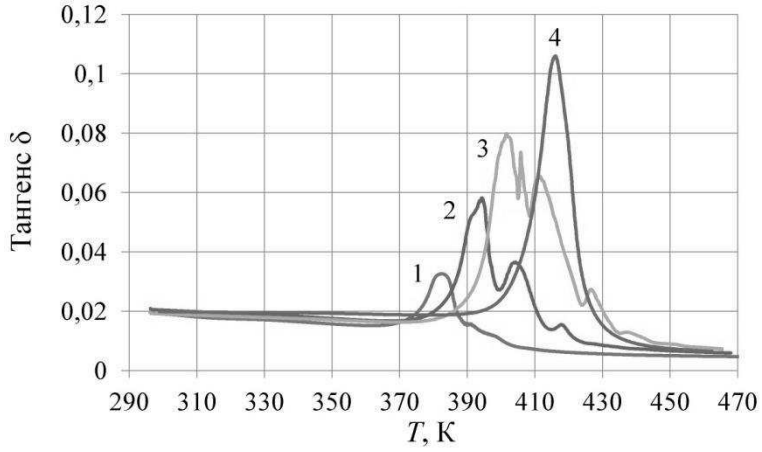


Рисунок 2 - Температурная зависимость внутреннего трения *tg δ* сплава TiNi49,7ат.% при частоте 1 Гц, амплитуде колебаний 500 мкм и скоростях нагрева: 1 – 2°К/мин, 2 – 5°К/мин, 3 – 7,5°К/мин, 4 – 10°К/мин

Приведенные результаты показывают значительный рост величины *tg δ* с повышением скорости нагрева для частоты вибраций в 1 Гц. Смещение пика внутреннего трения с увеличением скорости изменения температуры обусловлено запаздыванием прогрева материала относительно измерительных возможностей термометра.

Для оценки возможности повышения демпфирующей способности конструкций из никелида титана была использована специальная вибропоглощающая пленка ВПС 2,5У. Был изготовлен сэндвич (рис.3). Две пластинки из никелида титана с содержанием Ni - 49,7ат.% были соединены слоем пленки. Измерение *tg δ* при нагреве со скоростью 1 К/мин показало, что диссипативные возможности многослойного образца оказались заметно выше свойств одинарных пластин (рис.4). При частоте колебаний пластины в 1 Гц при температурах 290 -370 К внутреннее трение остается на уровне характеристик одинарных пластин. Затем диссипация энергии резко возрастает и достигает значения *tg δ* = 0,05, а далее 0,07 при 395 К. Дальнейшее повышение температуры до 415 К сохраняло высокий уровень внутреннего трения несмотря на то, что скорость изменения температуры была 1 К/мин, а амплитуда вибраций пластины 50 мкм. Рост демпфирующих свойств трехслойной конструкции начинался при температуре A_s (температура начала обратного мартенситного превращения). Надо полагать, что в интервале превращения свойства пленки ВПС - 2,5У меняются таким образом, что она обеспечивает стабильно высокий уровень демпфирующих свойств. А на частоте 100 Гц наличие ВПС - 2,5У в трехслойной композиции обеспечивает повышенный уровень *tg δ* уже при комнатной температуре (кривая 2, рис.4). Нагрев исследуемого образца выше 370 К приводит к изменению *tg δ* аналогичному тому, что наблюдали на частоте 1 Гц. На вопрос о стабильности высоких диссипативных свойств исследованного образца представленные результаты ответ не дают. Требуются дополнительные исследования. Однако полученные сведения показывают принципиальную возможность повышения демпфирующих свойств

конструкций из никелида титана в сочетании сплава с вибропоглощающей пленкой ВПС - 2,5У.

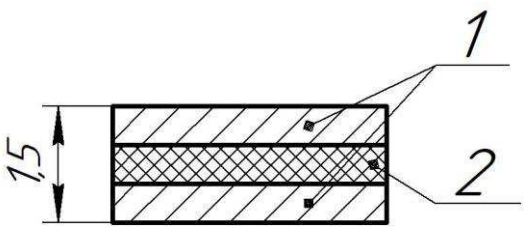


Рисунок 3 - Сэндвич TiNi - ВПС - TiNi:
1 - Ti - Ni49,7ат.%, 2 - ВПС 2,5У

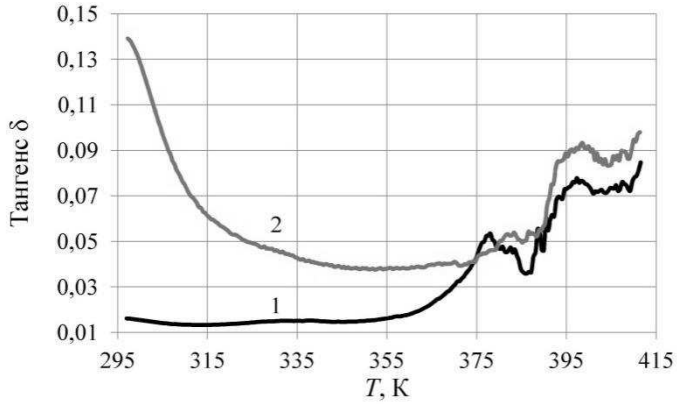


Рисунок 4 - Температурная зависимость внутреннего трения *tg δ* слоистой системы TiNi - ВПС - TiNi при скорости нагрева 1°К/мин, амплитуде колебаний 50 мкм и частотах:
1 – 1 Гц, 2 –100 Гц

Список литературы:

1. Беляев С.П., Волков А.Е., Ермолаев В.А., Каменцева З.П., Кузьмин С.Л., Лихачев В.А., Мозгунов В.Ф., Разов А.И., Хайров Р.Ю. Материалы с эффектом памяти формы. Т.1. / под ред. В.А. Лихачева. – Санкт-Петербург: НИИХ СПбГУ, 1997. – 424с.

О МЕХАНИЗМЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ ПОД НАПРЯЖЕНИЕМ В НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОМ НИКЕЛИДЕ ТИТАНА

Прокошкин С.Д.[1], Дубинский С.М.[1], Коротицкий А.В.[1], Браиловский В.[2], Глезер А.М.[1], Конопацкий А.С.[1], Шереметьев В.А.[1]

[1]НИТУ «МИСиС», Москва, Россия, prokoshkin@tmo.misis.ru
[2]Ecole de Technologie Superieure, Montreal, Canada, vladimir.brailovski@etsmtl.ca

Дискретность изменения решетки превращенной области при мартенситном превращении (МП) ставится под сомнение в случае измельчения зерна исходного аустенита до размера, приближающегося к атомному. Экспериментальная проверка этого предположения затруднена вследствие существования критического размера зерна (например, около 50 нм в СПФ Ti-Ni), ниже которого МП при охлаждении не реализуется. Это препятствие можно преодолеть, инициируя МП деформацией. Однако размер элемента нанокристаллической структуры – не единственный фактор, влияющий на развитие МП. Не менее важна и природа этих структурных элементов: являются ли они зернами (окруженными высокоугловыми границами) или субзернами (разделенными малоугловыми границами). Важность этого вопроса определяется разным влиянием высоко- и малоугловых границ на процессы МП и пластической деформации. Первые служат непроницаемыми барьерами для растущих кристаллов мартенсита и движущихся дислокаций, а вторые – «полупроницаемыми». Существование такой градации нанокристаллической структуры на «нанозеренную» (НЗС) и «наносубзеренную» (НСС) обусловило необходимость выяснения условий формирования этих структур в СПФ Ti-Ni. В настоящей работе с помощью количественной просвечивающей электронной микроскопии изучены наноструктуры, сформированные в СПФ Ti-50.61 ат.%Ni в результате последеформационного отжига (ПДО) при 300-400^{o}C после холодной прокатки (ХП) в интервале деформаций e=0.3-1.9. В результате ПДО после умеренной ХП (e=0.3) в В2-аустените формируется в основном НСС; после промежуточной деформации (e=0.5-1.0) - смешанная НСС+НЗС; после интенсивной (e=1.2-1.9) - в основном НЗС. Рентгенографическое исследование *in situ* показало, что при любом типе наноструктуры (НЗС, НСС, НЗС+НСС) исходного аустенита и размере структурных элементов ≥ 8 нм механизм превращения под напряжением остается «дискретным»: в превращающейся области решетка В2-аустенита переходит в решетку В19’-мартенсита минуя промежуточные состояния.

ТЕОРЕТИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ПОСРЕДСТВОМ МИКРОСТРУКТУРНОЙ МОДЕЛИ ВЛИЯНИЯ АСИММЕТРИИ МЕХАНИЧЕСКОГО ПОВЕДЕНИЯ НИКЕЛИДА ТИТАНА ПО ОТНОШЕНИЮ К РАСТЯЖЕНИЮ - СЖАТИЮ НА РАСПРЕДЕЛЕНИЕ НАПРЯЖЕНИЯ ПО ТОЛЩИНЕ БАЛКИ ПРИ ЧИСТОМ ИЗГИБЕ

Волков А.Е., Евард М.Е., Волкова Н.А., Вуколов Е.А.
Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург, Российская Федерация
a.volkov@spbu.ru

В данной работе представлено численное моделирование изгибания балки из сплава с памятью формы (СПФ) TiNi в режиме чистого изгиба с использованием гипотез Бернулли-Эйлера. Балка подвергается действию изгибающего момента, и вариациям температуры. Поле температур предполагается однородным по толщине балки. Формулировка краевой задачи включает уравнения, описывающие механическое равновесие и соотношения микроструктурной модели для расчета приращений деформации представительного объема при заданных приращениях температуры и напряжения. Учитываются только упругая и фазовая деформации. Моделировали чистый изгиб балки из эквиатомного никелида титана. Размеры балки: длина 50, ширина 10 и толщина 2.8 мм. На рис.1 представлена зависимость прогиба балки от изгибающего момента при ее деформировании в псевдоупругом состоянии.

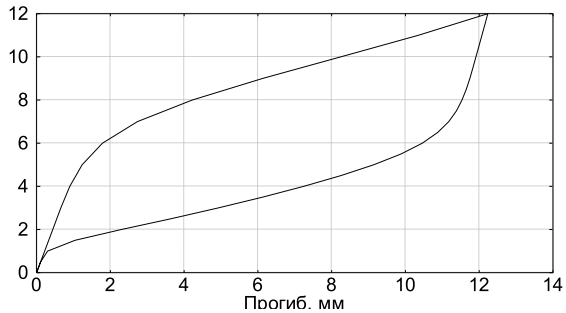


Рисунок 1 Зависимость изгибающего момента от прогиба балки при ее деформировании в псевдоупругом состоянии.

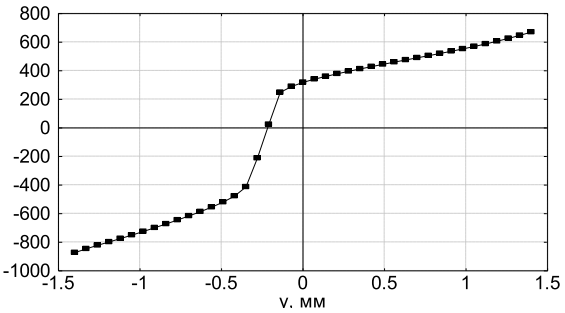


Рисунок .2 - Распределение нормального напряжения по высоте балки при максимальном изгибающем моменте 12 Н·м

На рис.2 показано распределение по высоте нормального напряжения на площадках, перпендикулярных оси балки. Поскольку микроструктурная модель автоматически учитывает асимметрию свойств TiNi по отношению к сжатию – растяжению, использование этой модели для описания поведения материала балки предсказывает, что нейтральная линия изогнутой балки не проходит через ее середину, а смещена в сторону сжатых слоев балки. При этом максимальная абсолютная величина сжимающего напряжения оказывается больше, чем величина растягивающего напряжения. Данное обстоятельство следует учитывать при оценке функциональных свойств СПФ, тестируемых в режиме изгиба.

Получены аналогичные зависимости максимального прогиба от изгибающего момента при изотермическом изгибании балки в псевдопластическом (мартенситном) состоянии и зависимости прогиба от температуры при охлаждении и нагреве балки, нагруженной постоянным моментом. Найдены распределения напряжений и объемной доли мартенсита по толщине балки для различных этапов термомеханического нагружения.

Работа выполнена при поддержке РФФИ, грант № 18-01-00594.

ФОРМИРОВАНИЕ НАНОСТРУКТУРЫ СТАРЕЮЩИХ И НЕСТАРЕЮЩИХ СПЛАВОВ TI-NI С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ В РЕЗУЛЬТАТЕ БИАКСИАЛЬНОЙ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

Комаров В.С. [1,2], Хмелевская И.Ю. [1], Карелин Р.Д. [1], Корпала Д. [2], Кавалла Р. [2], Прокошкин С.Д. [1],

[1] *Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия*

[2] *Технический университет Фрайбергская горная академия, Фрайберг, Германия*

komarov@misis.ru

Термомеханическая обработка, включающая интенсивную пластическую деформацию (ИПД), является одним из наиболее эффективных методов повышения функциональных свойств сплавов с памятью формы (СПФ) на основе Ti-Ni [1]. С её помощью в данных сплавах можно сформировать нанокристаллическую структуру, обеспечивающую существенное повышение функциональных свойств. Настоящее исследование является продолжением работ [2, 3], где была показана эффективность использования ИПД по схеме *MaxStrain* с целью измельчения структуры и повышения комплекса функциональных свойств.

Деформацию нестареющего (Ti-50,0 ат.% Ni) и стареющего (Ti-50,9 ат.% Ni) сплавов проводили в изотермических условиях по схеме *MaxStrain,* которая заключается в чередовании сжатия образца по двум взаимноперпендикулярным осям. Температурные интервалы мартенситных превращений оценивали методом дифференциальной сканирующей калориметрии. Структуру исследовали рентгенографически и электронномикроскопически. Обратимую деформацию определяли термомеханическим методом при изгибе.

Понижение температуры квазинепрерывной изотермической деформации объемных образцов нестареющего СПФ Ti-Ni с 370 до 250 °С и увеличение степени накопленной деформации с e = 6,6 до 11 приводит к измельчению структурных элементов (зерен/субзерен) B2-фазы и формированию нанокристаллической зеренно/субзеренной структуры со средним размером зерен/субзерен (55±10) нм, что до сих пор получить в объемных образцах СПФ Ti-Ni не удавалось. Также впервые проведена деформация по схеме *MaxStrain* стареющего СПФ Ti-Ni при температурах 350 - 330 °С со степенью накопленной деформации e = 6,6 - 9,5. Полученная структура находится в нанометрическом диапазоне, со средним размером элементов структуры менее 80 нм.

Нанокристаллическая структура, сформированная в результате *MaxStrain* деформации, обеспечивает значительное повышение значений максимальной полностью обратимой деформации ЭПФ $\varepsilon_{r,1}^{max}$ с 2,5 до 9,6 % в случае нестареющего сплава и полной обратимой деформации с 4 до 12 % в случае стареющего сплава по сравнению с контрольной обработкой.

В работе показана возможность применения деформации по схеме *MaxStrain* при деформационно-температурных условиях, характерных для формирования структуры, близкой к нанокристаллической и определены критические режимы деформации, сопровождающиеся возникновением трещин. В нестареющем СПФ Ti-Ni это происходит при температуре деформации 250 °С со степенью e = 11, а в стареющем – соответственно при 330 °С и e = 9,5.

Последеформационный отжиг (ПДО), необходимый для задания рабочей («вспоминаемой») формы готовому изделию из СПФ, после *MaxStrain* деформации приводит к частичному разупрочнению нестареющего сплава, но позволяет сохранить

высокий уровень функциональных свойств ($\varepsilon_{r,1}^{max}$ до 8,6 %). В стареющем сплаве ПДО приводит к дисперсионному твердению сплава и как следствие некоторому повышению (на 0,3 - 0,7 %) значений максимальной полностью обратимой и полной обратимой деформации.

Список литературы

1 Brailovski V., Prokoshkin S., Khmelevskaya I., Inaekyan K., Demers V., Dobatkin S., Tatyanin E. Mater. Trans. 47 (2006) 795-804.

2 Khmelevskaya I.Y., Kawalla R., Prokoshkin S.D., Komarov V.S. IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. 63(1) (2014) 012108.

3 Khmelevskaya I., V. Komarov, Kawalla R., Prokoshkin S., Korpala G. J. Mater. Eng. Perform. 26(8) (2017) 4011-4019.

КОЛИЧЕСТВЕННАЯ ОЦЕНКА ВЯЗКОСТИ ИЗЛОМА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ПАРАМЕТРОВ, ПОЛУЧЕННЫХ ПРИ ПОМОЩИ КОНФОКАЛЬНОГО ЛАЗЕРНОГО СКАНИРУЮЩЕГО МИКРОСКОПА

Данилов В.А., Мягких П.Н., Мерсон Е.Д., Мерсон Д.Л.
НИИ прогрессивных технологий, Тольяттинский государственный университет, г. Тольятти, Россия
V.Dani1ov@yandex.ru

Введение

Фрактография (анализ изломов материалов) – это один из важнейших научно-исследовательских методов. Исследование поверхности разрушения позволяет получить ценную информацию о поведении металла под действием критических нагрузок, выявить характер, а иногда и причину разрушения. Таким образом, извлечение и анализ полезной информации, которую несет в себе поверхность разрушения является весьма актуальной проблемой. Тем не менее, в большинстве случаев фрактографический анализ носит лишь качественный описательный характер, что негативно сказывается на объективности получаемых результатов. Например, на сегодняшний день отсутствует регламентируемый параметр, который бы мог количественно описать вязкость излома и при этом мог бы быть с достаточной точностью измерен при помощи современного оборудования. Перспективным методом для решения обозначенной проблемы является конфокальная лазерная сканирующая микроскопия (КЛСМ) [1,2]. Данный метод обладает рядом преимуществ, такими как: возможность получения точных трёхмерных моделей поверхности разрушения, высокую разрешающую способность и достаточное рабочее расстояние для работы с развитым рельефом, как в случае с изломами. Получаемые с помощью КЛСМ топографические данные можно использовать для описания рельефа поверхности различными количественными параметрами, например, такими как шероховатость или характеристическая площадь поверхности Rs.

Целью настоящей работы являлось установить количественный топографический параметр, полученный с помощью КЛСМ, который наиболее точно отражает вязкость поверхности разрушения низкоуглеродистой стали.

Методика исследования

Для испытания на одноосное растяжение использовались круглые образцы с кольцевыми надрезами длиной 150 мм и диаметром 5 мм стали марки 10, подвергнутые вакуумному отжигу при температуре 950 ºС в течении 30 мин. Механические испытания проводили с использованием универсальной сервогидравлической испытательной машины Instron 8872, снабжённой климатической камерой. Испытания на растяжение проводились при постоянной скорости перемещения 100 мм/мин, в широком диапазоне температур от 200 до -196 ºС.

Фрактографические исследования проводили при помощи КЛСМ LEXT OLS 4000 (ф. Olympus) с использованием объектива «MPlanApoN20xLEXT» на увеличении 400х и с шагом сканирования по оси Z 0,8 мкм.

Для количественного анализа поверхности разрушения были использованы массивы данных, полученные при панорамной съёмки всего излома обеих половин каждого образца, состоящие из 16 кадров (4х4). Перед измерениями изображения обрабатывались для устранения шумов, с помощью стандартного цифрового фильтра, после чего выделялась область непосредственно самого излома, а далее проводились измерения [3].

При помощи встроенного программного обеспечения были рассчитаны параметры шероховатости согласно ISO 25178-2014: Sa – среднеарифметическое

значение высоты, Sq – среднеквадратичное отклонения высоты, Sz – максимальная высота поверхности, а также параметр Rs – характеристическая площадь поверхности, численно равная отношению площади рельефа поверхности к площади проекции этой поверхности на плоскость снимка.

Результаты

Стандартный качественный фрактографический анализ при помощи СЭМ показал, что с понижением температуры испытания в интервале от 100 до -100 °С характер изломов образцов меняется с вязкого на хрупкий. Причем уже при -20 °С почти вся поверхность разрушения имеет рельеф скола, рис. 1 б, тогда как при 20 °С излом практически полностью вязкий (ямочный), рис. 1а. Фактически наблюдается вязко-хрупкий переход, в типичном для данной стали интервале температур, который обычно определяют по падению ударной вязкости [4].

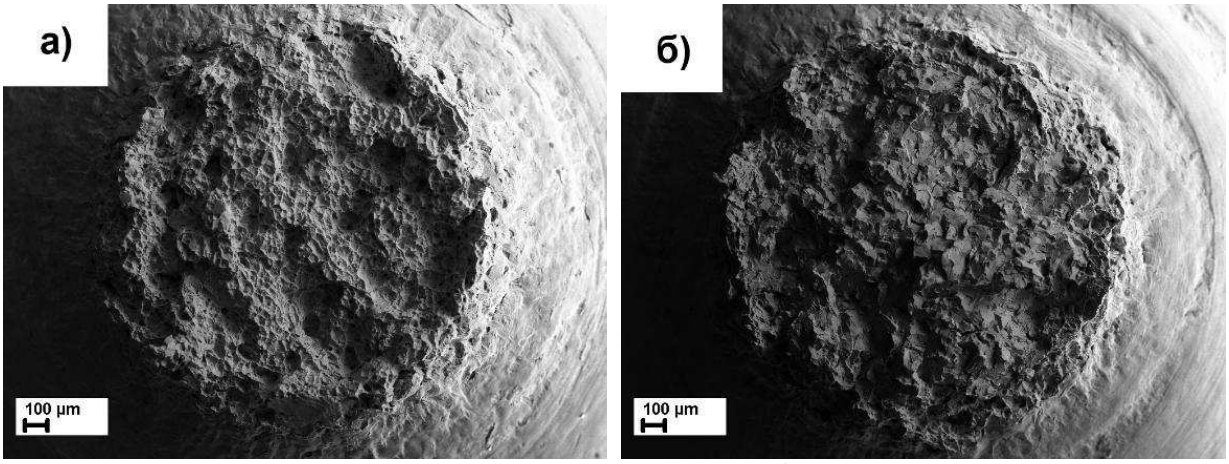


Рисунок 1 – СЭМ снимки полной поверхности разрушения образцов, испытанных при 20 – а) и -20 – б) °С

Как и ожидалось, выявить вязко-хрупкий переход по изменению механических свойств не представляется возможным. Как видно на рис. 2а относительное удлинение имеет максимум при 20 °С и монотонно снижается с уменьшением и увеличением температуры испытания от максимума. Предел прочности при растяжении увеличивается с понижением температуры по степенной зависимости.

В одной из предыдущих наших работ [3] было показано, что параметр Rs для полностью хрупкого и вязкого изломов отличается на единицу. Как следует из рис. 2а результаты настоящего исследования подтверждают полученные ранее данные, а также свидетельствуют о том, что данный параметр хорошо отражает изменение вязкости излома во всем интервале температур испытания и позволяет определить температуру вязко-хрупкого перехода. В то же время параметры шероховатости (рис 1б-г) не справляются с этой задачей. Как видно на рис. 2б и в параметры Sa и Sq практически не зависят от температуры испытания, а Sz монотонно снижается с увеличением температуры испытания. Следовательно, использование указанных характеристик шероховатости для оценки вязкости излома не целесообразно.

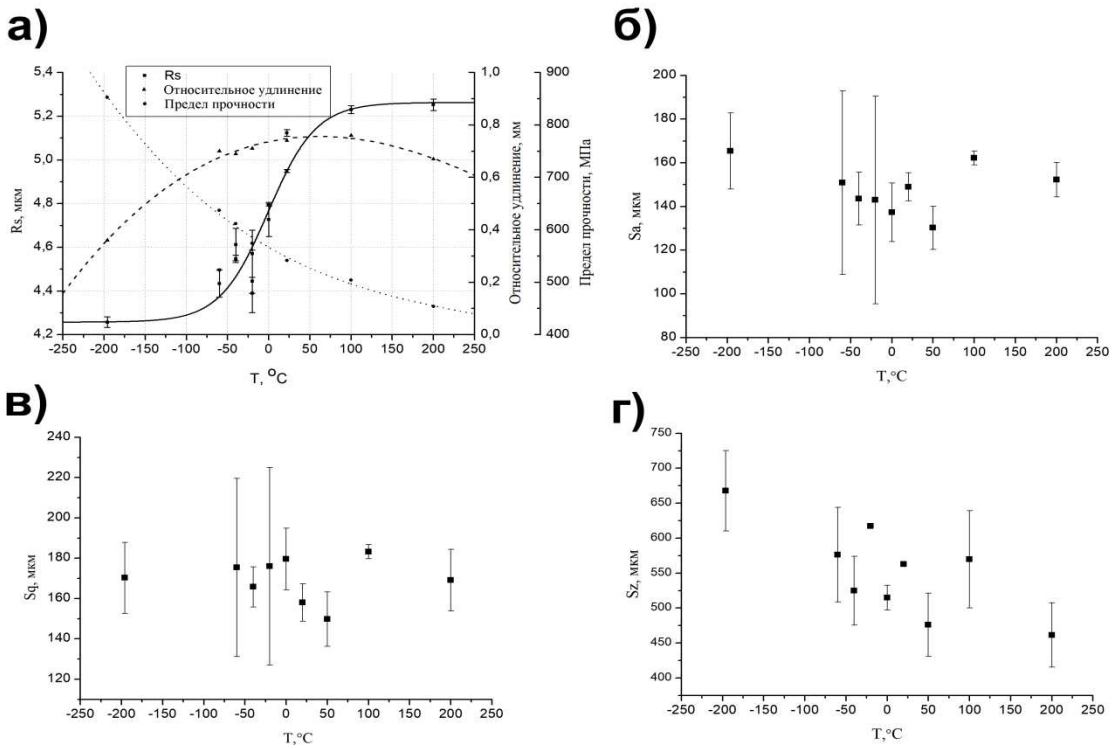


Рисунок 2 – влияние температуры испытания на растяжение на характеристическую площадь поверхности Rs, относительное удлинение и предел прочности (а) и параметры шероховатости Sa (б), Sq (в), Sz (г).

Заключение

В ходе настоящего исследования показано, что КЛСМ является перспективным инструментом количественного фрактографического анализа.

Установлено, что параметры шероховатости рельефа поверхности разрушения (Sa, Sz, Sq,) слабо зависят от температуры испытания и не отражают изменение вязкости излома.

Показано, что изменение величины характеристической площади поверхности разрушения Rs качественно совпадает с изменением вязкости излома в интервале температур вязко-хрупкого перехода отожженной стали 10. Данный параметр может быть легко найден при использовании топографических данных, полученных с помощью КЛСМ, и использован для количественного описания вязкости поверхности разрушения и определения температуры вязко-хрупкого перехода.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант 18-32-00367)

Список использованных источников

1. Merson E. et al. Quantitative characterization of cleavage and hydrogen-assisted quasi-cleavage fracture surfaces with the use of confocal laser scanning microscopy //Materials Science and Engineering: A. – 2016. – Т. 665. – С. 35-46.

2. Merson E. et al. Confocal laser scanning microscopy: The technique for quantitative fractographic analysis //Engineering Fracture Mechanics. – 2017. – Т. 183. – С. 147-158.

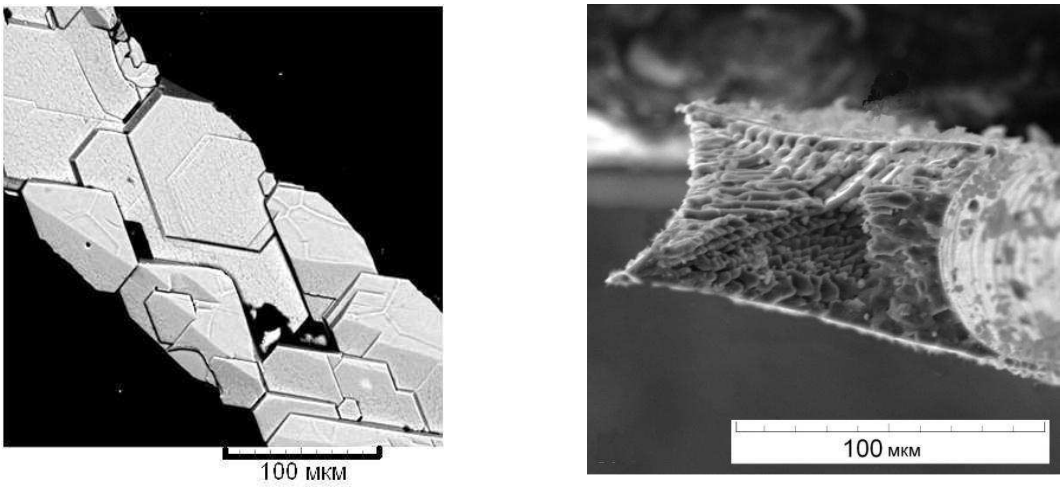
3. Мерсон Е. Д., Данилов В. А., Мерсон Д. Л. Количественный анализ изломов при помощи конфокальной лазерной сканирующей микроскопии //Вектор науки Тольяттинского государственного университета. – 2015. – №. 4 (34).

4. Клевцов Г. В. и др. Механизм ударного разрушения стали 10 с субмикрокристаллической структурой в интервале вязко-хрупкого перехода //Деформация и разрушение материалов. – 2011. – №. 8. – С. 9-13.

КОМПОЗИТНЫЕ ОКСИДНЫЕ ВОЛОКНА И КОМПОЗИТЫ С ХРУПКИМИ МАТРИЦАМИ НА ИХ ОСНОВЕ

Кийко В.М., Новохатская Н.И.
Институт физики твердого тела РАН,
г. Черноголовка Московской области, Россия, kiiko@issp.ac.ru

Современные требования к конструкционным материалам, в частности, композитным жаропрочным материалам, разрабатываемым для работы в широком диапазоне температур, приводят к необходимости включения в структуру материалов соединений в качестве основных компонентов структуры, ранее обычно не используемых. Многие из этих соединений, прочных и оказывающих значительное сопротивление ползучести при высоких температурах, являются хрупкими. При этом возникает проблема обеспечения общего нехрупкого поведения материала, содержащего хрупкие компоненты. Известно, что волокнистые композиты с хрупкими компонентами могут демонстрировать нехрупкое «квазипластичное» поведение. Обычно это достигается организацией относительно слабых поверхностей раздела между волокнами и матрицей, которые тормозят распространение трещин в композитной структуре по механизму, описанному в работе [1]. Такая возможность, как правило, реализуется за счет специальных покрытий на волокне, обеспечивающих необходимые характеристики границы раздела волокно–матрица. Процедура нанесения покрытий приводит к усложнению изготовления композитов и возрастанию их стоимости. Для армирования композитов с хрупкими матрицами в настоящей работе предлагается использовать оксидные композитные волокна, получаемые методом внутренней кристаллизации [2], в состав которых в качестве компонентов входят высокопрочный сапфир и гексаалюминат кальция или бария, наличие «слабых» плоскостей в кристаллической структуре последних в состоянии обеспечить «квазипластическое» поведение композита в целом. Волокна изготавливаются из исходных смесей оксидов алюминия, кальция или бария различных весовых составов, обеспечивающих нужные характеристики. На рис. 1 показаны волокна из «чистых» гексаалюминатов, а на рис. 2а, 3б и 4 волокна, имеющие композитную структуру.



а б

Рисунок 1 - а – боковая поверхность волокна из гексаалюмината кальция, б – поверхность излома волокна из гексаалюмината бария

В качестве примера на рис. 2б показаны результаты испытаний партии волокон на прочность по методике работы [3]. Для получения величины прочности значение предельной деформации следует умножить на величину модуля Юнга

материала волокна. При оценочной величине модуля Юнга 400 ГПа для партии волокон, показанной на рис. 2, величина прочности на длине 1 мм превышает 1000 МПа.

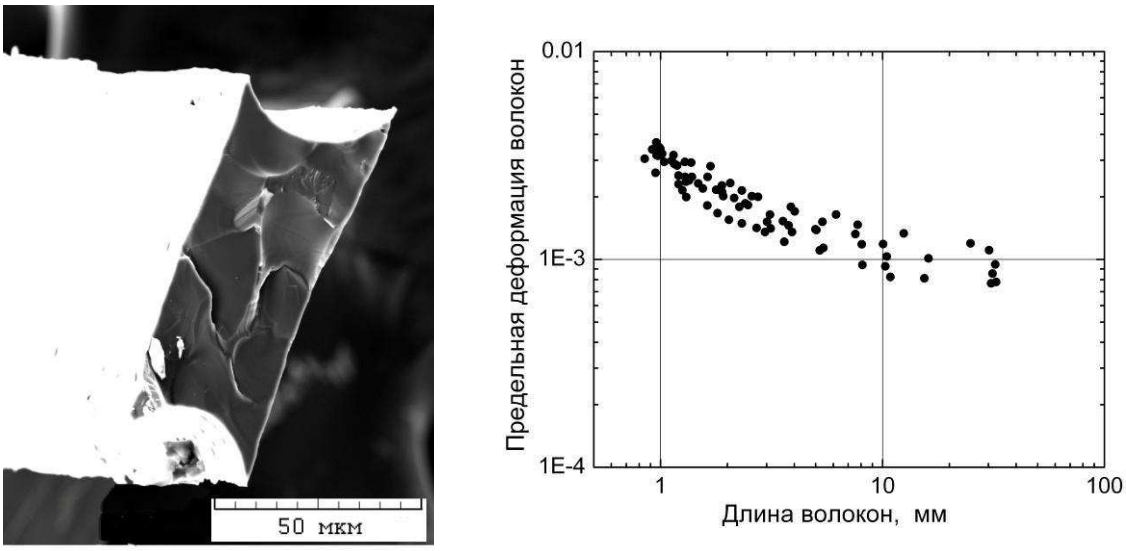
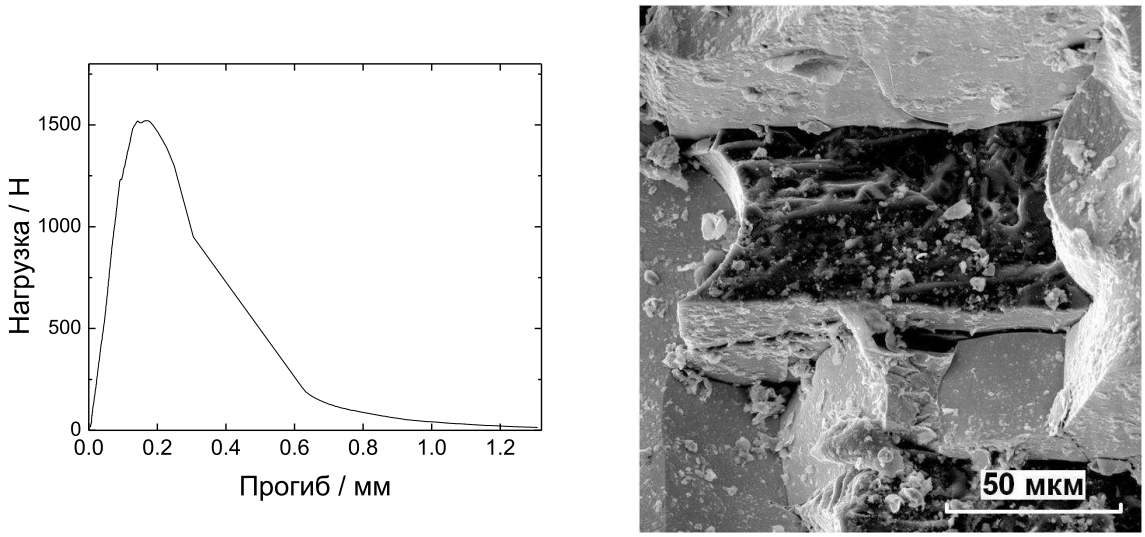
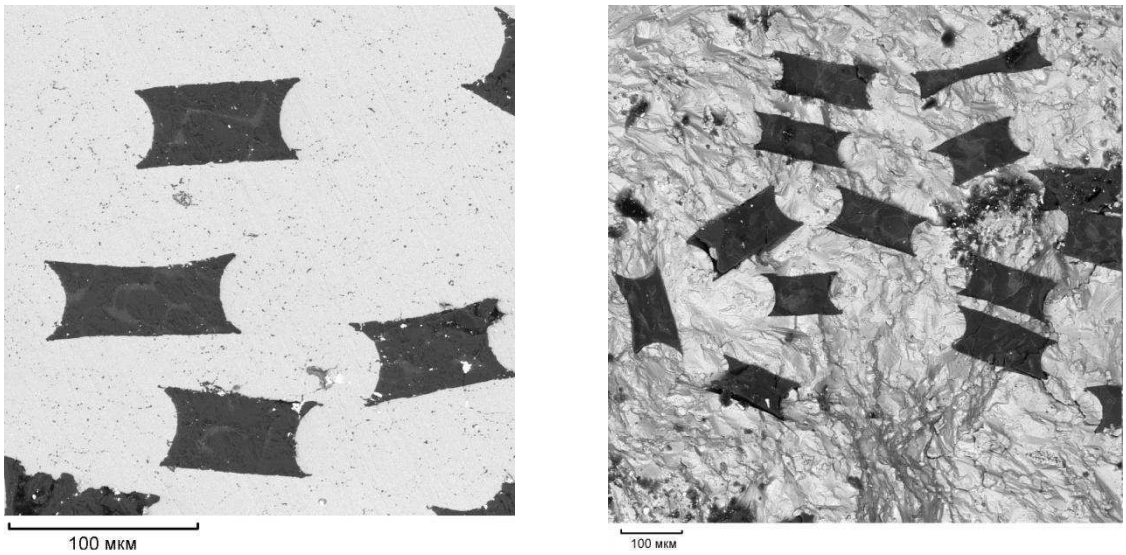


Рисунок 2 - Поверхность излома одного из волокон (а) испытанной партии (б) с исходным составом Al_2O_3 – 4.2вес.%CaO



а б

Рисунок 3 - Результаты испытаний на трещиностойкость при трехточечном изгибе композитного образца с волокнами исходного состава Al_2O_3 – 3.2вес.%CaO и матрицей из хрупкого рекристаллизованного молибдена: зависимость прогиба образца от нагрузки, критический коэффициент интенсивности K*=22 МПа·м$^{1/2}$ (а); участок поверхности разрушения, – композитное волокно (в центре), окруженное матрицей (б)



а б

Рисунок 4 - Поперечное сечение (в сечениях волокон темно-серого цвета – оксид алюминия, светло-серого цвета – кальций содержащие оксиды) (а) и поверхность разрушения композита с оксидными композитными волокнами исходного состава Al_2O_3 – 4.2вес.%CaO и NiAl-матрицей (б), прочность композита 320 МПа; матрица – белого цвета

Из различных исходных весовых составов смесей оксидов алюминия и кальция методом внутренней кристаллизации получены композитные волокна, обеспечивающие приемлемые трещиностойкость и прочность композитов с хрупкими матрицами из рекристаллизованного молибдена (рис. 3), оксида алюминия, и интерметаллидов никель-алюминия (рис. 4) и ниобий-три-алюминия. Композиты с молибденовой матрицей получены методом внутренней кристаллизации, а с оксидной и интерметаллидными матрицами – горячим прессованием однонаправленных оксидных композитных волокон с материалами матриц в виде порошков. В результате формируются иерархически организованные композитные структуры. Достижение необходимой трещиностойкости в процессе разрушения таких структур обеспечивается расслоениями по границам компонентов композитной структуры волокон, границам раздела волоконо-матрица перед кончиком распространяющейся трещины, обеспечивая ее затупление, «ветвлением» трещины, множественными обрывами волокон с развитой поверхностью разрушения, вытягиванием волокон из матрицы с трением по границе раздела. В результате из хрупких компонетов получаются волокнистые композиты с нехрупким характеристиками.

Литература.

1. J. Cook, J.E. Gordon. A mechanism for the control of crack propagation in all-brittle systems. Proceedings of the Royal Society A, 1964, v. 282, iss. 8, pp. 508–520.

2. С.Т. Милейко, В.И. Казьмин. Получение композитов методом внутренней кристаллизации. Механика композитных материалов, 1991, № 5, с. 898–908.

3. V.M. Kiiko, S.T. Mileiko. Evaluation of room temperature strength of oxide fibres produced by the internal crystallization method. Composites Science and Technology, 1999, v. 59, iss. 13, pp. 1977–1981.

ВЛИЯНИЕ ГЕОМЕТРИИ ЭЛЕКТРОДОВ НА ГЛУБИНУ КОНТРОЛЯ ЭЛЕКТРОЕМКОСТНОГО СЕНСОРА

Джежора А.А., Науменко А.М., Царенко Ю.В.*, Рубаник В.В.*
УО «Витебский государственный технологический университет», jezhora@mail.ru
**ГНУ «Институт технической акустики НАН Беларуси», labpt@vitebsk.by*

Разнообразие конструктивных и схемотехнических решений, применяемых в электроемкостном методе контроля, вызвано многообразием объектов контроля, функционально техническим назначением средств измерения и требованиями, предъявляемыми к метрологическим, эксплуатационно-техническим характеристикам. Непрерывное повышение этих требований: точности, разрешающей способности, воспроизводимости, стабильности обуславливает необходимость дальнейшего совершенствования конструкций емкостных сенсоров, схем их подключения и технологий изготовления с учетом успехов в области микроэлектроники, компьютерных технологий.

Одним из наиболее ответственных этапов при создании электроемкостных средств неразрушающего контроля является выбор размеров электродов. Если при контроле с помощью проходных преобразователей область контроля определена, то при контроле с помощью накладных измерительных конденсаторов (НИК), англоязычное название fringing electric field sensors (FEF) sensors, она ограничена глубиной и шириной зоны контроля. Глубина зоны контроля показывает, как быстро интенсивность электрического поля уменьшается с увеличением расстояния от плоскости электродов сенсора. В литературе нет строгого определения, но одним из возможных способов оценки глубины проникновения является изучение того, насколько глубоко электрическое поле проникает в контролируемую среду [1]. Координата, в которой достигается 97% асимптотической емкости, определяется как глубина проникновения. Изменяя геометрические размеры электродов, можно повлиять на глубину зоны контроля сенсора, его чувствительность, динамический диапазон и уровень сигнала. Таким образом, конструкция сенсора может быть адаптирована к его требованиям.

Процесс проектирования сенсоров характеризуются значительным объемом и трудоемкостью, что с учетом сложности структуры объектов контроля делает физическое моделирование не только трудноосуществимым, но и длительным. В силу этого основная нагрузка ложится на математическое моделирование, осуществляемое аналитическими либо численными методами. Аналитические модели для емкостных датчиков обычно базируются на упрощенных конфигурациях и идеализированных предположениях, которые ограничивают их точность расчета для реальных конструкций [2] и могут приводить к существенным расхождениям между теоретическими и экспериментальными данными. Для моделирования электроемкостных сенсоров, их оптимизации, оценки производительности используют численные методы расчета [3,4]. Среди численных методов следует выделить метод конечных элементов (finite element method (FEM) [5] и метод граничных интегральных уравнений (см. например [6]). В настоящее время разработан и используется целый ряд коммерческих программ анализа и оптимизации электродинамических систем (Ansoft FEM, ELCUT, CST Microwave Studio, SPEAG SEMCAD и др.) позволяющий рассчитывать электромагнитные поля и параметры сложных электродинамических систем [7]. Метод граничных интегральных уравнений является классическим математическим аппаратом и основан на сведении краевых задач к граничным интегральным уравнениям Фрегольма I и II рода [8]. Последующая дискретизация граничных интегральных уравнений дает возможность получать и численные решения краевых задач. Преимуществом данного метода, по сравнению с методом конечных элементов, является отсутствие необходимости дискретизации всей области и, как следствие, незначительное время расчета.

Цель работы заключалась в повышении точности расчета параметров многосекционного сенсора, предназначенного для оценки качества нефтепродуктов, оптимизации его конструкции рис.1.

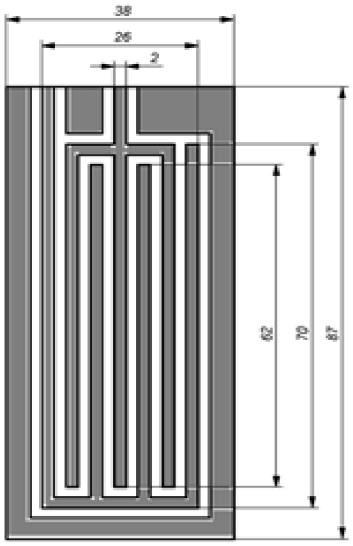


Рисунок 1 - Чертеж двустороннего сенсора

Для проведения оптимизации конструкции были решены следующие задачи:

– построена математическая модель сенсора. Модель была построена с учетом реальной толщины электродов, что крайне важно при проектировании датчиков на тонких подложках. Для этого поверхность каждого из электродов рассматривалась в виде двух зеркально-симметричных бесконечно тонких ламелей, разнесенных в пространстве на расстояние, равное толщине реальных электродов d. При создании модели сенсора применялся метод, основанный на использовании системы интегральных уравнений Фредгольма первого рода, метод зеркальных отображений. Были созданы программы для проведения численных расчетов электрических полей рассматриваемых сенсоров. Программы написаны на основе системы компьютерной математики MAPLE XV. Проведено компьютерное моделирование, подтверждающее адекватность и работоспособность программного обеспечения, проведены расчеты и анализ электрических полей сенсора.

Проверка адекватности модели реальным конструкциям проводилась на датчиках с металлизацией 0,5 (отношение площади электродов к полной площади датчика). Электроды вытравливали на двустороннем фольгированном тефлоне (PTFE) толщиной 1мм. Толщина медного покрытия составляла 35 μм. Ширина потенциальных электродов $2r_0$ = 2 мм и число секций n = 6. Погрешность расчета δC = 2,5%.

Рассмотренная конструкция имеет ряд особенностей, связанных с открытым пространством. Во-первых, она позволяет осуществлять мониторинг среды с двух сторон с помощью плоского сенсора. Во-вторых, её ёмкость больше ёмкости накладного измерительного конденсатора в два раза. При контроле жидкостей удобство протирки электродов без разборки сенсора.

В работе [2] рассмотрен диапазон толщин подложек, где обнаружено хорошее совпадение расчетов емкостей по аналитическим выражениям с экспериментальными данными, описывающими результаты в определении диэлектрической проницаемости контролируемого материала. Однако, отсутствие у аналитических моделей реальной толщины электродов не позволяет проследить картину трансформации полей сенсора, оценить глубину контроля.

Смоделированные зависимости емкости от толщины слоя масла (диэлектрическая проницаемость которого бралась ε=3) показаны на рис.2. Уменьшение межэлектродного зазора (конструкции 1 и 2) приводит к увеличению динамического диапазона, а также к повышению чувствительности измерений, особенно в ближнем диапазоне. Для конструкций 5 и 4, наблюдается увеличение глубины зоны контроля, тогда как для конструкций 1 и 2 она меньше вдвое, но для этих конструкций вдвое меньше межэлектродный зазор. Самый малый динамический диапазон соответствует конструкции 3. Межэлектродный зазор этого проекта такой же, как у проектов 2, 4 и 5, но толщина подложки на порядок меньше. Следовательно, отношение межэлектродного зазора к толщине подложки оказывает большее влияние как на динамический диапазон, так и на глубину контроля.

Полученные результаты показывают компромисс между глубиной контроля и динамическим диапазоном или чувствительностью измерения. Поскольку емкостный сенсор располагается в сосуде, глубина проникновения около 2,5 мм является достаточной и даже выгодной по сравнению с глубиной проникновения 4,5 мм, учитывая, что электрическое поле сосредоточено на соответствующей глубине. Конструкция 1 дополнительно имеет самый высокий динамический диапазон и чувствительность измерения и является наиболее подходящей из смоделированных конструкций.

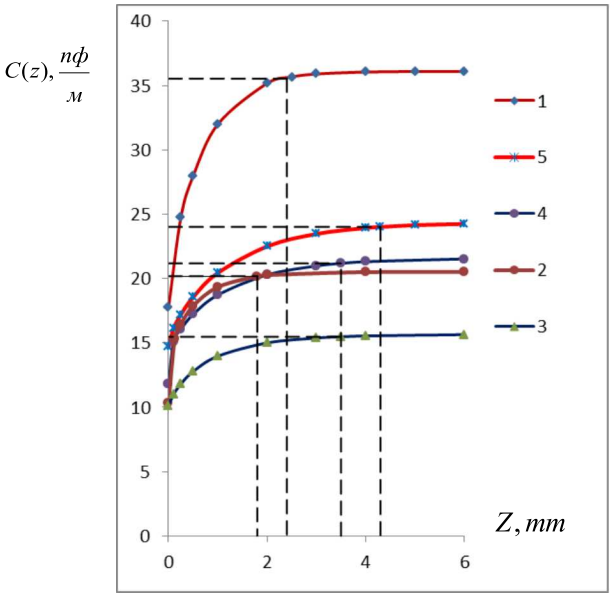


Рисунок 2 - Смоделированная емкость сенсора в зависимости от толщины слоя масла Z для различных конструкций электродов

ВЫВОДЫ

Установлено, что глубина зоны контроля электроемкостного сенсора с открытой областью определяется межэлектродным зазором компланарных электродов и составляет половину секции для металлизации 0,5, при этом толщина подложки влияет на глубину контроля, в меньшей степени.

Литература

1. Da Silva, M. Impedance sensors for fast multiphase flow measurement and imaging, Ph.D. dissertation, Technical University of Dresden, 2008.
2. Джежора А.А. Электроемкостные преобразователи и методы их расчета / А.А. Джежора. – Минск: РУП «Издательский дом «Белорусская наука», 2008. – 305с.
3. Li X B 2006 Instrumentation and Inverse Problem Solving for Impedance Imaging (Washington : University of Washington Graduate School) p 342
4. Mamishev A. V. et al. Interdigital sensors and transducers //Proceedings of the IEEE. – 2004. – Т. 92. – №. 5. – С. 808-845.
5. S. II. Khan and F. Abdullah, "Finite-Element Modeling of Mul tie lee trade Capacitive Systems for Flow Imaging," */EE Proceedings-G Circuits Devices and Systems,* vol. 140, no. 3, pp. 216-222, 1993.
6. Методы граничных элементов: Пер. с англ. / Бреббия К., Теллес Ж., Вроубел Л. М.: Мир, 1987
7. X. B. Li, S. D. Larson, A. S. Zyuzin, and A. V. Mamishev. Design Principles for Multichannel Fringing Electric Field Sensors //*Sensors Journal, IEEE*, vol. 6, no. 2, pp.434-440, 2006.
8. Тихонов А.Н., Самарский А.А. Уравнения математической физики: 7-е изд.М.: Изд-во МГУ; Изд-во. Наука, 2004.

ПОВЫШЕНИЕ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ И ЭКСПЛУАТАЦИОННЫХ СВОЙСТВ МАГНИЕВЫХ СПЛАВОВ МЕДИЦИНСКОГО НАЗНАЧЕНИЯ

Мерсон Д.Л, Виноградов А.Ю., Брилевский А.И.
Тольяттинский государственный университет, Россия, d.merson@tltsu.ru

Сплавы на основе магния благодаря очень высокой удельной прочности привлекают к себе повышенный интерес конструкторов и исследователей, как одни из наиболее перспективных материалов для транспортных отраслей промышленности (авиакосмической, автомобилестроительной, скоростного железнодорожного транспорта и др.), в которых снижение веса относится к задачам первостепенной важности. Другими критическими преимуществами магния являются его полная биосовместимость и способность к постепенному рассасыванию в биологических средах, что чрезвычайно актуально для изготовления биоразлагаемых (биорезорбируемых) временных конструкций медицинского назначения: имплантатов (изделия остеосинтеза) и сосудистых стентов (скаффолды). Важно, что из всех металлических материалов магний и его сплавы имеют модуль упругости наиболее близкий к модулю упругости костных тканей.

К биорезорбируемым сплавам медицинского назначения предъявляются достаточно высокие требования по пределам текучести, прочности, пластичности, усталостной прочности и скорости резорбции (коррозии), причем последняя в идеале должна равняться скорости роста костных тканей. Выполнение указанных требований является сложной научно-технической задачей, на решение которой и направлена настоящая работа.

В большинстве необходимый комплекс свойств достигается двумя основными способами: (1) оптимизацией системы легирования и (2) применением различных схем термо-механических обработок и их сочетаний для создания нужного дизайна микроструктуры. Для магниевых сплавов биомедицинского назначения одними из наиболее перспективных являются тройные системы легирования Mg-Zn-Ca (для имплантатов) и Mg-Zn-Y (для стентов), а для «проработки» их структуры, как правило, используют различные виды интенсивной пластической деформации (ИПД): равноканальное угловое прессование (РКУП), ротационную ковку (РК), экструзию (Э), всестороннюю изотермическую ковку (ВИК), изотермическую прокатку (ИП) и др.

В настоящей работе приводятся результаты стандартных испытаний на растяжение образцов магниевых малолегированных сплавов систем Mg-Zn-Ca и Mg-Zn-Y, подвергнутых различным схемам ИПД или их сочетаниям. В качестве примера, на рисунке 1 приведены диаграммы растяжения некоторых вариантов образцов.

В докладе обсуждаются преимущества и недостатки тех или иных вариантов, в том числе с экономической точки зрения.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки РФ в рамках проекта RFMEFI58317X0070

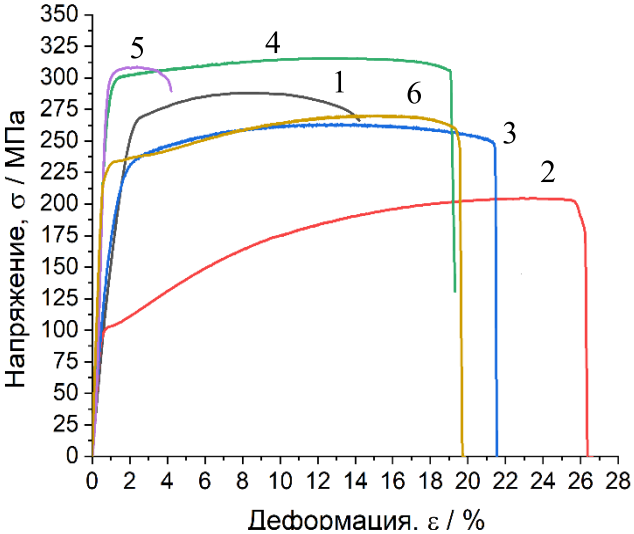


Рисунок 1 - Диаграммы растяжения: 1 – (Mg-0.9Zn-0.1Ca, Э), 2 – (Mg-1Zn-0.16Ca, ВИК), 3 – (Mg-1Zn-0.16Ca, ВИК+ИП), 4 – (Mg-1Zn-2.9Y, РКУП), 5 – (Mg-1Zn-2.9Y, Э+РК), 6 – (Mg-1Zn-2.9Y, ВИК)

БЕСКОНТАКТНОЕ ИЗМЕРЕНИЕ МОДУЛЯ ЮНГА В МЕТАЛЛОКОРДЕ

Кожушко В.В., Сергиенко В.П.
Государственное научное учреждение «Институт механики металлополимерных систем имени В.А. Белого НАН Беларуси», ул. Кирова 32а, г.Гомель 246050, Республика Беларусь
E-mail: info@laser-ultrasound.ru

Задача по определению модуля упругости в процессе производства металлокорда является актуальной и востребованной, поскольку её решение позволит осуществлять технологический контроль выпускаемой продукции. Прохождение стальной проволоки через волоку приводит к значительной пластической деформации и удлинению зёрен, что в свою очередь вызывает изменение не только геометрических размеров, но и упругих свойств проволоки [1]. Скорость ультразвуковых импульсов в проволоке напрямую связана с упругими модулями, и в случае длинноволнового приближения скорость определяется модулем Юнга [2]. Для решения данной задачи предлагается комбинация бесконтактных методов по возбуждению и регистрации зондирующих ультразвуковых импульсов. Возбуждение ультразвука проводится лазерными источниками в результате оптико-акустического преобразования [3], а регистрацию предлагается выполнить с помощью электромагнитных акустических (ЭМА) преобразователей [4-6].

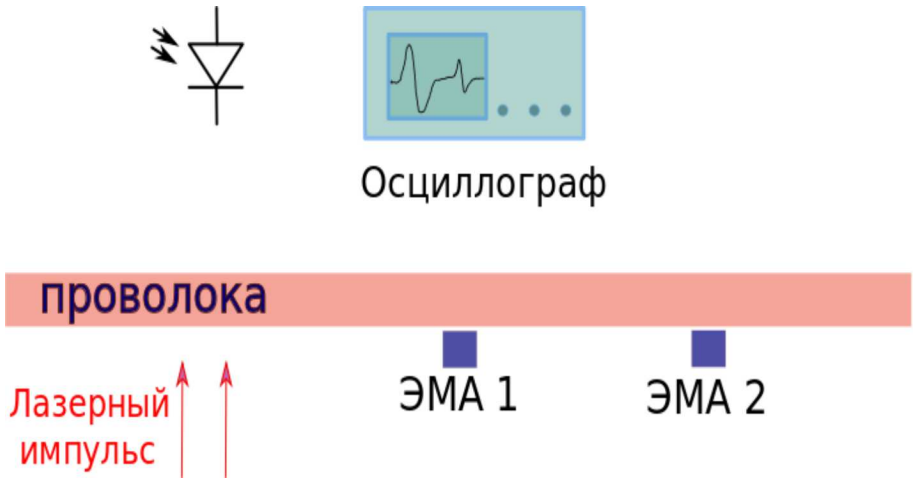


Рисунок 1 – Схема проведения эксперимента

Для проведения экспериментов по определению модулей Юнга в стальной проволоке были подготовлены образцы, диаметр которых составлял от 0,225 мм до 1,8 мм и длина более 250 мм. Торец проволоки шлифовали нормально к её оси, за исключением проволоки диаметром 0,225 мм. Схема предлагаемого эксперимента представлена на Рис. 1. Расстояние между ЭМА-преобразователями составляет 23 мм. Фронт сигнала фотодиода использовали для запуска осциллографа.

В качестве источника оптического излучения использовали белорусско-японский лазер LOTIS Tii, модели LS-2131M-10. Нефокусированное излучение лазера освещало свободный участок проволоки, диаметр лазерного пятна приблизительно 6 мм. Энергия лазерного импульса составляла приблизительно 10 мДж на длине волны 532 нм. Длительность лазерных импульсов составляла приблизительно 12 нс, частота повторения лазерных импульсов – 10 Гц. Проволока до начала экспериментов подмагничивалась постоянным кольцевым магнитом с полем 0,25 Т и следующими размерами: внешним диаметром 25 мм, внутренним 13 мм, толщиной 3 мм. В результате лазерного воздействия в проволоке возбуждаются ультразвуковые импульсы, распространяющиеся в противополож-ные стороны. Поскольку лазерное пятно достаточно протяжённое и имеет гауссовское распределение интенсивности, спектральный состав ультразвукового импульса охватывает область низких частот, что

соответствует случаю длинноволнового возбуждения. Регистрация ультразвука выполняется в двух точках ЭМА преобразователями, чувствительный элемент которых представляет из себя промышленную индуктивность с ферритовым сердечником и номинальным значением 10 мкГн, резонансной частотой 26 МГц, и линейными размерами 2,5x2,5x2 мм^3. Особенностью ЭМА преобразователей является чувствительность к переменному электромагнитному полю, вызванному распространением ультразвуковых импульсов. В электрической схеме индуктивности включены в цепь дифференциальных усилителей, выполненных на операционных усилителях. Печатная плата изготовлена с минимальной длиной проводящих дорожек, что является необходимым для уменьшения паразитных индуктивностей и ёмкостей. Простота изготовления ЭМА-преобразователя делает его применение экономически привлекательным для решения задач диагностики механических свойств и неразрушающего контроля металлов и композитов на их основе [7]. Промышленные индуктивности уменьшают размер преобразователей и локализуют их пространственную чувствительность по сравнению с катушками, изготавливаемыми вручную из лакированного медного провода, что позволяет сопоставить пространственное разрешение данных преобразователей с разрешением оптических методов [8].

Для стержней характерна дисперсия распространяющихся ультразвуковых волн. В стержне или проволоке длинноволновые моды имеют предельно высокую скорость распространения по сравнению с коротковолновыми, скорость которых приближается к скорости Рэлеевских – поверхностных волн, распространяющихся по поверхности проволоки вдоль оси. Задача по определению скорости длинноволновых продольных импульсов может быть сведена к определению скорости распространения на участке достаточной длины с применением двух ЭМА-преобразователей, расположенных вдоль проволоки с минимальным зазором, на рисунке 2 представлены результаты измерения в образце бронзированной проволоки диаметром 1,6 мм стали 90К+Cr.

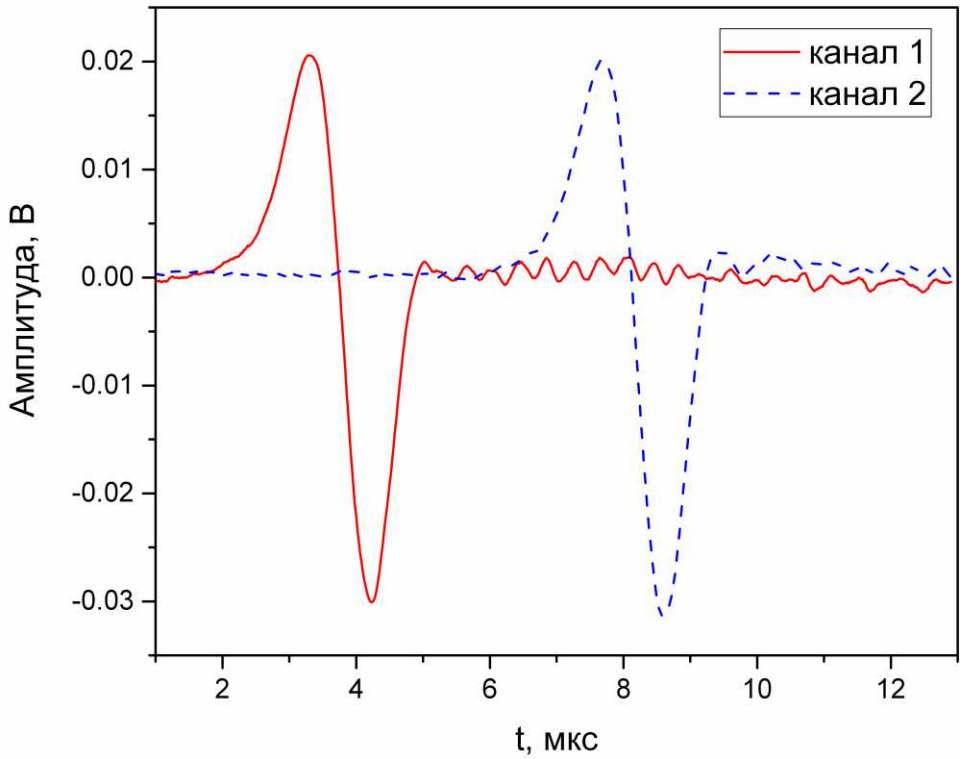


Рисунок 2 – Сигналы измеренные двумя ЭМА-преобразователями, сплошная линия – первый канал, пунктирная – второй канал

Таким образом, регистрируется импульс, распространяющийся из точки возбуждения к преобразователям. Измерения делают возможным определение групповой скорости распространения ультразвука в проволоке. Время пробега

импульсом расстояния 23 мм между преобразователями определили по точкам пересечения базовой линии, что дало значение $dt = t_2 - t_1$=4,399 мкс для времени, скорость равна 5,23 км/с. Спектр импульсов ограничен сверху частотой 1,5 МГц, что подтверждает предположение о длинноволновом приближении возбуждаемых импульсов. Скорость длинноволновых импульсов в проволоке определяется из соотношения модуля Юнга и плотности материала. Модуль Юнга проволоки нашли при известной плотности материала ρ, равной 7,8 г/см^3 из выражения:

$$E = V^2\rho \quad . \tag{1}$$

Полученное значение модуля Юнга равно 213 ГПа, что хорошо согласуется с табличным значением 210 ГПа.

Точность измерения групповой скорости определяется точностью измерения времени пробега импульса и точностью измерения расстояния между датчиками. Абсолютная ошибка измерения времени пробега импульса составляет 20 нс, абсолютная ошибка измерения расстояния 0,1 мм. Относительная ошибка измерений для скорости равна сумме относительных ошибок измерения времени и расстояния, которые составляют приблизительно 0,25% и 0,5% для интервала времени 4,4 мкс и отрезка длиной 23 мм, таким образом, относительная ошибка измерения скорости составляет 0,75%. Для рассмотренного образца проволоки скорость длинноволновых ультразвуковых мод составила 5,23±0,04 км/с. Относительная ошибка измерения модуля равна сумме удвоенной ошибки измерения скорости и плотности, и она ограничена величиной в 2%. Значения модуля, полученные в проволоке различных диаметров 0,225 мм, 1,33 мм, 1,4 мм, 1,5 мм, 1,6 мм и 1,8 мм находятся в диапазоне от 209 ГПа до 215 ГПа.

В заключении отметим, что предложенный подход может быть использован для проведения диагностики металлической проволоки через измерение модуля Юнга. Бесконтактный метод возбуждения в сочетании с бесконтактным методом регистрации могут быть реализованы непосредственно на производственной линии, что позволит контролировать изменение параметров и регулировать качество продукции при производстве металлокорда.

Литература

1. Коробов А.И., Экономов А.Н. Влияние термической обработки и статических деформаций на акустическую нелинейность медных проволок. // Акуст. журн. 2002. Т.48. №5. С. 640-648.

2. Thurston R.N. Elastic waves in rods and clad rods // J. Acoust. Soc. Am. 1978. V. 64, No. 1. July P. 1-37

3. Гусев В. Э., Карабутов А.А. Лазерная оптоакустика, М.: Наука, 1991, 304 с.

4. Кожушко В.В., Палтауф Г., Кренн Х. Регистрация наносекундных оптико-акустических импульсов в стали // Акуст. журн. 2013. Т. 59. №2. С. 279-282.

5. Hirao M., Ogi H. EMATs for science and industry: non-contacting ultrasonic measurements. Boston: Kluwer Academic Publisher, 2003. p. 372.

6. Rueter D. Induction coil as a non-contacting ultrasound transmitter and detector: Modeling of magnetic fields for improving the performance // Ultrasonics. 2016. V. 65. P. 200-210.

7. Кожушко В.В., Сергиенко В.П., Мышковец В. Н. Определение модулей металлических композитов бесконтактной регистрацией оптико-акустических импульсов // Учен. зап. физ. фак-та Моск. ун-та. 2017. № 5. С. 1751001-4.

8. Kim J., Jhang K.-Y. Non-contact measurement of elastic modulus by using laser ultrasound // Int. J. Precis. Eng. Manuf., 2015. V.16. No5. P. 905-909.

ВЫСОКОПРОЧНЫЕ МЕЛКОЗЕРНИСТЫЕ БИОРАЗЛАГАЕМЫЕ СПЛАВЫ СИСТЕМЫ Mg-Zn-Ca, ОБРАБОТАННЫЕ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИЕЙ

Линдеров М.Л.[1], Брилевский А.И.[1], Васильев Е.В.[1], Копылов В.И.[2], Мерсон Д.Л.[1], Виноградов А.Ю.[1,3]

[1)] Институт прогрессивных технологий, Тольяттинский государственный университет, 445020 Тольятти, Россия

[2)] Нижегородский государственный университет имени Н. И. Лобачёвского, 603950 Нижний Новгород, Россия

[3)] Department of Mechanical and Industrial Engineering, Norwegian University of Science and Technology–NTNU, Trondheim N-7491, Norway; alexei.vinogradov@ntnu.no

В последние годы возрос интерес к магниевым сплавам, как к перспективным материалам для биомедицинских применений, так как они сочетают в себе удачных комплекс важных свойств, среди которых особенно нужно выделить высокую удельную прочность, а также очень хорошую биосовместимость и биоразлагаемость. Среди наиболее перспективных для биомедициоского применения считаются бинарные системы Mg-Zn, Mg-Ca и тройные системы Mg-Zn-Ca, Mg-Zn-Zr и Mg-Zn-Y. Одной из ключевых проблем, связанных с Mg-сплавами, является их недостаточная долговечность и слишком высокие скорости коррозии. Данную проблему предполагается решать путем повышения чистоты исходных компонент сплавов в сочетании с получением необходимого зернограничного дизайна их микроструктуры передовыми методами интенсивной пластической деформации (ИПД).

Целью представленной работы является установление влияния режимов ИПД на усталостные свойства сплавов системы Mg-Zn-Ca, перспективной для изготовления временных имплантатов.

Материалы и методы исследования

Слитки сплава ZX40 системы Mg-Zn-Ca с номинальным химическим составом: Mg-4Zn-0,15Ca и Mg-4Zn-0,56Ca гомогенизировали при 350°C в течение 24 часов, а затем подвергались двум проходам равноканального углового прессования (РКУП) через 90° (2Bc) прямоугольную головку при 325 °C (для сплава с 0,56Ca) и 350 °C (для сплава с 0,15Ca). Часть из полученных образцов (содержащих 0,15Ca) после механической обработки подвергалось ротационной ковке (РК) с коэффициентом экструзии 1,55 при комнатной температуре.

Образцы для механического испытания вырезали с использованием искровой эрозии из центральной части заготовок в форме буквы I с размерами 10×4×3 мм^2. Испытание на растяжение проводилось на машине Kammrath&Weiss при постоянной скорости перемещения траверсы, соответствующей номинальной скорости деформации 1×10^{-4}с$^{-1}$. Испытания на усталость проводились на электромеханической испытательной машине Instron Electropuls E1000 при симметричном цикле нагружения (R=-1), при постоянной амплитуде напряжений $\Delta\sigma/2$, с частотой 100Гц.

Микроструктурные исследования проводились с использованием сканирующего электронного микроскопа с полевой эмиссионной пушкой Zeiss SIGMA. Более подробно об условиях проведения испытания можно посмотреть в работе [1].

Результаты и их обсуждение

На рисунке 1 показаны диаграммы растяжения для образцов магниевых сплавов, обработанных РКУП и РКУП+РК. После указанных обработок, наблюдается компромисс между прочностью на разрыв и относительным удлинением, что обычно сообщается для подавляющего большинства металлов и сплавов после проведения ИПД [2]. Ротационная ковка привела к уменьшению среднего размера зерна *(рисунок*

2), что способствовало увеличению прочности на разрыв до очень высокого значения 380 МПа. Для данного сплава, обладающего изначально низкой прочностью, это является очень хорошим показателем. Одновременно происходит снижение относительного удлинения, хотя и не до чрезмерно низкого уровня.

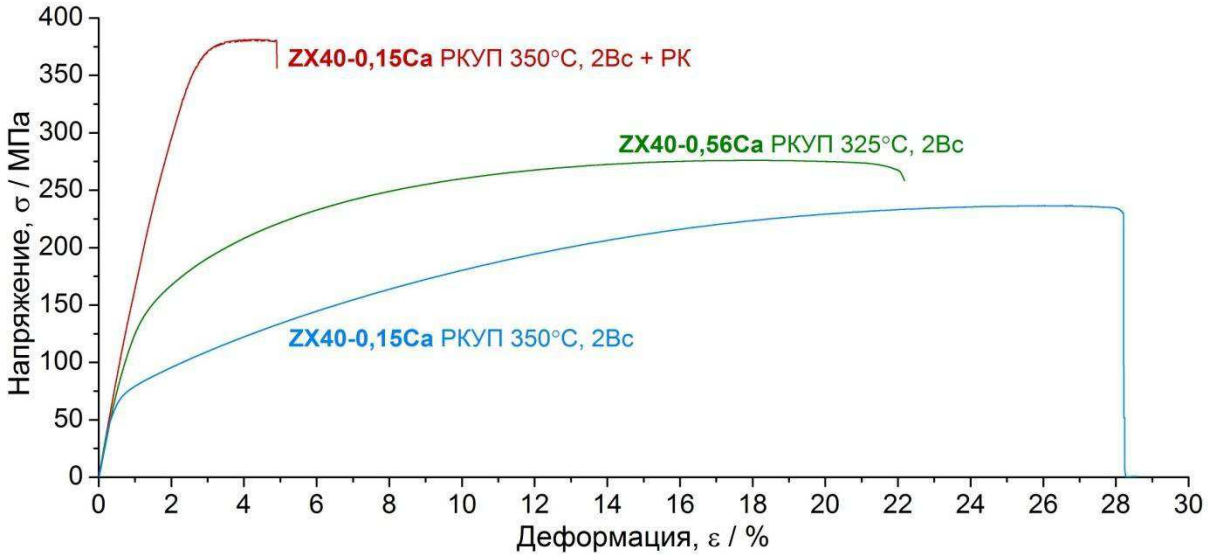


Рисунок 1 - Кривые напряжение-деформация сплавов ZX40, обработанных методами РКУП и РКУП + РК

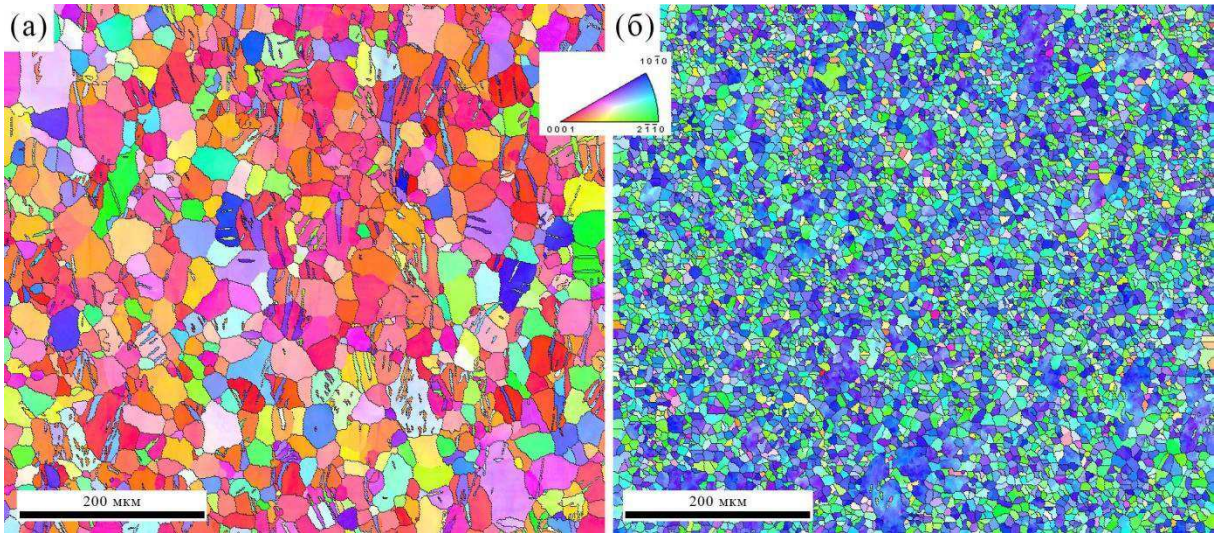


Рисунок 2 - Карты EBSD в цветах обратной полюсной фигуры для сечения сплава ZX40, перпендикулярно направлению экструзии; после (а) РКУП и (б) РКУП+РК процессов. Цветовой код показан на вставке в виде стандартного стереографического треугольника для обеих карт

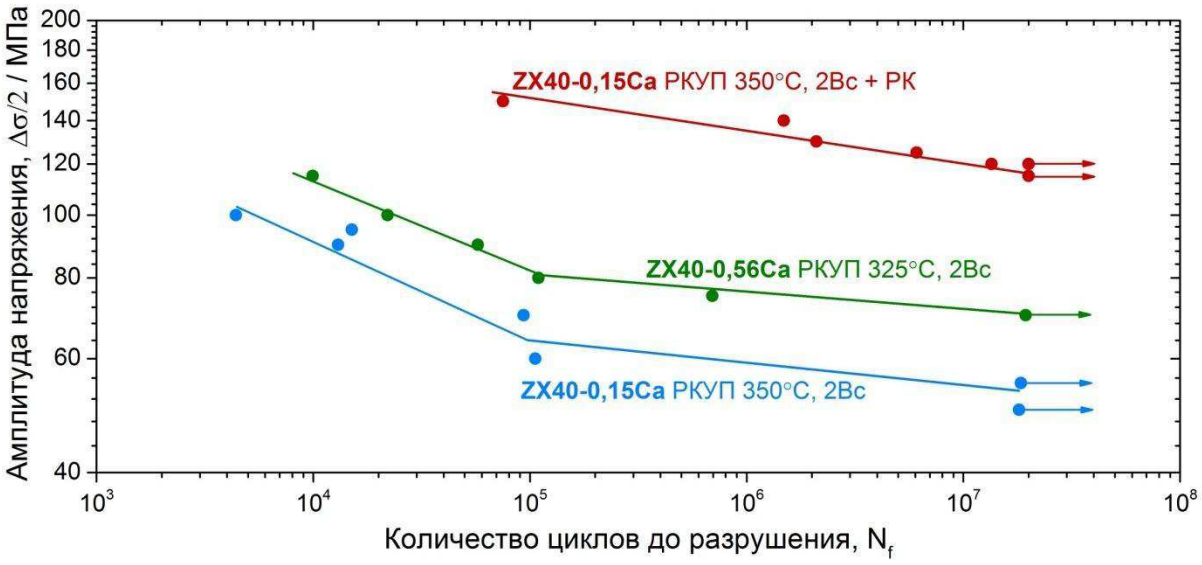


Рисунок 3 - Диаграммы Веллера для обработанных РКУП и РКУП + РК сплавов ZX40 и испытанных на сухом воздухе

Усталостные кривые для сплавов ZX40 после различных обработок показаны на *рисунке 3*. В то время как материал после РКУП демонстрирует только умеренные усталостные свойства, характерные для многих деформируемых сплавов на основе Mg [3], усталостная выносливость образцов после ротационной ковки заметно улучшается вплоть до 125 МПа при 10^7 циклах, что более чем вдвое превышает его РКУП аналог с σ_{-1} = 55 МПа. Если сравнивать полученные усталостные значения со сплавом WE43, который уже используется в биомедицинских приложениях для изготовления стентов и обладает пределом выносливости по данным [4] на уровне σ_{-1} = 110МПа (при это данный сплав относительно сильно легирован редкоземельными элементами), то можно предположить, что полученная комбинация прочности на растяжение и усталостных характеристик в сплаве ZX40 является перспективной для широкого спектра применений этих легких биосовместимых и биоразлагаемых материалов.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки РФ в рамках гранта RFMEFI58317X0070 и госзадания 3.3881.2017/4.6

Литература

1. *Vinogradov, A., Vasilev, E., Kopylov, V.I., Linderov, M., Brilevesky, A., Merson, D.* High Performance Fine-Grained Biodegradable Mg-Zn-Ca Alloys Processed by Severe Plastic Deformation // Metals. – 2019. – №9. – 186.

2. *Vinogradov, A.* Mechanical properties of ultrafine-grained metals: New challenges and perspectives // Advanced Engineering Materials. 2015. – 17. – P. 1710–1722.

3. *Ogarevic, V.V., Stephens, R.I.* Fatigue of magnesium alloys // Annual Review of Materials Research. 1990. – 20. – P. 141–177.

4. *Gu, X.N., Zhou, W.R., Zheng, Y.F., Cheng, Y., Wei, S.C., Zhong, S.P., Xi, T.F., Chen, L.J.* Corrosion fatigue behaviors of two biomedical mg alloys—AZ91d and WE43-In simulated body fluid // Acta Biomaterialia. 2010. – 6. – P. 4605–4613.

ЭЛАСТОКАЛОРИЧЕСКИЙ ЭФФЕКТ В АМОРФНОМ СПЛАВЕ Ti2NiCu ПРИ ВНЕШНЕМ ПЕРИОДИЧЕСКОМ ВОЗДЕЙСТВИИ ДО 10 ГЦ

Морозов Е.В.[1], **Федотов С.Ю.**[2], **Коледов В.В.**[1], **Шавров В.Г.**[1], **Шеляков А.В.**[3]

1. *ИРЭ им. В.А. Котельникова РАН, Москва, Россия*
2. *МГУ им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия*
3. *НИЯУ МИФИ, Москва, Россия*

Аннотация: Работа посвящена экспериментальному изучению эластокалорического эффекта (ЭКЭ) в быстрозакалённых лентах сплава Ti_2NiCu, представляющах из себя аморфно-кристаллические композиты, при периодическом воздействии внешней периодической растягивающей силы. Исследования проходили при частотах до 10 Гц. Показано, что величина эластокалорического эффекта (ЭКЭ) не зависит от частоты циклов расягивающей силы в диапазоне от 0 до 10 Гц.

Ключевые слова: эластокалорический эффект, аморфный сплав, аморфно-кристаллические композиты, фазовые переходы, кинетика фазового перехода.

На протяжении долгого времени изучение вопроса альтернативной энергетики занимает ведущие места в современных научных исследованиях. Большую нишу в таких исследованиях занимают калорические эффекты, которые связаны с изменением температуры тела при воздействии на него внешних полей различной природы. Настоящая статья посвящена эластокалорическому эффекту (ЭКЭ). Только за 2018 год выпущено более 100 статей, посвященных ЭКЭ, что говорит о неспадающем интересе к изучению ЭКЭ [1-6]. В обзорной статье [5] представлен анализ шести наиболее перспективных сплавов с ЭКЭ: NiTi, NiTiCu, NiFeGa2, CoNiAl, CuZnAl и NiTiHf2. Отмечено, что максимальная величина ЭКЭ достигается в сплаве NiTi и составляет 20К. Однако, до сегодняшнего дня максимальная частота циклов при изучении ЭКЭ не превышает 4 Гц. Таким образом, остается не изученными такие, поставленные в данном проекте вопросы, как зависимость ЭКЭ от частоты циклов, и соответственно не сделаны оценки максимально достижимой удельной мощности для эластокалорической термомеханической машины. В настоящей работе изучается сплав Ti2NiCu в аморфном состоянии, что сказывается на величине ЭКЭ, но увеличивает долгосрочность из-за большей прочности в сравнении с кристаллическими фазами вышеупомянутого материала.

Целью настоящего исследования было изучение ЭКЭ в аморфно-кристаллической быстрозакалённой ленте сплава Ti_2NiCu, методом инфракрасной термографии при периодическом воздействии вынуждающей силы при частоте растяжения - сжатия до 10 Гц.

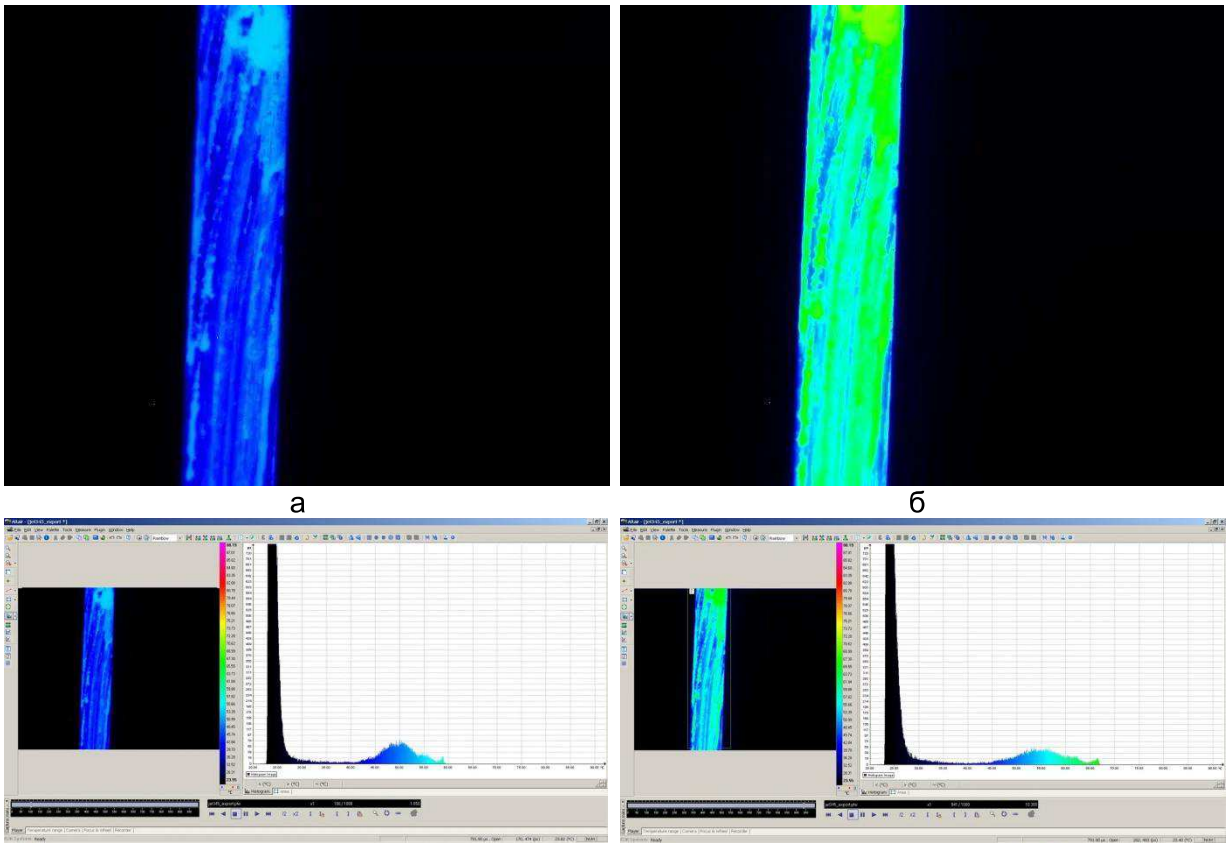
Для изучения эффекта использовалась модифицированная экспериментальная установка, полное описание которой можно видеть в статье [7] этих же авторов.

Для проведения исследований инфракрасный пирометр testo 845, применяемый в работе [7], был заменён высокоскоростной инфракрасной камерой Flir SC- 7000 с волновым диапазоном измерений 3,7- 4,8 мкм и частотой съёмки до 400 кадров в секунду. Для исследуемого диапазона температур погрешность прибора составляет ±1°C. Остальные комплектующие установки остались неизменными.

В качестве исследуемых образцов были выбраны аморфно-кристаллические композитные быстрозакаленные ленты сплава Ti_2NiCu с эффектом памяти формы, длиной 10 см, шириной 1,5 мм и толщиной 36 мкм.

Кадры, полученные скоростным ИК-термографом от недорастянутой и растянутой ленты сплава Ti2NiCu, показаны на рис. 1а и рис. 1б. При растяжении лента

нагревается, что отражено изменением цвета элементов изображения (пикселей). Для количественного измерения ЭКЭ строились диаграммы распределения количества пикселей по температуре (рис. 1в и рис. 1г). На каждой из диаграмм выделяется пик фона с комнатной температурой 23С (показан черным цветом) и пик, отвечающий температуре образца.



а б в г

Рисунок 1 - Обработка данных скоростной ИК-термограммы для изучения кинетики ЭКЭ. а) недеформированная лента, б) деформированная лента, в) диаграмма температурного распределения в недеформированной ленте, г) диаграмма температурного распределения в деформированной ленте.

Видно, что этот пик, перемещается в область более высоких температур при деформации ленты, что происходит благодаря ЭКЭ. Расчетное значение ЭКЭ в этом сплаве (ΔT=0,4K) сходится с соответствующей диаграммой. Обращая внимание, на то, что измерения ведутся при температуре соответствующей температурной точке Af, можно утверждать, что кристаллическая часть композита слишком мала и не вносит вклад в ЭКЭ.

При попытках изменить частоту циклов внешней силы до 10 Гц, величина ЭКЭ не изменялась, что свидетельствует о том, что в данном диапазоне ЭКЭ не зависит от частоты.

Заключение.

В заключение сформулируем основные итоги проведённой работы:

1) Измеренное в настоящей работе значение ЭКЭ сходится с расчетным значением ΔT=0,4K.

2) Показано, что величика ЭКЭ не зависит от частоты в частотном диапазоне от 0 до 10Гц

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 18-07-01320.

Литература.

[1] *Aaltio I., Fukuda T., Kakeshita T.* Elastocaloric cooling and heating using R-phase transformation in hot rolled Ni-Ti-Fe shape memory alloys with 2 and 4 at% Fe content //Journal of Alloys and Compounds. – 2018.

[2] *Ahadi A. et al.* Reversible elastocaloric effect at ultra-low temperatures in nanocrystalline shape memory alloys //Acta Materialia. – 2019. – Т. 165. – С. 109-117.

[3] *Stepanov I. A.* Entropy change in materials under compression and expansion //Materials Letters. – 2019. – Т. 234. – С. 38-39.

[4] *Chen H. et al.* Improvement of the stability of superelasticity and elastocaloric effect of a Ni-rich Ti-Ni alloy by precipitation and grain refinement //Scripta Materialia. – 2019. – Т. 162. – С. 230-234.

[5] *Sehitoglu H., Wu Y., Ertekin E.* Elastocaloric effects in the extreme //Scripta Materialia. – 2018. – Т. 148. – С. 122-126.

[6] *Li Y. et al.* Energy-Efficient Elastocaloric Cooling by Flexibly and Reversibly Transferring Interface in Magnetic Shape-Memory Alloys //ACS applied materials & interfaces. – 2018. – Т. 10. – №. 30. – С. 25438-25445.

[7] *Федотов С.Ю., Морозов Е.В., Коледов В.В., Шавров В.Г.* «Исследование эластокалорического эффекта в быстрозакалённой ленте сплава Ti_2NiCu с эффектом памяти формы». Известия РАН, серия физическая, 2017 г., Т.81, №12.

СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ЭКСТРУДИРОВАННОГО ПОРОШКОВОГО СПЛАВА TINI

Маркова Г.В.[1], **Володько С.С.**[1], **Касимцев А.В.**[2]
[1] *ФГБОУ ВО Тульский государственный университет,*
[2] *ООО «Метсинтез»,.*
г. Тула, Россия, galv.mark@rambler.ru

Для возможности эффективного использования никелида титана в технике необходима разработка технологии получения сплава с заданным уровнем функциональных, механических и технологических свойств в промышленных объемах. Для сплавов, полученных традиционной технологией литья, основная сложность заключается в обеспечении точного химического состава. Как правило, литая заготовка после гомогенизирующих отжигов подвергается полному контролю по составу и для дальнейшей обработки отбирается только небольшая ее часть. Ранее была показана возможность получения структуро-однородного никелида титана технологией порошковой металлургии путем вакуумного спекания гидридно-кальциевых порошков на промышленном оборудовании. Полученный материал отличается постоянством фазового состава во всем объеме заготовки от порошка до спеченного компакта.

Необходимым технологическим этапом при производстве заготовок и изделий из никелида титана является термомеханическая обработка, которая вызывает не только изменения структуры (полигонизация, динамическая рекристаллизация), но и изменение температур мартенситного превращения (МП) и, следовательно, температур проявления функциональных свойств. Это приводит к существенному изменению характеристик памяти формы и сверхупругости.

Объектом данного исследования является порошковый интерметаллид TiNi, полученный на промышленном оборудовании по гидридно-кальциевой технологии, обеспечивающей гомогенность химического и структурного состава во всем объеме заготовки (до 50 кг). Химический состав сплава соответствует техническому сплаву ТН1 (таблица 1).

Таблица 1 - Химический состав исследованного сплава

	Химический состав, % масс.									
	основные элементы		примеси, не более							
	Ni	Ti	C	Co	Fe	Si	N	O	H	Σ прочих примес.
ТУ 1-809-394-84 (ТН1)	53,5-56,5	Осн.	0,1	0,2	0,3	0,15	0,05	0,2	0,013	0,3
Исследуемый сплав	55,9	Осн.	0,067	-	0,1	-	0,015	0,1	-	0,13 (Ca)

Спеченную при 1200 ^{0}C заготовку подвергали экструзии при температуре 900 ^{0}C с истинной деформацией e=1,5. Металлографический анализ выполняли на оптическом микроскопе Axio Observer D1m компании Ziess в светлом поле. Рентгеноструктурный анализ проводили на автоматизированном дифрактометре ДРОН-3 с использованием монохроматического Cu *K*-излучения с длиной волны λ = 1,54178 А. Съемку проводили по точкам (в режиме шагового сканирования) в интервале углов 2θ = 10–100 град, шаг съемки — 0,1 град, экспозиция на точку — 4 с. Сериальные измерения микротвердости проводили в соответствии с ГОСТ 9450–76 на микротвердомере ПМТ-3 по сечению образцов, вырезанных из прутка поперек направления деформации с шагом 300 мкм от поверхности. Механические свойства измеряли на разрывной машине Instron 5581. Испытания на растяжение проводили по ГОСТ 1497–84 на стандартных образцах. Для

определения температур МП использовали методы механической спектроскопии. Измерения температурных зависимостей внутреннего трения (ТЗВТ) и упругих свойств (ТЗМУ) проводили в килогерцевом диапазоне частот в режиме свободно затухающих изгибных колебаний. Температуры прямого и обратного МП определяли по положению характерного минимума модуля нормальной упругости *E* и мартенситного пика ВТ.

Микроструктура сплава после экструзии представляет собой зерна равновесной формы, со спрямленными границами и 120-градусными стыками (рисунок 1). Такая структура сформировалась в результате собирательной рекристаллизации, которая развивается, видимо, в процессе медленного охлаждения от температуры экструзии. Средний размер зерна составил 48±8 мкм. Разнозернистость по сечению не наблюдается, что свидетельствует о равномерности деформации по всей толщине заготовки. Несмотря на высокую температуру термомеханической обработки, в сплаве сохраняется небольшая пористость. В структуре наблюдается также мелкодисперсная фаза, равномерно распределенная в теле зерен.

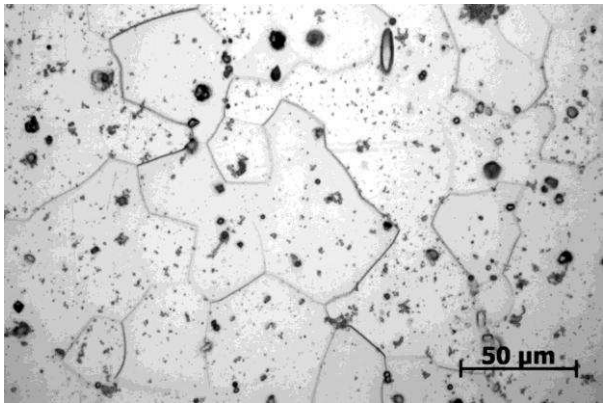


Рисунок 1 - Микроструктура экструдированного порошкового сплава TiNi.

Проведенный рентгеноструктурный анализ показал, что структура сплава однофазна и представляет собой аустенитную B2 фазу с ОЦК решеткой с параметром *a*= 3.012 ангстрем (рисунок 2). Вторая фаза не идентифицирована вследствие ее небольшого количества и высокой дисперсности. Наблюдаются признаки формирования небольшой текстуры.

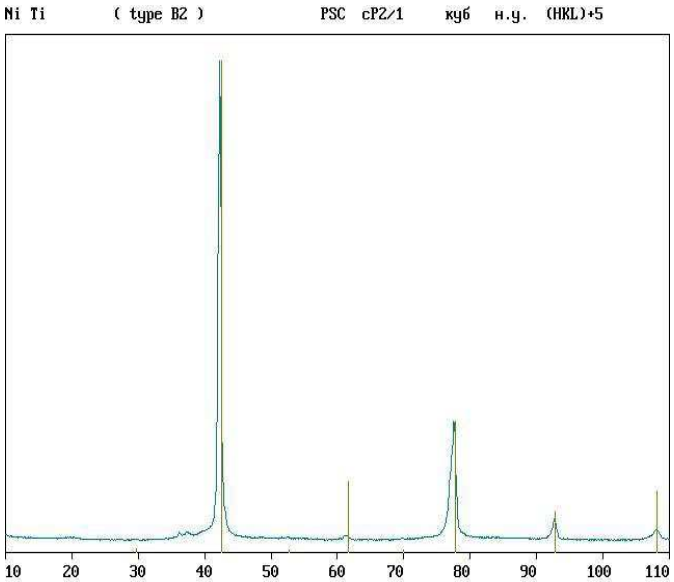


Рисунок 2 - Дифрактограмма экструдированного сплава

Измерения температурных зависимостей внутреннего трения и модуля упругости показали, что в исходном состоянии температура МП, определенная по

минимуму на ТЗf^2, находится ниже комнатной – при температуре -60 ^{0}C. На ТЗВТ в области отрицательных температур обнаруживается повышенный уровень рассеяния энергии, но не отчетливый максимум ВТ, как ожидалось. По-видимому, образец находится в крайне неравновесном состоянии, характеризующимся высокими внутренними напряжениями. После нагрева до температуры 600 ^{0}C и последующего охлаждении на ТЗВТ формируется два максимума, соответствующие двум мартенситным превращения B2-R и R-B19`. Температура перехода B2-R составляет 24 $^0$C, а R-B19` - (-17) ^{0}C. При повторном нагреве формируется один пик ВТ с максимумом при 44 ^{0}C. Столь существенное смещение температуры превращений свидетельствует о нестабильном состоянии образца в исходном состоянии.

Сериальные измерения микротвердости показали, что микротвердость распределена по сечению равномерно (рисунок 3). Это свидетельствует о равномерной деформации по всему сечению заготовки, что подтверждает данные, полученные микроструктурным анализом. Среднее значение твердости по образцу составило 331± 42 HV.

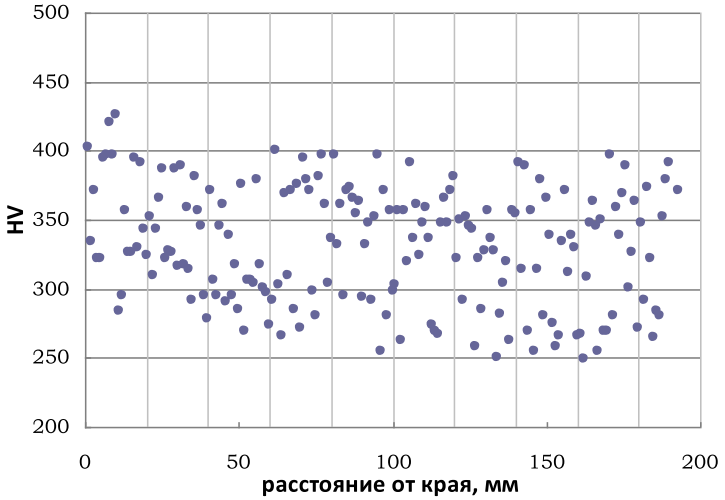


Рисунок 3 - Распределение твердости по сечению заготовки экструдированного сплава

Определение механических свойств проводили на двух стандартных образцах (таблица 2).

Таблица 2 - Механические свойства экструдированного образца

Образец	$\sigma_в$, МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ, %	ψ, %	E, ГПа
ТН-1 ТУ 1-809-215-85	539	294	>10	-	-
спеченный	985	484	3,6	-	-
экструзия	1210	768	13	5	72
	1251	783	13	5	68

Полученные результаты показывают, что по всему комплексу механических свойств экструдированный сплав не только удовлетворяет, но и превышает требования ТУ.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 17-03-00360 А.

ВОССТАНОВЛЕНИЕ РАБОТОСПОСОБНОСТИ МАТЕРИАЛА ЛОПАТОК ТВД

Бердник О.Б., Царева И.Н.
Институт проблем машиностроения РАН (ИПМ РАН) – филиал ФИЦ Института прикладной физики РАН (ИПФ РАН), Нижний Новгород, Россия,berdnik80@mail.ru

Повышение ресурса и надежности рабочих лопаток турбины высокого давления (ТВД) является актуальной комплексной проблемой современного двигателестроения. Комплексное решение этой проблемы связано с необходимостью улучшения функциональных характеристик поверхности деталей, в сочетании с повышением материало- и энергосбережения, обеспечением экологичности и безопасности ремонтных технологий.

Наиболее типичными видами повреждений лопаток турбин при длительной эксплуатации являются: отслоения и эрозионный износ защитного покрытия; коррозионные дефекты на рабочей поверхности; забоины механического происхождения; утонение кромок; термоусталостные трещины, выкрашивания и сколы металла; изменения геометрии в связи с потерей устойчивости при термоциклическом нагружении; хрупкое разрушение лопаток из малопластичных материалов при попадании в проточную часть турбины посторонних предметов.

Из анализа результатов проведенных ранее исследований установлено, что при наработке ~ 30000 часов в материале лопаток ТВД развиваются процессы старения, проявляющиеся в деформационном упрочнении поверхностного слоя, деградации микро- и субструктуры. Дальнейшая эксплуатация будет продолжаться за счет уменьшения запаса пластичности материала.

Анализ микроструктуры проводили на образцах, вырезанных из наиболее нагруженной перовой части лопаток ТВД. Микроструктура сплава In738 крупнозернистая равноосная литая; имеет вид и состав, характерный для никелевых сплавов. Границы зерен ровные, не искажены и упрочнены выделениями карбидной и боридной фазами разной дисперсности. Основными структурными составляющими сплава являются γ-твердый раствор легирующих элементов в никеле и γ'-фаза типа сложного интерметаллида $Ni_3(AlTi)$. Кроме того, в основном металле зафиксировано наличие интерметаллидных фаз Ni_3Ai и Ni_3Ti, карбидных фаз Ni_3C, $Cr_{23}C_6$, TiC, WC. Присутствие указанных соединений в сплаве In738 подтверждается его химическим составом и обеспечивается закономерной кинетикой фазовых изменений при литье, термообработке (ТО) и последующей эксплуатации. Структура материала лопаток в постэксплуатационном состоянии деградирована, γ'-фаза подвержена коагуляции в процессе эксплуатации и неоднородна по размеру зерен (от 100 до 1000 нм). Объемное содержание γ'-фазы типа $Ni_3(Al\ Ti)$ ~ 45 % и ~ 1,2 % карбидов, карбонитридов, боридов, которые имеют различную дисперсность и располагаются как внутри зерен, так и по их границам. Наблюдаются выделения отдельных крупных карбидов по границам зерен, в некоторых местах они образуют сетку, что приводит к охрупчиванию границ.

Микротвердость материала лопаток в постэксплуатационном состоянии измеряли при нагрузке 2 Н на поперечных шлифах по трем зонам на пере: вершина, центр, пригалтельная область и на замковой части. Получили следующий результат: на вершине перовой части – 530 кгс/мм^2; в центре – 430 кгс/мм^2; в пригалтельной зоне – 695 кгс/мм^2; замковой части – 580 кгс/мм^2. Неоднородность полученных значений по телу лопатки говорит о том, что в процессе эксплуатации материал претерпевал структурные изменения неравномерно, а в зависимости от влияния внешних факторов, таких как температура и сила газового потока.

Механические свойства во внутренних слоях перовой и замковой частей остаются после длительной эксплуатации практически неизменными (предел прочности для перовой части $\sigma_в$,= 670 МПа, относительное удлинение δ -3,0 %; для замковой части: $\sigma_в$,= 850 МПа, δ -3,9 %) и по прочностным характеристикам не

соответствуют требованиям нормативно-технической документации на данный сплав ($\sigma_в$,≥800 МПа, δ≥3,0 %).

Анализ полученных результатов позволил сформулировать основные принципы, определяющие основу восстановительной технологии продления общего ресурса лопаток ТВД, а именно: удаление дефектного поверхностного слоя; разработка релаксационных режимов термической обработки для восстановления микроструктуры, выравнивания фазовой неоднородности сплава.

Микроструктура границ зерен имеет первостепенное значение при интеркристаллитном разрушении. Интеркристаллитное разрушения происходит в более крупнозернистых материалах, также оказывает влияние распределение зернограничных карбидов. Для повышения длительной пластичности никелевых сплавов эффективна оптимизация их зернограничной структуры путем замедленного охлаждения на первом этапе закалки. В этом случае формируются искривленные «зубчатые» границы зерен, заполненные чередующимися частицами выделений карбидов и γ'- фазы. Искривленные границы, образующиеся в процессе термической обработки, приводят к повышению жаропрочности, в частности связанного с торможением процессов межзеренного проскальзывания.

Предлагаемые режимы термической обработки для получения оптимальных свойств материала изделия и результаты проведенных экспериментов представлены в таблице 1 [1]. Из полученных данных видно, что после проведения ТО значения микротвердости по всему объему лопатки выравниваются, снижаясь ~ на 9 %. На рис. 1 представлено распределения микротвердости по телу лопатки в постэксплуатационном состоянии и после ТО. На графиках выделились три пика, соответствующие микротвердости матрицы – 487 – 451 кг/мм^2, карбидной фазы–532 кг/мм^2 и интерметаллидной фазы – 628 кг/мм^2. Видно, что после термообработки пики для замковой и перовой частей лопатки совпадают.

Таблица 1 - Сводная таблица результатов экспериментов

№	Режим ТО	Зона	H_{200}, кг/мм^2 (ε=1,5 -6 %)		$\delta_н$		$\varepsilon_е$, %	
			после экспл.	после ТО	после экспл.	после ТО	после экспл.	после ТО
1	$T_з$= 1200°С, $\tau_{выд.}$=2 ч, охл. с печью 90 мин ($V_{охл}$ = 3 °С/мин) до 1000°С	перо	487	478	0,820	0,824	0,0130	0,0128
		замок	457	520	0,831	0,808	0,0122	0,0139
2	$T_з$= 1140°С, $\tau_{выд.}$=2 ч, охл.с печью 90 мин ($V_{охл}$ = 2°С/мин) до 1000°С	перо	328	430	0,879	0,841	0,0088	0,0115
		замок	576	304	0,787	0,888	0,0154	0,0081
3	$T_з$=1200°С,$\tau_{выд.}$=2 ч, охл. с печью 30 мин ($V_{охл}$ = 7 °С/мин) до 1000°С	перо	529	484	0,805	0,821	0,0141	0,0129
		замок	584	548	0,784	0,798	0,0156	0,0147
4	$T_з$= 1140°С, $\tau_{выд.}$=2 ч, охл. с печью 30 мин ($V_{охл}$ = 5°С/мин) до 1000°С	перо	462	481	0,830	0,822	0,0124	0,0129
		замок	547	434	0,798	0,840	0,0146	0,0116
5	$T_з$=1200°С, $\tau_{выд.}$=2 ч, охл. с печью 90 мин ($V_{охл}$ = 5 °С/мин) до 800 °С	перо	695	632	0,744	0,767	0,0186	0,0169
		замок	520	507	0,808	0,813	0,0139	0,0136
6	$T_з$=1140 °С, $\tau_{выд.}$=2 ч, охл.с печью 90 мин ($V_{охл}$ = 4 °С/мин) до 800°С,	перо	433	571	0,840	0,789	0,0116	0,0153
		замок	541	497	0,800	0,817	0,0145	0,0133
7	$T_з$=1200°С, $\tau_{выд.}$=2ч, охл. с печью 30 минут ($V_{охл}$=15°С/мин) до 800°С	перо	474	457	0,825	0,831	0,0127	0,0122
		замок	463	478	0,829	0,824	0,0124	0,0128
8	$T_з$= 1140°С, $\tau_{выд.}$=2 ч, охл. с печью 30 мин ($V_{охл}$ =12°С/мин) до 800°С,	перо	483	452	0,822	0,830	0,0129	0,0124
		замок	539	490	0,801	0,819	0,0144	0,0131
9	$T_з$=1170°С, $\tau_{выд.}$=2 ч, охл. с печью 60 мин ($V_{охл}$ = 4,5°С/мин) до 900°С	перо	620	649	0,771	0,760	0,0166	0,0174
		замок	587	632	0,783	0,767	0,0157	0,0169

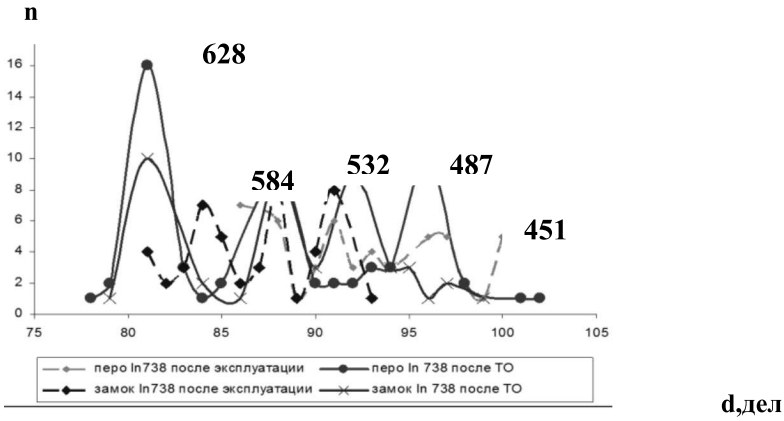


Рисунок 1 – График распределения микротвердости материала лопатки в постэксплуатационном состоянии и после термической обработки

После проведения ТО получаем следующие результаты: микроструктура материала имеет дисперсную структуру (50-150) нм. Извилистые границы зерен образуются в в процессе двухступенчатого охлаждения от температуры закалки: на первом этапе – со скоростью 2 – 5 ºС/мин, на втором этапе – на воздухе. Затем проводится заключительное старение сплавов. Формирование таких границ зерен связано с выделением γ'- фазы в виде крупных частиц, декорированных мелкими дискретными карбидами МС, M_6C и $M_{23}C_6$. При данном режиме охлаждения, получаем оптимальное значение микротвердости ~ 550 кг/мм^2. Границы зерен упрочнены мелкодисперсными выделениями карбидной (~ 4 мкм) фазы, бориды и карбонитриды которые располагаются как внутри зерен, так и по их границам в виде единичных скоагулированных или прерывистых выделений; упрочняющая γ' фаза наблюдается в виде частиц различной дисперсности (50-250) нм, объемное содержание γ'-фазы составляет в материале ~ 67%.

Наиболее благоприятная скорость охлаждения на первом этапе с печью – $V_{охл}$ = 2,5 - 5 °С/мин, На основании экспериментальных значений микротвердости, приведенных, рассчитаны характеристики пластичности (коэффициент пластичности - $\delta_н$ и упругая деформация - $\varepsilon_е$), получаемые при измерении твердости (таблица 1).

ВЫВОДЫ

Проанализировано постэксплуатационное состояние материала рабочих лопаток ТВД. Основными дефектами является разрушение материала перовой части вследствие высокотемпературной коррозии. Проанализировано изменение механических характеристик в процессе эксплуатации материала лопаток ТВД и после термической обработки.

Подобран режим термической обработки для получения микроструктуры «зубчатых» границ зерен. Установлено, что наибольшее искривление («зубчатость») границ получается при ступенчатом охлаждении от температуры закалки: на первом этапе – со скоростью 2,5-5 º/мин (с печью), на втором этапе – на воздухе. Затем проводится заключительное старение сплавов. «Зубчатость» границ зависит от времени первого этапа медленного охлаждения. Оптимальным является - 90 минут. После ТО по выбранным режимам выравнивается значение микротвердости материала, что подтверждается изменениями в микроструктуре, подтверждающее однородное распределение упрочняющих фаз, измельчение карбидной фазы.

Работа выполнена в рамках государственного задания ИПФ РАН на проведение фундаментальных научных исследований на 2013-2020 гг.по теме № 0035-2014-0401 (№ госрегистрации 01201458049).

Литература

1.Бердник О.Б., Тарасенко Ю.П. Оптимизация режима термической обработки для продления ресурса лопаток турбин высокого давления./ Материаловедение, №5, 2012, с.24-29.

МЕХАНОХИМИЧЕСКОЕ ШЛИФОВАНИЕ МОНОКРИСТАЛЛОВ АЛМАЗА

[1]Кузей А.М., [1]Филимонов В.А., [2]Князян Н.Б., [2]Манукян Г.Г.
[1]Физико-технический институт НАН Беларуси, Минск, Беларусь,
[2]Институт общей и неорганической химии АН Армении, anatkuzei@mail.ru

Исследования механизмов износа монокристаллов (МК) алмаза актуальны, поскольку преимущественным механизмом износа алмаза определяются такие существенные эксплуатационные характеристики шлифовальных кругов и другого алмазоабразивного инструмента, как скорость резания, расход алмаза. В работе показано, что при контактном взаимодействии монокристалла алмаза с алмазоабразивным композиционным материалом (КМ), содержащим оксиды переходных металлов, основной механизм износа алмаза – хрупкое разрушение – заменяется адгезионным и химическим механизмами. Это достигается при динамическом (фрикционном) взаимодействии алмаза и алмазосодержащего КМ, который состоит из частиц металла, окислителя, алмазных зерен, объединенных прослойками термически неустойчивого оксидного стекла. Адгезионное взаимодействие алмаза с поверхностью частиц металла (железа и его сплавов) приводит к повышению температуры на поверхности алмаза. Последующие контакты алмаза с поверхностью частиц окислителя (КМ на основе CuO, нитратов), связующего приводят к его окислению и повышению температуры поверхностного слоя. Сочетание двух механизмов износа – адгезионного и химического – поддерживает высокую (975 – 1200 К) температуру на поверхности алмаза при контактах с алмазными зернами (микропорошками), входящими в состав КМ, что изменяет физико-механические характеристики поверхностного слоя алмаза: твердость – снижается, пластичность – повышается. Конвенционный механизм износа алмаза – хрупкое разрушение, приводящее к образованию дефектного слоя – подавлен. Износ алмаза в этих условиях может протекать по нескольким механизмам одновременно – адгезионному, химическому, абразивному. Превалирующий механизм износа будет определяться составом, структурой КМ и параметрами фрикционного взаимодействия с инструментом. Это позволяет варьировать производительность и вид обработки (шлифование, полирование, доводка) вне зависимости от кристаллографической ориентации обрабатываемой поверхности и подавить образование нарушенного слоя (НС).

Объектами исследования являлись монокристаллы синтетического алмаза и композиционные материалы Fe – Fe_2O_3 – фосфатное стекло и Fe – CuO – фосфатное стекло. Концентрация Fe в композиционных материалах составляла 53 об. %, Fe_2O_3 и CuO – 20 об. %, фосфатного стекла – 27 об. %. На основе композиционных материалов были изготовлены два шлифовальных круга формы 1А1 (150х5х6х32). Кристаллы обрабатывались на станке ШП-3 при скоростях вращения круга 200 об/мин и кристалла 3000 об/мин. Усилие шлифования составляло 1 и 4 Н.

В исходном состоянии, после алмазоабразивного шлифования, морфология поверхности кристаллов алмаза представляет собой совокупность выступов и впадин, на фоне которых расположены борозды и гребни, направление которых, в свою очередь, совпадает с направлением шлифования (рис. 1). Углубления не имеют четко выраженной формы, некоторые из них ориентированы в направлении шлифования (рис. 1, б). Травление поверхности монокристалла в растворе-расплаве нитрата калия в гидроксиде калия выявляет структуру НС (рис. 1, в). Элементами микроструктуры НС являются и углубления, образовавшиеся после алмазоабразивной обработки. Структура НС представляет собой совокупность блоков (0,5-2 мКм), разделенных микротрещинами, среди которых расположены и углубления, образовавшиеся при алмазоабразивном шлифовании.

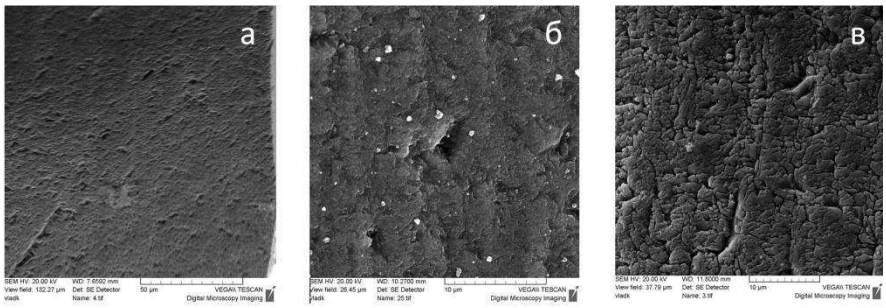


Рисунок 1 - Морфология поверхности (а, б) и микроструктура НС (в) монокристалла алмаза после алмазоабразивного шлифования

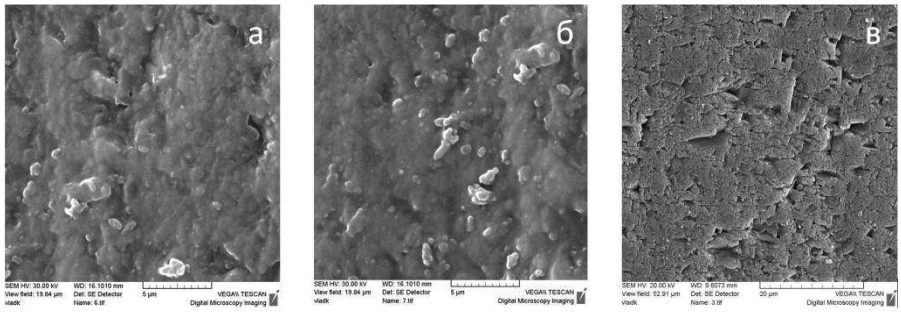


Рисунок 2 - Морфология поверхности монокристалла алмаза (а, б) и микроструктура НС (в) после шлифования КМ систем Fe – Fe2O3 – фосфатное стекло (а) и Fe – CuO – фосфатное стекло (б, в). Длительность шлифования 5 минут, усилие прижима 4 Н

Шлифование МК алмаза КМ систем Fe – Fe_2O_3 – фосфатное стекло и Fe – CuO – фосфатное стекло изменяет морфологию поверхности монокристалла алмаза (рис. 2). Поверхность МК после шлифования сглажена. Вершины гребней и выступов сглажены, размеры ямок, их глубина снизились. На поверхности МК присутствуют округлые частицы иной фазы, эти частицы морфологически связаны с поверхностью МК. Шлифование МК алмаза с помощью КМ не привела к существенному изменению структуры НС (рис. 2). Микроструктура НС представляет собой совокупность блоков (0,5-3 мКм), разделенных канавками травления, среди которых расположены ямки травления и углубления, образовавшиеся при алмазоабразивном шлифовании монокристалла (рис. 1, 2 в). В отличие от структуры НС после алмазоабразивной обработки, в структуре НС после шлифования композиционным материалом системы железо – оксид меди – фосфатное стекло присутствуют крупные (4-6 мКМ) ямки травления.

Шлифование МК алмаза сопровождается и изменением структуры самих композиционных материалов (рис. 3). В процессе шлифования МК алмаза частицы железа изнашиваются с меньшей скоростью, чем прослойки между ними. После 5 минут шлифования частицы железа выступают над прослойками из частиц оксидов и стекла. Продукты износа прослоек в форме округлых частиц присутствуют на поверхности частиц железа (рис. 3).

Морфология поверхностей износа МК алмаза, а именно присутствие борозд, ориентированных в направлении шлифования, углублений указывает, что основным механизмом износа монокристалла при алмазоабразивном шлифовании является абразивный износ и хрупкое разрушение. Микроструктура НС, в свою очередь, указывает на усталостный механизм разрушения монокристалла алмаза. Морфология поверхностей износа прослоек связки композиционных материалов систем железо – оксид железа – фосфатное стекло и железо – оксид меди – фосфатное стекло представляют собой совокупность выступающих над основой округлых частиц (рис. 4). Образование плоских, со сглаженной поверхностью участков связки отмечается только в композиционном материале системы железо – оксид меди – стекло (рис. 4, а).

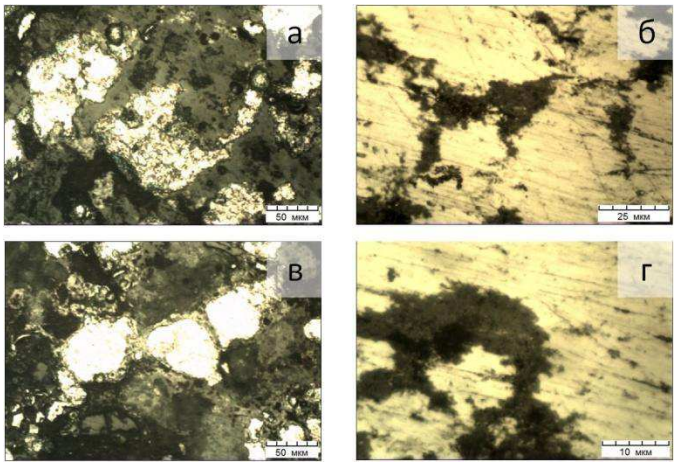


Рисунок 3 - Микроструктура композиционных материалов систем железо – оксид железа – фосфатное стекло (а, б) и железо – оксид меди – фосфатное стекло (в, г) в исходном состоянии (а, в) и после шлифования (б, г). Длительность шлифования 5 минут, усилие прижима 4 Н

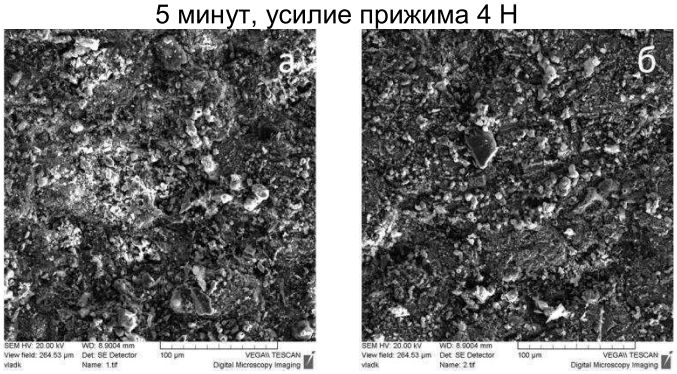


Рисунок 4 - Морфология поверхности износа прослоек связки. Шлифование монокристалла алмаза с усилием прижима 4 Н. а – композиционный материал системы железо – оксид железа – стекло; б – композиционный материал системы железо – оксид меди – стекло

Износ монокристалла алмаза происходит в результате множественных соударений вершин (граней) алмазных зерен с поверхностью монокристалла, возникновения областей напряжения – сжатия, образования единичных микротрещин и объемной сети микротрещин (НС) в приповерхностном слое монокристалла. Стадиями ведущего механизма износа являются: усталостное, хрупкое разрушение, абразивный износ. В композиционных материалах железо – оксид железа, меди – стекло отсутствуют твердые, хрупкие компоненты. Микроструктура композиционных материалов представляет собой сочетание «мягкой» и пластичной компоненты (HRB 4-6) и хрупкой компоненты (HRB 45-50) – связки из оксидов и фосфатного стекла.

Шлифование МК алмаза КМ сопровождается снижением массы и изменением морфологии поверхности МК (рис. 1, 2). Шлифование приводит к сглаживанию острых кромок, выступов и гребней, образуются округлые частицы, морфологически связанные с поверхностью монокристалла. При последующем травлении МК эти элементы морфологии поверхности растворяются в расплаве нитрата калия, на что указывает снижение массы МК. Травление МК после шлифования КМ выявляет структуру приповерхностного слоя, элементами которой являются ямки травления, количество углублений в результате травления снижается (рис. 1, 2 в). Все это свидетельствует, что в процессе шлифования происходит фрикционное взаимодействие связок композиционных материалов и повышение температуры в зоне контакта, оплавление стекла и перенос продуктов взаимодействия на поверхность МК. Принимая во внимание, что температура начала перехода фосфатного стекла в вязко-пластичное состояние составляет 700-730 К, а образование жидкой фазы при 775-800 К, можно полагать, что температуры в зоне фрикционного контакта превышают 800 К.

Морфология поверхности МК алмаза после шлифования КМ свидетельствует об адгезионном механизме износа МК, однако снижение массы МК обусловлено химическим (трибохимическим) взаимодействием алмаза с фосфат-оксидной пленкой. Таким образом, ведущим механизмом износа, по морфологическим признакам, является адгезионный, который маскирует химическую составляющую взаимодействия.

Работа выполнялась в рамках договора Т17 Арм-016 с БРФФИ.

ВНУТРИМАТОЧНЫЙ КОНТРАЦЕПТИВ «ЮНОНА БИО-Т»

Дородейко В.Г.
ЗАО «Медицинское предприятие Симург», г.Витебск
Республика Беларусь, tech@simurg.by

Предупреждение нежелательной беременности является важным фактором, определяющим репродуктивное здоровье в соматическом и психо-эмоциональном аспекте. Применение внутриматочных спиралей (ВМС), на сегодняшний день, является одним из наиболее эффективных методов профилактики нежелательной беременности. Эффективность и надежность различных видов ВМС, оценивается при помощи индекса Пирля - число нежелательных беременностей на 100 женщин применяющих данный вид контрацепции на протяжении 12 месяцев.

Сопоставление полученных физических характеристик с имеющимися клиническими данными указывает на большую эффективность контрацептивов, имеющих сравнительно низкий уровень усилия в зоне контакта ВМС-эндометрий, «TCu-200» (Финляндия), «Medusa-Pessar» (Германия). Так, например, индекс Пирля у ВМС «T Cu-200» составляет 1,90 [1, 2], в то время, как у петли «Липпса» от 2,49 до 3,60 [3], а у Cu-7 от 2,30 до 2,90 [4,5]. В большем проценте случаев у женщин, использующих ВМС с высоким уровнем усилия в зоне контакта контрацептива и эндометрия, отмечаются и другие осложнения, характерные для внутриматочного способа предохранения от беременности [6,7].

Клинические результаты эффективности ВМС с различным уровнем деформационных характеристик изучали путем проспективного наблюдения в течение 2-х лет за 120 женщинами, которым было установлена спираль «TCu-200» (Финляндия), специальная предварительная подготовка которой изменила усилие плечиков внутриматочного средства. Пациентки были разделены на три равные группы. В первой группе женщинам был установлен контрацептив с усилием плечиков менее 0,20 Н, во второй – от 0,20 до 0,35 Н и в третьей – свыше 0,35 Н. В результате исследований лучшая приемлемость контрацептива отмечена в группе пациенток, использовавших ВМС с усилием от 0,25 до 0,35 Н. В этой группе общее количество осложнений было в 2 раза меньше, чем при высоких степенях жесткости ВМС (свыше 0,35 Н) и в 3 раза ниже, чем при предохранении от беременности контрацептивами с низким уровнем усилия плечиков (менее 0,20 Н). Малая жесткость ВМС ведет к более частой экспульсии контрацептива, так, в первой группе женщин это осложнение зарегистрировано у 4 пациенток, во второй и третьей отмечено по одному случаю самопроизвольному изгнания ВМС. Высокий уровень усилия плечиков ВМС (более 0,35 Н) чаще приводит к необходимости удаления контрацептива по медицинским показаниям из-за развития кровотечений и воспалительных заболеваний. К концу второго года наблюдения продолжали использовать внутриматочное средство 80% женщин первой группы, 87,5% и 82,5% второй и третьей соответственно [8].

Основываясь на результатах проведенных клинических исследований, определены основные критерии оценки качества механических характеристик ВМС:

- ответное усилие, действующее со стороны ВМС на эндометрий, должно варьировать в диапазоне от 0,25 до 0,35 Н;
- площадь контакта между спиралью и эндометрием должна быть минимальна (для снижения вероятности воспалительного эффекта);
- при горизонтальном сжатии, боковые плечики спирали должны увеличивать свой вертикальный размер для оптимального нахождения контрацептива возле дна матки.

На основании проведенных исследований разработана конструкция внутриматочного контрацептива «Юнона Био-Т» из полиэтилена высокого давления, вокруг вертикального стержня которого обвита медная оплетка площадью 380 мм^2 (рис.1). На конце стержня ВМС располагается петля для крепления двух бесцветных трансцервикальных нитей. Длина якоря 33,5 мм, ширина 31,5 мм. Боковые плечики заканчиваются специально вогнутыми оливами для обеспечения стабильного контакта с эндометрием.



Рисунок 1 – Вид внутриматочной спирали «Юнона Био-Т»

Экспериментальное исследование прочностных характеристик разработанной ВМС проводили на специальной установке позволяющей фиксировать ответное усилие со стороны спирали при горизонтальном сжатии. Установлено, что при горизонтальном сжатии ВМС ответное усилие действующее со стороны спирали в начале (при смещении вдоль горизонтальной оси на 0,5 мм) резко возрастает до 0,32 Н, при дальнейшем сжатии контрацептива, ответное усилие снижается до 0,28 Н и остается на данном уровне при сжатии вплоть до 3 мм (рис.2).

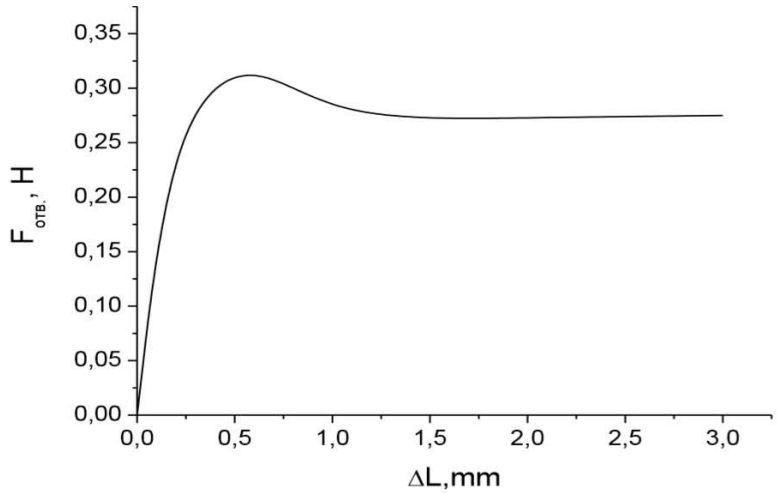


Рисунок 2 – Зависимость ответного усилия действующее со стороны ВМС на эндометрий от перемещения боковой части при горизонтальном сжатии

Численные расчеты [9] показали, что при горизонтальном сжатии боковой части ВМС «Юнона Био-Т» с силой 0,48 Н дополнительного контакта между ВМС и эндометрием не возникает, а вертикальная длина контрацептива увеличивается с 3,85 до 10,45 мм, что обеспечивает оптимальное пространственное расположение контрацептива в полости матки (рис.3).

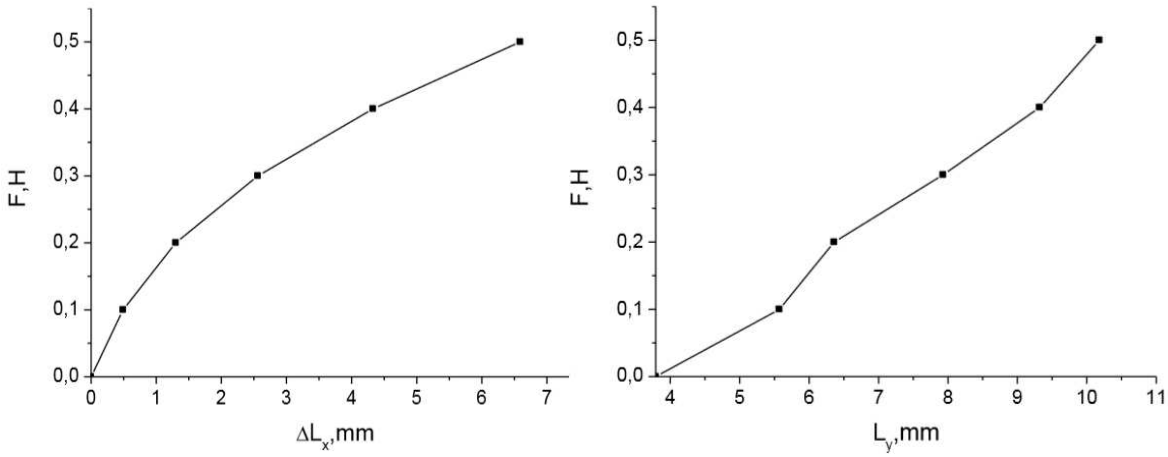


Рисунок 3 – Изменение геометрии ВМС при горизонтальном сжатии с силой 0,48 Н: а – горизонтальное смещение боковой части ВМС; б – вертикальный размер плечика ВМС

Таким образом отличительной особенностью разработанной ВМС «Юнона БиоТ» является обеспечение постоянного, оптимального, не зависящего от сокращений матки, усилия в местах контакта плечиков контрацептива и эндометрия. Величина данного усилия (0,25-0,35 Н) определена при экспериментальных исследованиях, подтвержденных клиническими результатами, которые получены при сравнительном изучении эффективности и приемлемости наиболее распространенных в Республике Беларусь зарубежных моделей современных медикаментозных внутриматочных контрацептивов. Оригинальная форма якоря «Юнона Био-Т», в первую очередь плечиков и угла их расхождения, обеспечивает оптимальное пространственное расположение контрацептива в полости матки (высокое стояние спирали и его прижатие к дну матки при физиологических сокращениях). Конструкция ВМС «Юнона Био-Т» прошла клинические испытания и ее выпуск налажен на ЗАО «Медицинское предприятие Симург». Поставка изделий осуществляется в 11 стран мира.

Литература

1. Iain A.K. Comparative performance of tree types of IUDs in the United States // Analysis of intrauterine contraception. – Amsterdam. – 1975. – P.3–16.

2. Tietze C., Lewit S. Comparison of the Copper T and loop D: A research report // Studies in Family Planning. – 1972. – V.3. – №3.–P.227–278.

3. Журавлев, Ю.В. Сравнительное изучение эффективности внутриматочных контрацептивов типа петли Липпеса / Ю.В. Журавлев, Л.Ю. Машинец // Здравоохранение Белоруссии. – 1991. – №4. – С.49–51.

4. Hutarea, H. The acceptability of the copper 7, multiload 250 and copper T220 C intrauterine devices / H.Hutarea et. all.//Contraceptive delivery systems. – 1984. – V.5.– №1. – P.11–16.

5. World Health Organization. Special programme of research development and research training in human reproduction // Intrauterine devices. – Geneva. – 1984. – P.40–44.

6. Алипов В.И., Корхов В.В. Противозачаточные средства. – Л., 1985. – 232 с.

7. Внутриматочные средства и их роль в планировании семьи. – Офсетная публикация ВОЗ. – Женева, 1985. – №75.– 46 с.

8. Ю.В. Журавлев, В.Г. Дородейко, Л.Я. Супрун «Внутриматочная контрацепция». – Витебск. – 1997. – 105 с.

9. Дородейко, В.Г. Разработка геометрической формы внутриматочной спирали / В.Г. Дородейко, Г.Н. Федосеев, А.В. Лесота, В.В. Рубаник // Актуальные проблемы прочности / под. ред. Рубаника. – Витебск: Изд.-во УО «ВГТУ», 2018. – Гл.6. – С.106-125.

НЕРАЗРУШАЮЩЕЕ ВЫЯВЛЕНИЕ МАЛОРАЗМЕРНЫХ ДЕФЕКТОВ ПОВЕРХНОСТИ МАТЕРИАЛОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ БЕСКОНТАКТНОГО СКАНИРУЮЩЕГО ЗОНДА КЕЛЬВИНА

Тявловский А.К., Пантелеев К.В., Жарин А.Л., Гусев О.К., Воробей Р.И., Тявловский К.Л., Свистун А.И.

Белорусский национальный технический университет, Минск, Беларусь, nil_pt@bntu.by

В работе проведены исследования по оценке возможности обнаружения единичных дефектов, включая зоны концентрации механических напряжений, линейные и точечные дефекты поверхности, и погрешности локализации выявляемых дефектов материалов зондом Кельвина заданных геометрических размеров. Выполнены экспериментальные исследования потенциального рельефа диэлектрических образцов с искусственно созданным единичным дефектом.

Математическое моделирование. Теоретический анализ взаимодействия единичного дефектов с чувствительным элементом электрометрического зонда (зондом Кельвина [1]) выполнялся на основе компьютерного моделирования средствами Mathcad. В основу исследований положен подход, заключающийся в представлении единичного дефекта ассоциированным с ним избыточным электрическим зарядом и использовании метода отражений для расчета регистрируемых значений контактной разности потенциалов (КРП) [2, 3]. Распределение электрического заряда в дефекте, размеры которого много меньше размеров зонда, моделируется дельта-функцией. При реализации традиционного метода измерения КРП с полной компенсацией [4] электрический потенциал зонда равен усредненному потенциалу поверхности в проекции чувствительного элемента на поверхность. Система «зонд-образец в целом электронейтральна, и, таким образом, ее суммарный заряд равен нулю. Цепь обратной связи, обеспечивающая равенство потенциалов зонда и поверхности, в рассматриваемой схеме отсутствует. Чувствительный элемент при этом условии рассматривается как изолированная проводящая пластина, расположенная на расстоянии d от исследуемой поверхности, причем данное расстояние является функцией от времени (динамический конденсатор)

$$d(t) = d_0 + d_1 \sin \omega t = d_0(1 + m \sin \omega t),$$

где d_0 – зазор «зонд-образец»; d_1– амплитуда вибрации; $m = \frac{d_1}{d_0}$ – коэффициент модуляции.

Моделируемый чувствительный элемент имеет круглую в плане форму. С учетом принципа эквипотенциальности проводящей поверхности чувствительного элемента, его электрический заряд при этом будет изменяться по закону

$$q_p(t,x) = d(t) \int_0^R \frac{q_s}{\left((r+x)^2 + d^2(t)\right)^{\frac{3}{2}}} dr,$$

где q_s – ассоциированный с дефектом электрический заряд; R – радиус чувствительного элемента; x – расстояние от дефекта до проекции центра чувствительного элемента.

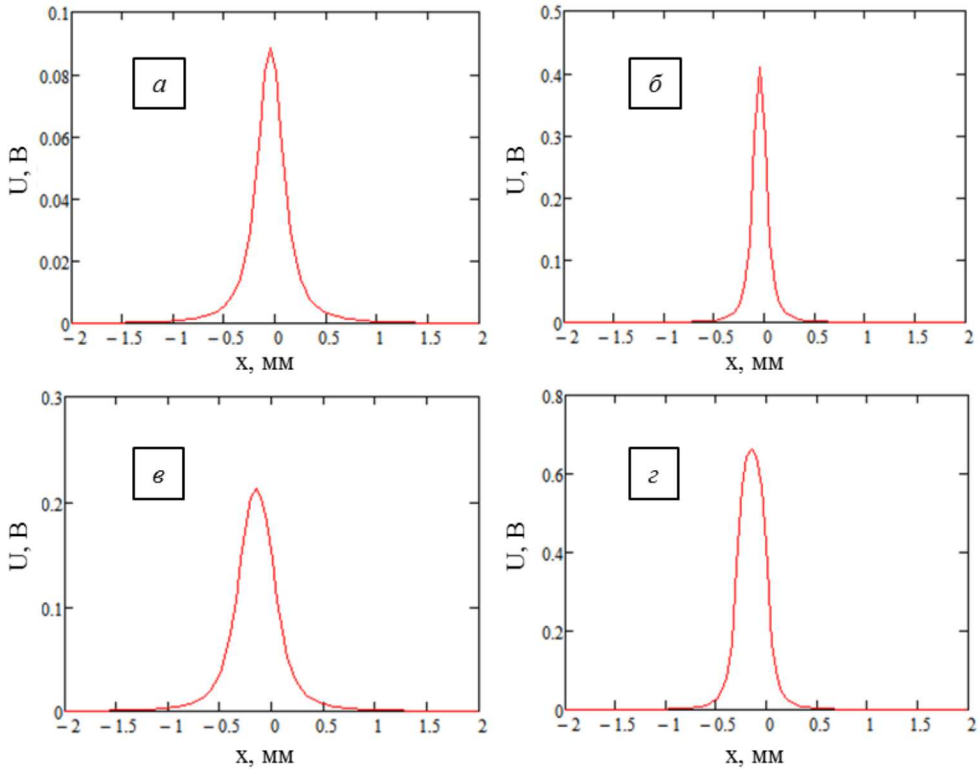
Регистрируемое значение КРП U_{CPD}, с учетом фазового детектирования, составит

$$U_{CPD}(x) = max\big(q_p(t,x) \cdot C(t)\big),$$

где $C(t)$– электрическая емкость динамического конденсатора.

В модели рассматривались зонды диаметром D = 0,2 мм и D = 0,6 мм. Частота вибрации в обоих случаях составляла f = 300 Гц, амплитуда вибрации d_1 = 0,05 мм. Диапазон координат сканирования составлял x = [–2 мм…2 мм], шаг перемещения зонда 0,05 мм. В модели использовались различные установки зазора «зонд-образец» d_0 с учетом известных данных [2] о влиянии зазора на разрешающую способность

сканирования. Изменение величины сигнала в процессе линейного сканирования при различных установках зазора «зонд-образец» графически показано на рисунке 1.

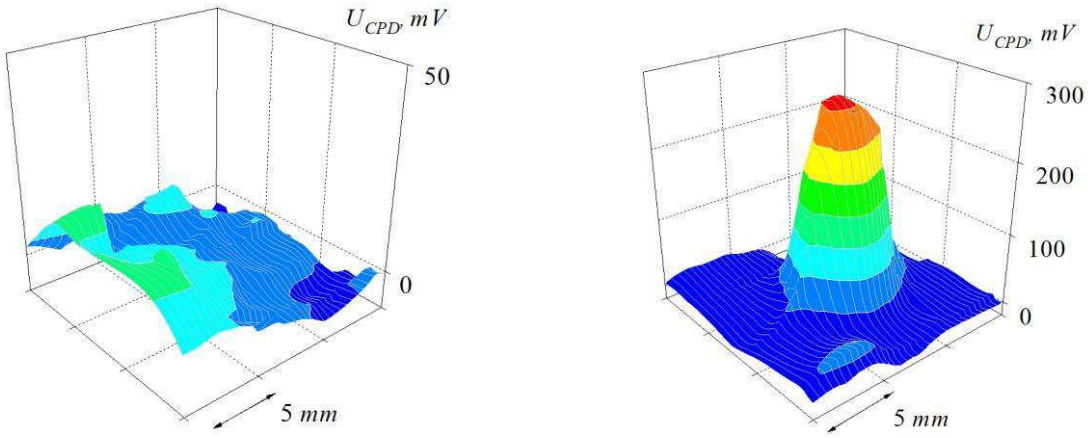


а) Диаметр зонда D = 0,2 мм, зазор d_0 = 0,2 мм;
б) D = 0,2 мм, d_0 = 0,1 мм; в) D = 0,6 мм, d_0 = 0,2 мм; г) D = 0,6 мм, d_0 = 0,1 мм

Рисунок 1 – Модель обнаружения дефекта зондом Кельвина в режиме сканирования поверхности

Результаты моделирования показали, что для зонда диаметром 0,2 мм при сканировании с зазором 0,1 мм минимальный обнаружимый заряд составляет $0{,}6 \cdot 10^{-17}$ Кл. При таких условиях максимальное значение выходного сигнала превышает 2 мВ, что позволяет достоверно выделять сигнал на фоне шумов и наводок. Погрешность локализации выявляемых дефектов определяется в основном значением зазора «зонд-образец». Изменение диаметра зонда не оказывает существенного влияния на среднее квадратическое отклонение распределения сигнала, а влияет только на форму кривой распределения. Как размеры выявляемых дефектов, так и погрешность их локализации могут составлять величину много меньшую размера зонда. Как следует из рисунка 1, б, при использовании зонда диаметром 0,2 мм, перемещающегося с зазором 0,1 мм над поверхностью образца, положение единичного дефекта может быть локализовано с неопределенностью порядка ±0,05 мм.

Результаты экспериментальных исследований. Экспериментальная проверка расчетной модели выполнялась на основе исследования и анализа закономерностей формирования сигнала электрометрического зонда при взаимодействии с поверхностью диэлектриков, в частности, образцов из полиэтилена высокого давления (ПЭВД) с известной характеристикой неоднородности поверхности – концентрация механических напряжений. Механические напряжения в образце были вызваны давлением, создаваемым вакуумным прижимом, фиксирующим образец на предметном столике системы сканирующего зонда Кельвина. Для образцов выполнены измерения пространственного распределения электрического потенциала поверхности с использованием сканирующего режима электрометрического зонда при воздействии вакуумным прижимом (рисунок 2, б) и без воздействия (рисунок 2, а).



а б

а) без вакуумного прижима, б) с вакуумным прижимом

Рисуное 2 – Карты пространственного распределения поверхностного потенциала образца на основе полиэтилена высокого давления

Результаты зондового картирования, в случае диэлектрического материала, хорошо согласуются с расчетной моделью взаимодействия электрометрического зонда с единичным дефектом поверхности. Следует отметить, что результаты приведенных экспериментальных исследований подтверждают возможность использования методов зондовой электрометрии для исследования пьезоэлектрических свойств материала.

Заключение. Таким образом, в области методов зондовой электрометрии при контроле однородности параметров поверхности диэлектрических материалов актуальными остаются вопросы, связанные с априорной информацией о природе локализованных потенциалов конкретного объекта контроля, а также влияния на результаты измерений собственных (создаваемых локализованным зарядом) и внешних электрических полей. Важным также является проработка особенностей структуры как поверхности, так и внутренних границ разделов (включения, скрытые полости, кластеры и другие дефекты) в объеме тонкого поверхностного слоя, участвующего в измерениях.

Список литературы

1. Пантелеев К. В., Свистун А. И., Тявловский А. К., Жарин А. Л. Цифровой измеритель контактной разности потенциалов // Приборы и методы измерений. 2016. № 2(7). С. 136–144.

2. Тявловский А. К. Математическое моделирование дистанционной зависимости разрешающей способности сканирующего зонда Кельвина // Приборы и методы измерений. 2012. № 1(4). С. 31–36.

3. Wicinski M., Burgstaller W., Hassel A. W. Lateral resolution in scanning Kelvin probe microscopy // Corrosion Science. 2016. Vol. 104. P. 1–8.

4. Пантелеев К. В., Микитевич В. А., Жарин А. Л. Построение измерителей контактной разности потенциалов // Приборы и методы измерений. 2016. № 1(7). С. 7–15.

БОЛЬШИЕ ОБРАТИМЫЕ НЕУПРУГИЕ ДЕФОРМАЦИИ В СПЛАВАХ НА ОСНОВЕ НИКЕЛИДА ТИТАНА: УСЛОВИЯ ПРОЯВЛЕНИЯ И МЕХАНИЗМЫ РЕАЛИЗАЦИИ

Жапова Д.Ю., Тимкин В.Н., Лотков А.И.
Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск, Россия, dorzh@ispms.tsc.ru

В сплавах на основе TiNi наиболее важным функциональным свойством является способность накапливать и возвращать большие по величине неупругие деформации: это известные эффекты памяти формы (ЭПФ) и сверхэластичности. Эти эффекты обусловлены реализацией термоупругих мартенситных превращений (МП) B2↔R, B2↔B19′ и B2↔R↔B19′, где B2 – высокотемпературная фаза, упорядоченная по типу CsCl, R и B19′ – мартенситные фазы с ромбоэдрической и моноклинной структурами, соответственно. При отсутствии внешних и ярко выраженных внутренних напряжений, в силу статистического характера зарождения и роста кристаллов мартенситной фазы, вероятность реализации разных вариантов сдвига в кристаллической решётке высокотемпературной B2 фазе одинакова. В этом случае вследствие самоаккомодационного процесса формирования мартенситных доменов макроскопической деформации образцов не наблюдается (исключая объемный эффект превращения). Согласно расчётам в [1], в случае растяжения монокристаллов TiNi и $Ti_{49.2}Ni_{50.8}$(ат.%) с ориентацией $[\bar{1}23]$ величина максимально возможной обратимой деформации при МП B2↔B19′ составляет 10.5% и 9.9%, соответственно.

В [2] показано, что в закаленных двойных сплавах на основе TiNi из области температур гомогенности B2 фазы с содержанием никеля от 49.7 до 51.1 ат.% наблюдается только МП B2↔B19′. В [2] были проведены рентгенографические исследования параметров решетки в полученных сплавах: рассчитано, что максимальная неупругая деформация решетки уменьшается от 11.8% до 10.4% в монокристаллах и от 10.9% до 9.7% в поликристаллических образцах при изменении концентрации атомов никеля от 49.7% до 51.1%

Вместе с тем, в недавних работах [3-6] была экспериментально обнаружена возможность наблюдения неупругой деформации, превышающей кристаллографический ресурс мартенситной деформации (КРМД), характерный для двойных сплавов на основе никелида титана. Так, в работах [3] показано, что при деформировании изгибом образцов сплава $Ti_{49.3}Ni_{50.7}$(ат.%) ЭПФ достигается величина, равная 14.5%. Авторы работ [3-5] связывают формирование упрочнённой нанокристаллической, субмикрокристаллической и микрокристаллической структуры после аморфизации при прокатке при комнатной температуре и последующего рекристаллизационного отжига в течение 1 часа при температурах 523÷623 К с наблюдением больших величин неупругих деформаций: 14.8% [3], 17.9% [4] и 17.8% [5]. При увеличении размера рекристаллизованных при 973К зёрен до 9 мкм в образцах при испытаниях изгибом наблюдали снижение величины полной обратимой деформации до 7,9%. Отметим, что пластическая деформация при этом составляла около половины от общей (ε=15,7%) заданной образцам деформации [4].

В [6] были выполнены исследования накопления и возврата суммарной неупругой деформации (ЭПФ и сверхэластичности) на образцах сплава $Ti_{49.1}Ni_{50.9}$(ат.%) с нанокристаллической структурой (средний размер зерна ~86 нм) при кручении и изгибе образцов в циклах «нагружение-разгрузка» с последующим нагревом разгруженных образцов через интервал обратных МП. Обнаружено, что при циклическом изгибе образцов с увеличивающейся деформацией при каждом последующем цикле можно сформировать неупругую деформацию, величина которой достигает 12%. При этом максимальная заданная величина общей деформации составляла 20.2%. А в случае, когда образцам сразу задавали общую деформацию, равную 20.2%, величина суммарной неупругой деформации достигала ε=16,4%.

В экспериментах методом кручения образцов в [6] на образцах сплава того же состава наблюдали ещё более высокие неупругие деформации, достигающие 25%. Для сопоставления деформации кручением с деформацией изгибом был использован

алгоритм пересчёта деформации кручением в деформацию растяжением (по Мизесу) [6]. Оказалось, что суммарная неупругая деформация образцов растяжением составляет 18,0% (кристаллографический ресурс деформации кристаллической решётки при МП в этом сплаве составляет 9,7% [2]).

В [7] были выполнены исследования по заданию и возврату неупругих деформаций в крупнозернистых и микрокристаллических образцах сплава $Ti_{49.2}Ni_{50.8}$(ат.%) после тёплой (723К) прокатки в ручьевых вальцах. Было установлено, что максимальная величина суммарной обратимой деформации образцов кручением достигает 19.1%. С использованием алгоритма пересчета деформации образцов кручением в деформацию растяжением показано, что независимо от среднего размера зерна величина суммарной обратимой деформации образцов растяжением составляет 16.0%. Такая величина обратимой деформации достигается при условии задания общей деформации образцам кручением от 25% до 40%; при этом величина пластической деформации составляет 8÷20% (соответствующие пересчитанные деформации кручением в деформации растяжением составляли: общая заданная деформация от 16% до 28%, пластическая деформация – 5÷12%).

В [8] наблюдали суммарную неупругую деформацию кручением от 15.9% до 18.3% как в крупнозернистых, так и в субмикрокристаллических образцах сплава $Ti_{49.8}Ni_{50.2}$(ат.%). Так как образцы сплава $Ti_{49.8}Ni_{50.2}$(ат.%) обладают большей пластичностью, чем образцы сплава $Ti_{49.2}Ni_{50.8}$(ат.%), то интервал заданных деформаций в цикле и пластических деформаций, соответствующих максимальной величине обратимой деформации, находится в более широких пределах. И составляет 30÷48 % общей заданной образцам деформации кручением и 10÷29% пластической деформации (пересчитанная деформация кручением в деформацию растяжением: общая деформация – 20÷35%, пластическая деформация – 6÷19%).

Отметим, что в [7, 8] наиболее высокие значения неупругой деформации наблюдали в крупнозернистых образцах с развитой дислокационной структурой и после формирования измельченной микрокристаллической [7] и субмикрокристаллической [8] структуры. На промежуточных этапах деформирования, когда в образцах двойных сплавов на основе TiNi с содержанием никеля 50.2 и 50.8 ат.% формируется измельченная зёренно-субзёренная структура, величина суммарной неупругой деформации снижается на 2-3% (при деформации образцов кручением). После формирования измельченной зёренной структуры с развитыми большеугловыми границами, величина суммарной неупругой деформации возвращается к значениям, наблюдаемым в исходных образцах, и даже превышает их [7, 8].

Таким образом, можно заключить, что превышение кристаллографического ресурса мартенситной деформации наблюдается как в наноструктурных, субмикрокристаллических и микрокристаллических образцах, так и в крупнозернистых образцах двойных сплавов на основе TiNi и величина этого превышения зависит не от размера зёрен или состава сплава, а от степени упрочнения образцов (вследствие измельчения зёренной структуры или формирования развитой дислокационной структуры в крупнозернистых образцах).

В циклах изотермического нагружения и разгрузки при 295К образцов двойных сплавов на основе TiNi с содержанием атомов Ni 50.2, 50.8 и 50.9 (ат.%) и последующего их нагрева через температурный интервал МП максимальная величина суммарной возвращаемой неупругой деформации (ЭПФ и сверхэластичность), заданной образцам кручением, составляет ~19%, а при растяжении и/или изгибе ~16%. Эта максимальная величина суммарной возвращаемой деформации достигается при общей заданной деформации кручением от 24 до 40 %, включающей 8-20 % пластической деформации (при пересчете деформации кручением в деформацию растяжением 16-28% и 4-12%, соответственно).

Работа поддержана Программой фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 года, направление III.23.2.

Список литературы:

1. Ильин, А.А. Механизм и кинетика фазовых и структурных превращений в титановых сплавах / А.А. Ильин – М.: Наука, 1994. 304 с.

2. Прокошкин С.Д., Коротицкий А.В., Браиловский В., Инаекян К.Э., Дубинский С.М. Кристаллическая решетка мартенсита и ресурс обратимой деформации термически и термомеханически обработанных сплавов Ti-Ni с памятью формы // Физика металлов и металловедение. – 2011. – Т.112. – №2. – С.180-198.

3. Рыклина Е.П., Прокошкин С.Д., Чернавина А.А. Особенности реализации аномально высоких эффектов памяти формы в термомеханически обработанных сплавах Ti-Ni // Материаловедение. – 2012. – №11. – С.23-30.

4. Рыклина Е.П., Прокошкин С.Д., Крейцберг А.Ю. Возможности достижения предельно высоких эффектов памяти формы в сплаве Ti-50.0 ат.% Ni в различных структурных состояниях аустенита // Известия РАН. Серия физическая. – 2013. – Т.77. – №11. – С.1644-1652.

5. Рыклина Е.П., Прокошкин С.Д., Крейцберг А.Ю. Возможности достижения аномально высоких параметров ЭПФ сплава Ti-50.7 ат.% Ni в различных структурных состояниях аустенита // Известия РАН. Серия физическая. – 2013. – Т.77. – №11. – С.1653-1663.

6. Grishkov V.N., Lotkov A.I., Baturin A.A., Timkin V.N., Zhapova D.Yu. Comparative analysis of inelastic strain recovery and plastic deformation in a $Ti_{49.1}Ni_{50.9}$(at.%) alloy under torsion and bending // AIP Conference Proceedings. – 2015. V.1683. – P.020067-1–020067-5. doi: 10.1063/1.4932757.

7. Lotkov A., Zhapova D., Grishkov V., Cherniavsky A. and Timkin V. Effect of warm rolling on the martensite transformation temperatures, shape meory effect, and superelasticity in $Ti_{49.2}Ni_{50.8}$(at.%) alloy // AIP Conference Proceedings. – 2016. – V.1783. – P. 020137-1-020137-4. doi: 10.1063/1.4966430

8. Lotkov A., Grishkov V., Zhapova D., Timkin V., Baturin A., Kashin O. Superelasticity and shape memory effect after warm abc-pressing of TiNi-based alloy // Materials Today: Proceedings. – 2017. – Vol.4. – P.4814-4818.

ВЛИЯНИЕ ГОРЯЧЕЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ НА СТРУКТУРУ ВЫСОКОПРОЧНОГО ЧУГУНА

Хроль И.Н.
Физико-технический институт НАН Беларуси, г. Минск, Республика Беларусь,
igor_aspirant_fmm@mail.ru

Чугун обладает гетерогенной структурой и является композитным материалом, механические и эксплуатационные свойства которого зависят от характеристик металлической основы (прочность, пластичность, твердость и др.), а также формы, размеров, количества и распределения включений графита (упругость, пластичность). При этом решающее значение в ряде случаев имеют либо включения графита, либо металлическая основа.

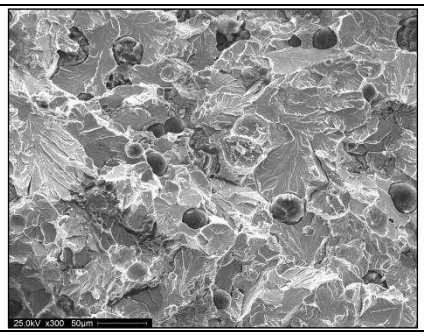
Воздействие горячей пластической деформации оказывает влияние на структурообразование, приводя к измельчению зерен, образованию текстуры.

Для исследований в качестве исходного материала использовали высокопрочный чугун марки ВЧ 50 (ГОСТ 7293−85), следующего химического состава: C 3,2−3,6 %; Si 1,7−2,1%; Mn 0,5−0,7%; Ni 0,4−0,6%; Mg 0,04−0,06%, P до 0,08%, S до 0,01%.

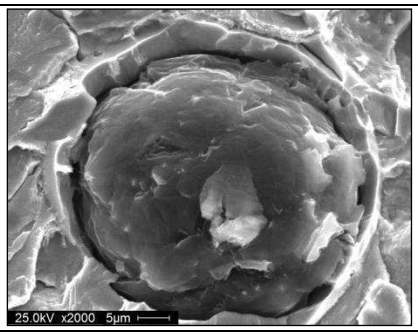
Степень деформации изменяли от 20 до 80% посредством изменения диаметра исходной заготовки таким образом, чтобы вся номенклатура получаемых деформацией прутков была одинакового диаметра (12,5 мм).

Металлографические исследования проводили с помощью рентгеноспектрального микроанализа (микроскоп SEM 515) на поверхности изломов образцов из деформированного высокопрочного чугуна после испытаний на растяжение и ударную вязкость.

Исследование снимков полученных на растровом микроскопе SEM 515 исходных (литых) образцов (рис. 1, а) показали, что поверхность излома неоднородная рельефная. Излом можно характеризовать по большей части как хрупкий, на котором присутствуют характерные –«листьеобразные» (напоминающие лист с прожилками) перлитные участки. На плоскости излома имеется большое количество углублений с включениями графита. Необходимо отметить, что при разрушении включения графита либо остается в металлической матрице, либо вырывается из нее. Отсутствуют видимые следы разрушений самих включений графита. На рисунке 1, б показано, что включение графита находится в зоне излома, характеризуемой большей пластичностью (ферритная оторочка вокруг включения графита).



а)



б)

Рисунок 1 - Излом литого высокопрочного чугуна (в исходном недеформированном состоянии). Место исследования - «шейка» разрушенного образца после испытаний на растяжение: а) ×300, б) ×2000.

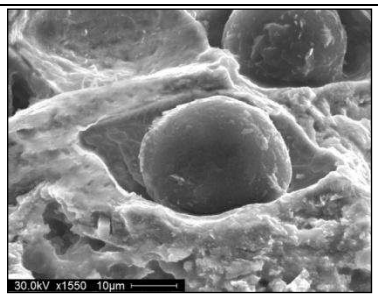
Во время деформирования и последующего охлаждения в структуре происходят по меньшей мере два процесса: наклеп при деформации и фазовые превращения на границе раздела.

При исследовании продольного сечения изломов образцов со степенью деформации 20% (рисунок 2 *б*) четко видно, что само включение графита не изменяет своей формы (остается шаровидным), а ферритная оторочка приобретает форму эллипса. Характер излома металлической матрицы у деформированных образцов такой же, как и у

исходного (литого). На рисунке 2 *а, б* видно, что при разломе образцов включения графита либо остаются в металлической матрице, либо вырываются из нее. Следы пластической деформации выражаются в образовании кратеров и ямок различной величины и формировании складок по краям кратеров.



а

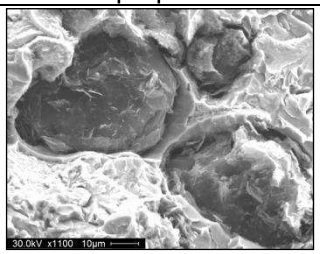


б

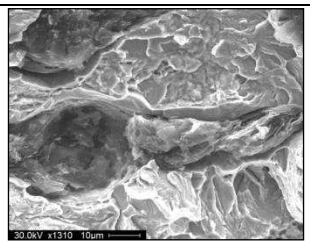
Рисунок 2 - Расположение включений графита на поверхности излома высокопрочного деформированного чугуна. Степень деформации 20%. Электрохимическое травление. Слева – поперечное сечение, справа – продольное сечение. а) х 745, б) х 1550.

Ферритная оболочка (рисунок 2) имеет неравномерную поверхность в месте соприкосновения с включением графита. Исходя из того, что перлитная матрица более прочная составляющая, по сравнению с ферритной оторочкой и включениями графита, то деформироваться будут именно они. В тоже время необходимо отметить, что приложение нагрузки приводит к образованию пустот вокруг включений графита (рисунок 2 б), что объясняется незначительной величиной степени деформации (20%), вследствие чего возникающие напряжения релаксируются в мягкой ферритной оболочке В процессе горячей пластической деформации (ε=20%) при температуре 900-1000°С включения графита имеет большую прочность, чем ферритная оторочка.

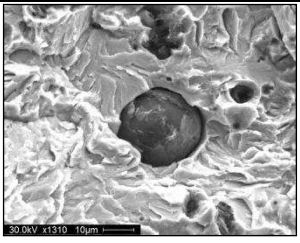
Образцы со степенью деформации 60% в продольном сечении (рисунок 3, б, г) имеют более вытянутую форму включений графита (эллипсообразное ядро от которого отходят своеобразные усы). Важно отметить, что при такой степени деформации включения графита сохраняют целостность и не имеют видимых трещин. Исходя из этого, можно утверждать, что в процессе горячей пластической деформации высокопрочного чугуна включения графита также пластически деформируются.



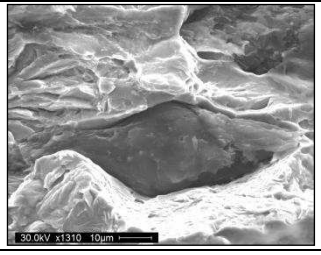
а



б



в



г

Рисунок 3 - Поверхность излома высокопрочного деформированного чугуна. Степень деформации 60%. Слева поперечное сечение, справа – продольное сечение. а) х 1310, б) х 1000, а) х 1100, б) х 1310, в) х 1310, г) х 1310.

При изломе образцов с высокими степенями деформации меняется характер разрушения, т.е. элепсовидное ядро (включение графита) может отрываться от усов (рисунок 3 б), а металлическая матрица имеет меньшие диаметры кратеров и ямок. В

верхней части рисунка 3 б видна тонкая ферритная оторочка, которая плавно огибает включение графита. По равномерному излому можно определить пластический характер излома. Излом же перлитной матрицы остался хрупким, однако размеры фасеток немного уменьшились.

В поперечном сечении включение графита имеет шаробразную форму и отсутствуют следы вытянутости. Это можно объяснить тем, что основное ядро графита отрывается от усов (рисунок 3 а).

В деформированном состоянии (ε=80%) поверхность разрушения становится более плоской и гладкой (рисунок 4, б) по сравнению с литым состоянием, однако хрупкий характер излома металлической матрицы сохраняется, ввиду присутствия цементитной составляющей перлита. Необходимо отметить, что перлит приобретает более мелкозернистую структуру. Поэтому можно утверждать, что при испытании на излом пластичность чугуна с ростом степени деформации и увеличением дисперсности металлической матрицы возрастает и приближается к характеристикам стали. Включения графита имеют меньшие размеры, а также большую вытянутость по сравнению с образцами, имеющими меньшую степень деформации. На поверхности излома присутствуют участки локального упрочнения протяженностью 20-30 мкм (так называемая “псевдозеренная” структура), при этом ферритная оторочка вокруг включений графита практически отсутствует.



а б

Рисунок 5 - Поверхность излома высокопрочного деформированного чугуна. Степень деформации 80%. а) х 1420, поперечное сечение, б) х 810, продольное сечение.

В поперечном сечении включения графита имеют шарообразную форму и отсутствуют следы вытянутости, хотя в продольном сечении видно, что включения графита вытягиваются вдоль оси деформирования и имеют веретенообразную форму. При этом в продольном сечении не выявлено следов разрушения включений графита, т. е. при деформировании включения графита пластически деформируются вместе с металлической матрицей.

Выводы.

При исследования изломов образцов из высокопрочного чугуна в литом и деформированном состояниях установлено, что включения графита при деформации (при температурах порядка 900-1000ºС) в условиях неравномерного всестороннего сжатия имеют пластический характер деформирования, без разрушения.

По мере роста степени деформации в образцах из высокопрочного чугуна происходят следующие изменения формы включений графита и металлической матрицы:

1) при ε=20 % включения графита практически не изменяют своей формы (остаются шаровидными), ферритная оторочка приобретает форму эллипса, перлитная металлическая матрица видимых изменений не претерпевает.

2) при ε=60% шарообразные включения графита приобретают вытянутую форму (эллипсообразное ядро от которого отходят своеобразные усы), ферритная оторочка (вокруг включения графита) еще больше вытягивается. Цементитные пластинки измельчаются, что говорит о фазовых превращениях перлита.

С увеличением степени деформации изменяется характер излома и форма включений графита, что позволяет получить требуемые свойства материала.

Литература

1. Основы металлографии чугуна. / Бунин К.П., Малиночка Я.Н., Таран Ю.Н. - М.: Металлургия, 1969. - 416 с.
2. Справочник по металлографическому травлению. / Беккерт М., Клемм Х. Лейпциг, 1976. Пер. с нем. - М.: Металлургия, 1979, 336 с.
3. Металлографическое травление металлов и сплавов: Справ. изд. / Баранова Л.В., Демина Л.М. - М.: Металлургия, 1986, 256 с.
4. ГОСТ 3443–87. Отливки из чугуна с различной формой графита. Методы определения структуры. - М.: Стандартинформ, 2005. 42 с.
5. Пластическая деформация чугуна. / Антонишин Ю.Т. – Минск: Навука і тэхніка, 1991. – 119 с.
6. Горячая пластическая деформация чугуна: структура, свойства, технологические основы. / Покровский А.И. - Минск: Беларуская навука. – 2010. – 256 с.
7. Влияние горячей пластической деформации на изменения микроструктуры чугуна с шаровидным графитом / Чаус А.С., Сойка Я., Покровский А.И. // Физика металлов и металловедение, - М.: РАН, «Наука», 2013, том 114, № 1. - С.94-104.
8. Влияние формы графитовых включений на акустические характеристики изделий из литого и деформированного чугуна / Покровский А.И., Чаус А.С., Куновский Э.Б. // «Металловедение и термическая обработка металлов». - М.: Фолиум, № 7 (673), июль. 2011. С.3-10.
9. Пластическое течение включений цементита и графита при обработке давлением чугуна / Покровский А.И. // Литье и металлургия. - Минск: «Интерфаундри». - 2013. -№ 1 (69). - С.88-95.
10. Численное моделирование напряженно-деформированного состояния и особенности структурообразования чугуна при горячем выдавливании. / Покровский А.И., Лущик П.Е. // Литье и металлургия. - Минск: «Интерфаундри». - 2014, № 4 (77), с.33-44.
11. Растровая электронная микроскопия. Разрушение. Справочник. / Энгель Л., Клингеле Г. Пер. с немецкого. - М.: Металлургия, 1986 – 232 с.
12. Изломы конструкционных сталей: Справочное изд. / Герасимова Л.П., Ежов А.А., Маресев М.И. - М.: Металлургия, 1987. 272 с.
13. Высокопрочный чугун в автомобилестроении / Шебатинов М.П., Абраменко Ю.Е., Бех Н.И. – М.: Машиностроение, 1988 – 216 с.
14. Патент Республики Беларусь № 10650 от 02.02.2015 по заявке u20140426 от 20.11.2014. Покровский А.И. Устройство для выявления формы графитных включений в структуре чугуна.
15. Патент Республики Беларусь № 10652 от 02.02.2015 по заявке u20140426 от 20.11.2014. Покровский А.И. Устройство для выявления формы графитных включений в структуре чугуна.
16. Бриджмен П.В. Исследование больших пластических деформаций и разрыва. - М.: Издательство иностранной литературы, 1955.- 444 с.

ТЕРМОКИНЕТИЧЕСКАЯ ЭДС В НИКЕЛИДЕ ТИТАНА ПРИ ОБРАТНОМ ФАЗОВОМ ПЕРЕХОДЕ

Рубаник В.В.[1,2], Рубаник В.В. мл.[1], Петрова-Буркина О.А.[1]
[1]Институт технической акустики НАН Беларуси, Витебск, Беларусь, ita@vitebsk.by
[2]Витебский государственный технологический университет, Беларусь

Ранее установлено [1,2], что перемещение локальной зоны нагрева с температурой равной или превышающей температуру окончания обратного фазового перехода $A_к$ вдоль проволочных образцов никелида титана Ti-50ат.%Ni вызывает возникновение в них постоянной по величине и знаку термокинетической ЭДС порядка 0,22 мВ. Это обусловлено протеканием термоупругих фазовых превращений в зоне нагрева и возникновением контактной разности потенциалов между участками TiNi материала, находящимися в разных фазовых состояниях.

Исследовано влияние температуры отжига на величину наводимой термокинетической ЭДС на проволочных образцах из никелида титана Ti-50ат.%Ni длиной 0,4м и диаметром 0,6мм (рис. 1). Скорость перемещения зоны нагрева составляла 0,4 см/с, максимальная температура проволоки в зоне нагрева - 100ºС, что выше температуры окончания обратного фазового перехода в материале ($A_к$=74°С). Образцы отжигали при температурах 400, 450, 500 550, 600, 700 и 800ºС в течение получаса на воздухе. Как видно величина термокинетической ЭДС не сильно зависит от способа обработки материала. Незначительный рост ЭДС до 0,25мВ наблюдается при температуре 500 и 800 ºС.

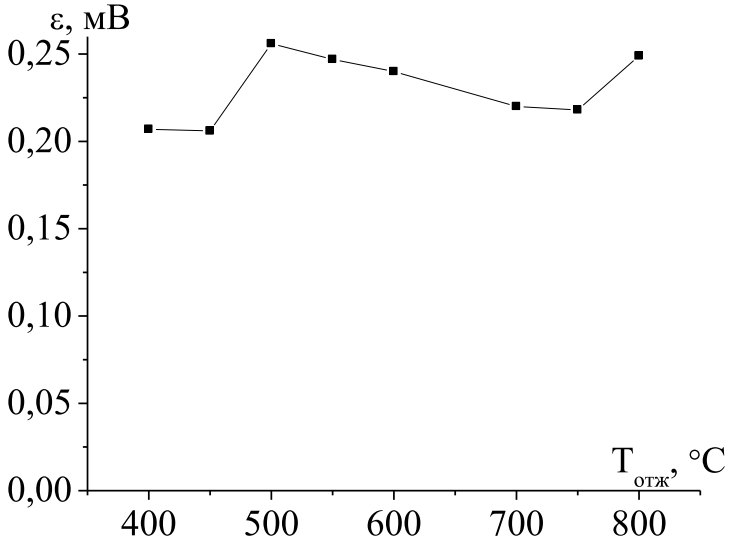


Рисунок 1 – Зависимость термокинетической ЭДС от температуры отжига

Это связано с тем, что в равноатомном никелиде титана характеристические температуры не сильно зависят от температуры отжига. Действительно, калориметрические исследования показали (рис. 2), что обработка сплава Ti-50ат.%Ni не сильно влияет на температуры фазовых переходов. Во всех случаях, при комнатной температуре материал находился в низкотемпературном мартенситном состоянии.

Ранее [2] было установлено, что темоциклирование образца в режиме нестационарного нагрева приводит к снижению значения величины термокинетической ЭДС. Так после 70 термоциклов как таковой термокинетической ЭДС не наблюдается. Таким образом, изменяя количество термоциклов можно целенаправленно задавать определенные значения термокинетической ЭДС на разных участках образца. Например (рис. 3), задавать ступенчатое изменение величины тремокинетической ЭДС. Для этого в образце Ti-50ат.%Ni, предварительно отожженном при температуре 700ºС в течение получаса, участок БВ был подвергнут термоциклированию 50 раз. При последующем (51-ом термоцикле) перемещении зоны нагрева вдоль всего образца на участке БВ величина термокинетической ЭДС уменьшилась до 0,1мВ. Таким образом,

термоциклируя только отдельный участок образца, можно задать область, где не будет наводиться термокинетическая ЭДС, или ее величина будет иметь заданное значение.

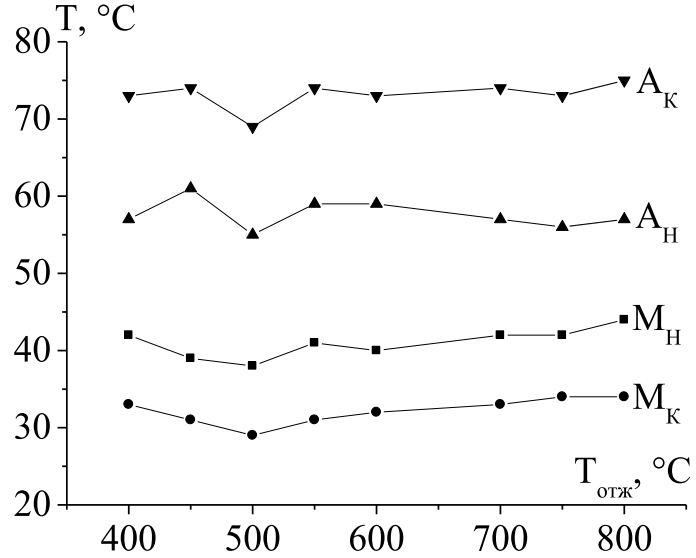


Рисунок 2 – Характеристические температуры для образцов Ti-50ат.%Ni при различных режимах отжига

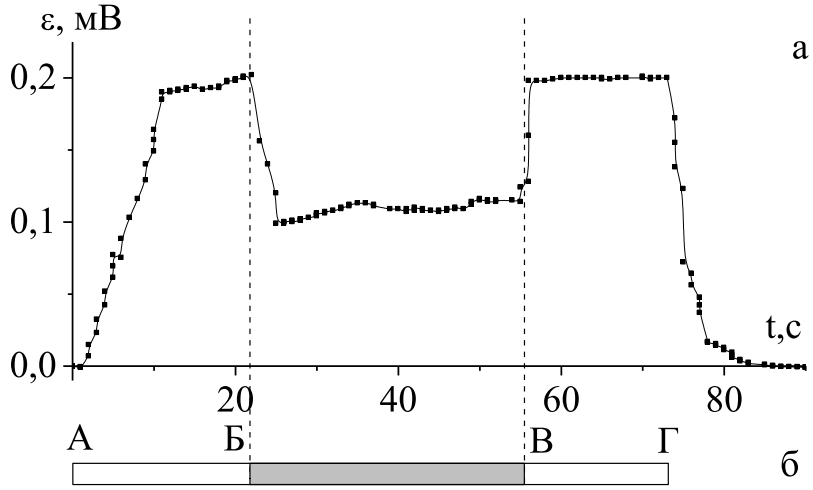


Рисунок 3 - Распределение термокинетической ЭДС для образца Ti-50ат.%Ni в 51-ом термоцикле (а); образец АГ (б)

Падение термокинетической ЭДС при термоциклировании связано с увеличением плотности дефектов в образце, что приводит к снижению характеристических температур и образованием мартенситной R-фазы [3]. Повышение температуры при термоциклировании оказывает влияние на дефектную структуру в никелида титана Ti-50ат.%Ni и на параметры мартенситных переходов, и при высоких температурах дефектная структура должна изменяться необратимо, как это наблюдается в обычных сплавах [4]. Поэтому было предположено, что после термоциклирования можно восстановить значение термокинетической ЭДС до максимального, за счет увеличения температуры в зоне нагрева образца.

Для установления возможности восстановления термокинетической ЭДС до максимального значения в 54 цикле максимальная температура проволоки в зоне нагрева была увеличена до 240ºС. После чего измерена термокинетическая ЭДС при температуре проволоки в зоне нагрева - 100ºС. Как видно (рис. 4, график 2) термокинетической ЭДС восстановила свое значение до максимального, а также исчезли пики в начале и конце процесса нагрева. С уменьшением температуры в зоне нагрева падает и значение, до которого восстанавливается термокинетическая ЭДС. Так, при температуре 160ºС термокинетическая ЭДС восстанавливается до 0,14мВ,

при температуре 180ºС – до 0,18мВ, при температуре 220ºС – до 0,2мВ (рис. 1, графики 5, 4 и 3 соответственно). Т.е. перемещение локально нагретого до температуры выше 240°С участка образца позволяет восстановить значение термокинетической ЭДС до максимального, как и для случая отжига при температурах 400÷800°С (рис. 2).

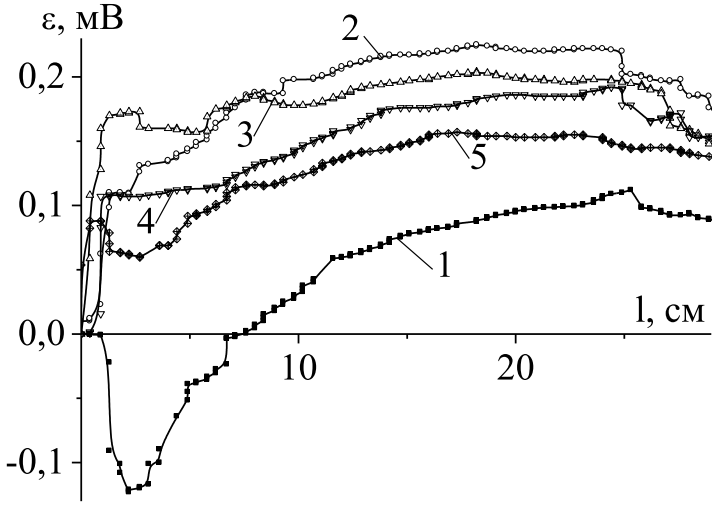


Рисунок 4 - Распределение термокинетической ЭДС по длине образца Ti-50ат.%Ni после 53-ёх термоциклов: 1- после 53 термоциклов; 2,3,4,5 – после 54-ого термоцикла при температуре в зоне нагрева 240ºС, 220ºС, 180ºС и 160ºС соответственно

Таким образом, подвергая различному количеству термоциклов определенные участки проволочного образца Ti-50ат.%Ni, можно целенаправленно задавать значения термокинетической ЭДС вдоль протяженного изделия. Увеличение температуры в локальной зоне нагрева до 240°С приводит к восстановлению величины термокинетической ЭДС до максимального 0,22мВ. При этом температура отжига в интервале 400÷800°С не влияет на величину наводимой термокинетической ЭДС. Полученные результаты показывают возможность целенаправленного задания термокинетической ЭДС в протяженных TiNi образцах, что может найти практическое применение при проектировании датчиков различных исполнительных механизмов.

Литература

[1] Рубаник, В.В. Термокинетическая ЭДС в никелиде титана / В.В. Рубаник, В.В. Рубаник мл., О.А. Петрова-Буркина // Материалы, технологии, инструменты. – Гомель: ИММС НАН Беларуси, 2012. – Т.17, №1. – С. 25-27.

[2] Rubanik, V.V. Peculiarities of thermoelectric force behaviour in nikelide titane upon non-stationary heating / V.V. Rubanik, V.V. Rubanik Jr., O.A. Petrova-Burkina // Materials Science Forum. – Switzerland: Trans Tech Publications, 2013. – V. 738-739. – P. 292-296.

[3] Resnina, N. Multi-stage martensitic transformations induced by repeated thermal cycling ofequiatomic TiNi alloy / N. Resnina, S.Belyaev // Journal of Alloys and Compounds/ - 2009. - V.486. - P.304 – 308.

[4] Инденбаум, Г.В. Возврат и рекристаллизация металлов / Г.В. Инденбаум, В.Ю. Новиков – Москва: Металлургия, 1966. - 326 с.

ОЦЕНКА ДОЛГОВЕЧНОСТИ МАТЕРИАЛОВ, ПОВЕРХНОСТНО-МОДИФИЦИРОВАННЫХ СПЛАВАМИ С ТЕРМОУПРУГИМИ ФАЗОВЫМИ ПРЕВРАЩЕНИЯМИ, С УЧЕТОМ СТРУКТУРНО-ФАЗОВОГО СОСТОЯНИЯ

Бледнова Ж.М., Русинов П.О.
Кубанский государственный технологический университет,
Краснодар, Россия, blednova@mail.ru; ruspiter5@mail.ru

Тенденции развития современного машиностроения характеризуются повышенными требованиями к функциональной надежности и живучести элементов конструкций при длительной безаварийной эксплуатации. Учитывая решающую роль поверхностного слоя в накоплении повреждений и разрушении задачу повышения надежности все чаще решают различными способами поверхностного модифицирования. Широкие возможности повышения функциональной и прочностной надежности открываются при использовании материалов с термоупругими фазовыми превращениями (ТУФП) для формирования поверхностных слоев и композиций. Современные многокомпонентные поверхностные композиции, включающие слои из материалов с ТУФП, представляют собой адаптивный иерархический материал, состоящий из слоев различного химического состава. Это сложная неравновесная система, в которой протекают нелинейные процессы с образованием диссипативных структур с фазовыми переходами [1], что способствует формированию наноструктур с уникальными функциональными свойствами сверхэластичности или памяти формы. Поэтому оценку долговечности материалов, поверхностно-модифицированных сплавами с ТУФП, следует производить с учетом структурно-фазового состояния.

Для оценки циклической долговечности в механике разработаны и широко используются силовые, деформационные и энергетические критерии разрушения. Перспективным для решения проблемы оценки долговечности и повреждаемости поверхностно-модифицированных материалов является наиболее универсальный энергетический подход. Поскольку в настоящей работе исследование проводятся на сталях с модифицированным поверхностным слоем (или композицией) из материалов с ТУФП, прочностные характеристики которых определяются не только химическим, но и фазовым составом, то для оценки долговечности целесообразно использовать темодинамический подход, основанный на аналогии деформирования, разрушения и плавления, развитый рядом ученых [2-5]. Выбор энергетического критерия, основанного на аналогии деформирования, разрушения и плавления, объясняется следующим: энергоемкость является аддитивной величиной и может быть определена для многокомпонентных материалов с учетом химического состава поверхностного слоя по термодинамическим характеристикам и диаграммам состояния систем; энергоемкость может быть определена с учетом технологических операций поверхностного модифицирования с учетом структурно-фазового состояния по результатам рентгеноструктурного анализа и количественных металлографических исследований.

В настоящей работе используется вариант энергетической модели накопления повреждений и разрушения поверхностного слоя [5,6], согласно которой на накопление повреждений расходуется не вся, а лишь некоторая доля необратимой работы деформирования. Для установления этой доли, зависящей от условий теплообмена, степени деформации и т.д. необходимо обращаться к физическому или механическому эксперименту. В работе [2] показано, что механические свойства металлов и сплавов имеют связь с термодинамическими функциями состояния (энтропией, энтальпией, внутренней и свободной энергией). Ранее нами для оценки и прогнозирования циклической долговечности сталей с поверхностно-модифицированным слоем из материалов с ЭПФ использовался энергетический критерий [6,7], в п6авую часть которого входит величина энергоемкости, определяемая на основании термодинамических характеристик и диаграммы состояния систем и характеризующая прочность межатомной связи. В сплавах с ТУФП величина энергоемкости не является единственным критерием прочности сплавов, структурный фактор (α) превалирует над прочностью межатомной связи (Q) и его

величина учитывается с помощью коэффициента термомеханической активности. В работах [6] было предложено уравнение:

$$W \cdot N^{p} = \alpha \cdot Q, \qquad (1)$$

где W – энергия, затраченная на постепенное образование микроповерхности разрушения за один цикл и определяемая по петле механического гистерезиса, Дж/м^3; N –число циклов, необходимое для разрушения локального объёма металла и элементарного скачка трещины в направлении её развития; p – эмпирический коэффициент; α– коэффициент термомеханической активности; Q – энергоемкость металла, Дж/м^3. Алгоритм расчета энергоемкости и теоретической прочности приведен на рис. 1, а результаты расчета для трехкомпонентного сплава с ТУФП Ni-30%at.Ti-20%at.Hf в табл. 1.

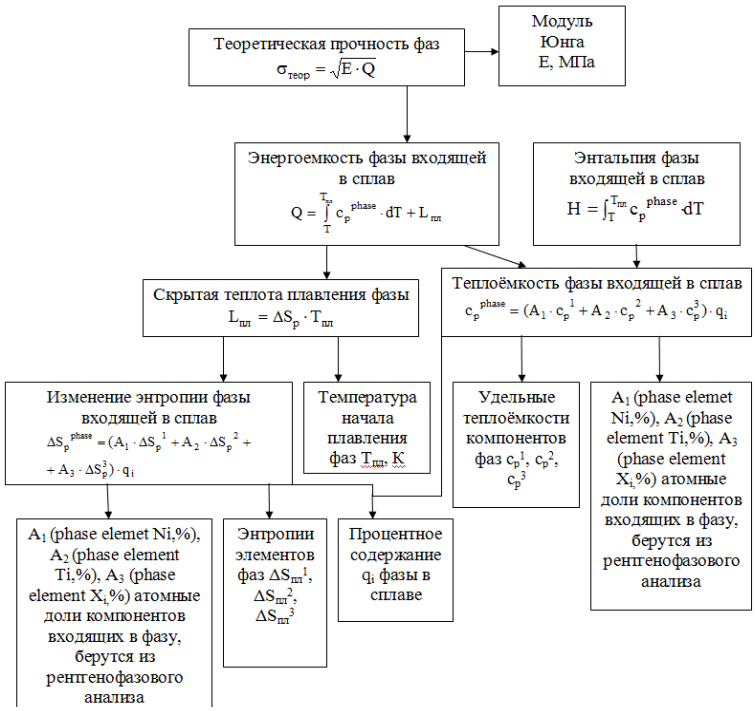


Рисунок 1 - Блок схема расчета энергоемкости многокомпонентных систем

Таблица 1 - Энергоемкость и теоретической прочность Ni-30%at.Ti-20%at.Hf

Название	Q, кДж/моль	$\sigma_{теор}$, ГПа	H, кДж/моль	ΔS, Дж/мольК
TiNiHf (B19)	18,85	40,50	7,84	6,95
TiNiHf (B2)	39,34	58,50	16,37	14,51
Ni_3Hf	10,01	29,56	3,96	3,99
NiHf	7,891	26,20	3,00	2,57
Ti_2Ni	3,05	15,41	1,22	1,46
$Hf_{12}Ni_{50}Ti_{38}$	4,67	19,09	1,95	1,34
TiO	1,17	9,54	0,56	0,35

Для материалов с поверхностно-модифицированным слоем, сформированным высокоскоростным газопламенным напылением (ВГН) с последующей ТМО, повреждаемость, определенная на основе предложенного энергетического критерия (2) [6,7], приведена на рис.2, а экспериментальная и расчетная циклическая долговечность в табл. 2.

$$\omega = \frac{\beta \cdot \sigma \cdot \varepsilon \cdot N^{p}}{\alpha \cdot Q} \qquad (2)$$

где β –коэффициент, зависящий от формы петли гистерезиса; α- структурный фактор сплава, принимался равным фрактальной размерности.

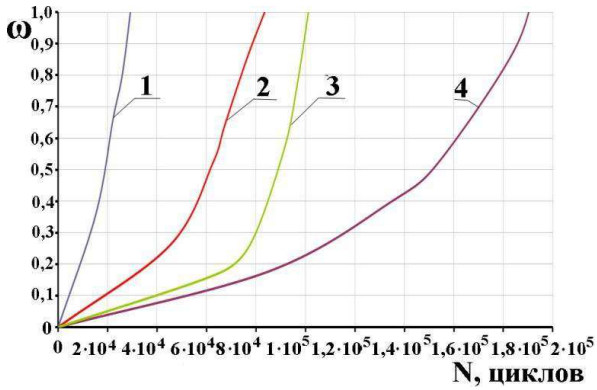


Рисунок 2 - Зависимость повреждаемости от числа циклов стали 45 с поверхностным слоем сплава с ТУФП толщиной 1мм, после ВГН+ТМО при симметричном цикле, σ_a = 500 МПа: Ni-46%at.Ti-4%at.Ta – 1); Ti48,7%at.Ni-1,3%at.Co – 2); Ni-33%at.Ti-18%at.Zr – 3); Ni-30%at.Ti-20%at.Hf – 4)

Таблица 2 - Экспериментальные и расчетные значения долговечности стали 45 с поверхностным слоем из двух- и трехкомпонентных сплавов с ТУФП

Материал	σ_a, МПа	Q, МДж/м^3	p	α	Nэкс.	Nрасч
Сталь 45 + TiNiCo	500	9590,05	0,253	1,73	83750	83406
Сталь 45 + TiNiHf	500	9633,64	0,253	1,89	193715	188251
Сталь 45 + TiNiZr	500	9625,4	0,253	1,8	102537	100883
Сталь 45 + TiNiTa	500	10218,34	0,253	1,87	29896	29169
Сталь 45 + TiNi	500	9627,72	0,253	1,78	89657	88577
Сталь 45 + TiNi	450	9627,72	0,253	1,78	796324	780894

Таким образом, показана целесообразность использования предложенного энергетического критерия для прогнозирования циклической долговечности и повреждаемости материалов, поверхностно модифицированных сплавами с ТУФП. Важной отличительной особенностью критерия является возможность учета структурно-фазового состояния материалов с ТУФП структурным параметром, определяемым на основе фрактально-синергетического подхода по результатам мультифрактальной параметризации структуры и учитывающим влияние фрактальной размерности, однородности, периодичности и адаптивности структуры.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (Соглашение № 15-19-00202)

Список литературы:

1. Blednova Zh.M., Rusinov P.O., Balaev E.Y. Quantification of hereditary regularities of the formation and transformation of the surface layer of multicomponent materials with shape memory in a high-energy impact. Materials Today Proceedings. V. 4, I. 3, Part B, p. 4652-4657, 2017.

2. Федоров В.В. Термодинамические аспекты прочности и разрушения твердых тел. – Ташкент: ФАН, 1979. – 169 с.

3. Иванова В.С., Терентьев В.Ф. Природа усталости материалов. М.: Металлургия, 1975.456с.

4. Щипачев А.М. Термодинамическая теория прочности: прогнозирование многоцикловой усталости металлов. УТИС. Уфа, 1998. 107 с.

5. Бледнова Ж.М. Прогнозирование циклической долговечности бинарных сплавов и материалов с покрытиями // Заводск. лаборатория. – 1988. – № 7. – С. 76-81.

6. Бледнова Ж.М., Будревич Д.Г Механические особенности усталостного поведения материалов с обратимой фазовой структурой. В кн. Научные основы повышения малоцикловой прочности. Под ред. Н.А. Махутова. М.: Наука, 2006. С. 268-298.

7. Rusinov P.O., Blednova Zh.M. Evaluation of Cyclic Durability in Surface modified Layers with TiNiZr Thermoelastic Phase Transformations. Matec Web of Conferences 142, 03005 (2018).

ПОВЫШЕНИЕ ИЗНОСОСТОЙКОСТИ СТАЛЬНЫХ ПОКРЫТИЙ, ИСПОЛЬЗУЕМЫХ ДЛЯ ВОССТАНОВЛЕНИЯ ШТОКОВ

Яловик А.П.[1], Белоцерковский М.А.[2], Сосновский А.В.[2], Чой К.Й.[2]
[1]ОАО «Нефтезаводмонтаж», г. Новополоцк
[2]Объединенный институт машиностроения НАН Беларуси, г. Минск
mbelotser@gmail.com

Введение. Анализ изнашивания элементов гидропривода строительно-дорожных машин показывает, что на его долю приходится около 45% отказов от общего числа агрегатов, на долю гидроцилиндров до 28% от общего числа отказов. Одной из наиболее интенсивно изнашиваемых деталей гидроцилиндра является шток, по его причине происходит около 31% отказов [1].

Для восстановления штоков используются технологии гальванического хромирования, наплавки, плазменного и газопламенного напыления, электроискрового легирования. Авторами данной работы показана целесообразность и эффективность использования для этих целей процесса гиперзвуковой металлизации (ГМ), определены режимы формирования покрытий распылением проволок из высокохромистых сталей [2].

Целью исследований, результаты которых изложены в данной публикации, явилось исследование возможности повышения износостойкости наносимых на штоки стальных покрытий методом ГМ используя приемы инженерии поверхности, такие как формирование псевдосплавов с повышенным количеством аустенитной фазы, а также трибомодифицирование, проходящее за счет приработки покрытий в присутствии пластичного смазочного материала с наноразмерными наполнителями.

Материалы и методики исследования. Было предложено формировать покрытие одновременным распылением проволок из сталей мартенситного класса 40Х13 (d=2,0 мм) и аустенитного класса 12Х18Н10Т (d=1,6 мм) методом ГМ с использованием установки АДМ-10. В качестве горючего газа для формирования распыляющего факела применяли пропан.

Исследование фазового состояния напыленного псевдосплава осуществляли на дифрактометре ДРОН-3.0 в монохроматизированном кобальтовом (CoKα) излучении при напряжении 30 кВ и анодном токе 15 мА. Расшифровка рентгенограмм осуществлялась при помощи программного обеспечения Crystallographica Search-Match с картотекой PDF-2. Металлографические исследования проводились на оптическом микроскопе АЛЬТАМИ МЕТ 1МТ.

Измерения твердости по Виккерсу проводились на твердомере DuraScan 20 при нагрузке на индентор P=10 г и 10 кг.

Пористость псевдосплава, напыленного на пластины (50×50×5 мм) из стали 45, составляла ≈ 2-4 об.%. Химический состав распыляемых проволок и напыленного псевдосплавного покрытия представлен в таблице 1.

Триботехнические испытания образцов напыленного сплава проводились на трибометре АТВП. Испытания осуществлялись по схеме возвратно-поступательного движения контактирующих тел при средней скорости взаимного перемещения ≈ 0,1 м/с в режиме трения в различных пластичных смазочных материалах, а именно: литол-24, сульфанат-кальциевая, литол-24 + 0,5 масс. % углеродсодержащего наномодификатора ША-А (размер частиц в пределах $d_ч$ = 10–50 нм). Удельная нагрузка испытаний составляла p=5 МПа. При испытаниях использовалось контртело, изготовленное из закаленной стали У8 (800 HV10). Путь трения составлял ≈ 1200 м.

Результаты исследований и их обсуждение. При газотермическом напылении проволочных сталей мартенситного (40Х13) и аустенитного (12Х18Н10Т) классов, формируется комбинированное покрытие, который включает в себя частицы с различным химическим составом (отдельные частицы из мартенситной и аустенитной стали, а также сплавленные частицы сталей). В связи с этим, локальные участки напыленного псевдосплава имеют различное содержание легирующих элементов (углерода, хрома, никеля, железа и др.), что в свою очередь, приводит к неоднородности физико-механических свойств микрообластей напыленного покрытия.

Усредненный химический состав комбинированного покрытия из высокохромистых сталей 40Х13 и 12Х18Н10Т представлен в таблице 1.

Таблица 1 - Химический состав распыляемых проволок и покрытия

Напыляемый материал	Концентрация элементов, масс. %						
	C	Cr	Ni	Ti	Mn	Si	Fe
40Х13	0,42	13,2	0,60	0,35	0,40	0,42	основа
12Х18Н10Т	0,12	18,3	10,1	0,80	2,00	0,80	основа
Материал покрытия	0,2-0,3	15,7	3,97	-	0,75	0,44	основа

Рентгеноструктурный анализ комбинированного покрытия из высокохромистых сталей показал, что в нем содержится 60 об.% γ-Fe, 15 об.% α-Fe и 25 об.% оксидов Fe_3O_4 и FeO. Повышенное количество аустенитной фазы в псевдосплаве связано с высоким содержанием γ-фазы в частицах из стали 12Х18Н10Т, а также с особыми условиями формирования газотермических покрытий при напылении, приводящими к их изотермической выдержке в температурном интервале бейнитного превращения, что стабилизирует аустенит в частицах из стали 40Х13 [3]. Твердость напыленного псевдосплава составляет ≈ 370-380 HV 10, что близко к твердости газотермического покрытия из аустенитной стали 06Х19Н9Т. Результаты триботехнических испытаний представлены таблицах 2, 3.

Таблица 2 – Зависимость линейного износа от пути трения для покрытия из сталей 40Х13+12Х18Н10Т, испытанного в различных смазочных материалах при удельном давлении 5 МПа

Смазка	Линейный износ, мкм за путь трения, м						
	100	200	300	500	700	900	1100
Литол-24	0,16	0,33	0,46	0,61	0,70	0,76	0,88
Литол-24 **+** 0,5 масс. % ША-А	0,14	0,22	0,30	0,45	0,53	0,62	0,69
Сульфанат-кальциевая	0,07	0,15	0,17	0,31	0,45	0,60	0,68

Из данных представленных в таблице 3 можно видеть, что псевдосплав из высокохромистых сталей 40Х13+12Х18Н10Т характеризуется относительно высокой износостойкостью. В базовом смазочном материале (Литол-24) интенсивность линейного изнашивания псевдосплава из высокохромистых сталей составляет $0{,}73 \cdot 10^{-9}$, а коэффициент трения – 0,12-0,13. Максимальная износостойкость псевдосплава регистрируются при испытаниях в сульфанат-кальциевой смазке и смазочном материале литол-24 модифицированном углеродными наночастицами (табл. 3). При этом интенсивность линейного изнашивания в сульфанат-кальциевой смазке и модифицированной углеродными наночастицами составляет $0{,}55 \cdot 10^{-9}$ и $0{,}56 \cdot 10^{-9}$, соответственно, а коэффициент трения приблизительно одинаков и равен 0,11-0,12.

Таблица 3 – Интенсивность линейного изнашивания покрытий из сталей 40Х13+12Х18Н10Т, испытанных в различных смазочных материалах при удельном давлении 5 МПа

Смазочный материал	Интенсивность линейного изнашивания $I_q \cdot 10^{-9}$	Коэффициент трения, f
Литол-24	0,73	0,12-0,13
Литол-24 **+** 0,5 масс. % ША-А	0,56	0,11-0,12
Сульфанат-кальциевая смазка	0,55	0,11-0,12

На основании полученных данных можно сделать вывод, что добавление углеродных наночастиц в Литол-24 снижает интенсивность изнашивания псевдосплава из высокохромистых сталей 40Х13 и 12Х18Н10Т до значений интенсивности изнашивания в сульфанат-кальциевой смазке.

Заключение

Установлено, что при восстановлении штоков гидроцилиндров подъемно-транспортного оборудования замена стального напыляемого покрытия на псевдосплав из сталей 40Х13 и 12Х18Н10Т позволяет повысить износостойкость поверхностного слоя. Показано, что покрытие содержит повышенное количество аустенитной фазы ≈ 60 об. %, что связано с его термической стабилизацией в процессе напыления, а также повышенным содержанием никеля в стали 12Х18Н10Т. Твердость напыленного покрытия составляет 370-380 HV 10. Установлено, что модифицирование пластичного смазочного материала Литол-24 углеродных наночастицами (0,5 масс. %) приводит к снижению интенсивности изнашивания покрытия с $0{,}73 \cdot 10^{-9}$ до $0{,}56 \cdot 10^{-9}$, а также уменьшению коэффициента трения с 0,12-0,13 до 0,11-0,12.

Литература

1. Шестопалов, К.К. Подъемно-транспортные, строительные и дорожные машины и оборудование / К.К. Шестопалов. — 8-е изд., стер. —М. : Издательский центр «Академия», 2014. — 320 с.

2. Белоцерковский, М.А. Использование гиперзвуковой металлизации при ремонте штоков гидроцилиндров / М.А. Белоцерковский, А.П. Яловик // Современные методы и технологии создания и обработки материалов: Сб. научных трудов. В 3 кн. Кн. 2. Технология и оборудование механической и физико-технической обработки ./ редкол. : С.А. Астапчик (гл. ред) [и др.]. – Минск: ФТИ НАН Беларуси, 2016. – С. 29 – 33.

3. Григорчик, А.Н. Влияние технологических параметров напыления и ионного азотирования на структуру и износостойкость газотермического покрытия из высокохромистой стали 95Х18 / А.Н. Григорчик, В.А. Кукареко, Белый А.В., М.А. Белоцерковский // Вестник Полоцкого государственного университета. Серия В. Промышленность. Прикладные науки. – 2016. – № 3. – С. 94–99.

ОБОРУДОВАНИЕ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ВЛИЯНИЯ УЛЬТРАЗВУКОВЫХ КОЛЕБАНИЙ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ ПРИ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ

[1]Луцко В.Ф., [1]Рубаник В.В., [3]A. Nofal, [2]Волочко А.Т.,[1]Лабецкий В.С., [1]Савицкий В.О.

[1]ИТА НАН Беларуси, [2]ФТИ НАН Беларуси, [3]CMRDI Cairo, Egypt, lutsko_v@mail.ru

Ультразвуковая обработка металлов является одним из наиболее эффективных способов улучшения их физико- механических и эксплуатационных свойств [1-3]. Вводимые в расплав ультразвуковые колебания интенсифицируют процесс дегазации, способствуют дополнительному перемешиванию, препятствуют возникновению дендритной ликвации и концентрации неметаллических включений на границах зерен, что положительно влияет на формирование однородной структуры металла в процессе кристаллизации. Наряду с этим, мощный ультразвук позволяет в процессе модифицирования вводить в металл различные композитные элементы и тугоплавкие лигатуры, воздействуя непосредственно на кристаллическую решетку [4-6]. Что же касается железо-углеродистых сплавов, то для них практически не изучено влияние на процесс кристаллизации таких параметров ультразвукового воздействия, как время генерации, амплитуды и частоты колебаний.

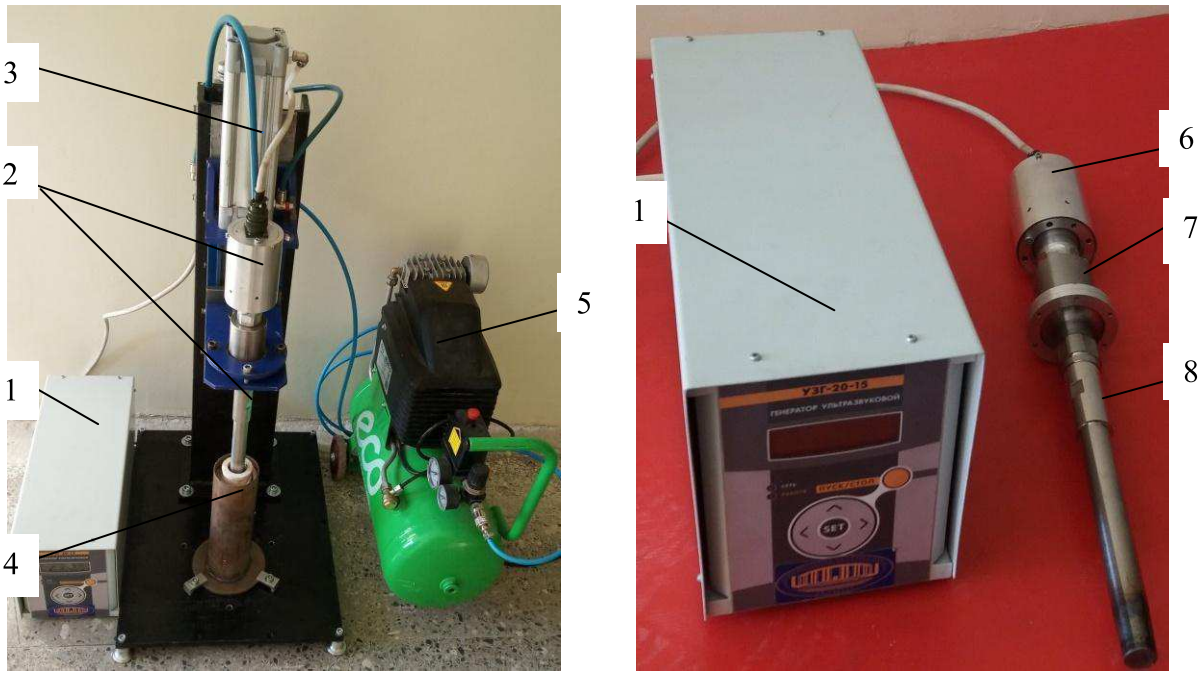
Для исследования влияния воздействия вышеуказанных параметров на структуру и свойства кристаллизующегося металла в ИТА НАН Беларуси были созданы две установки с вводом ультразвуковых колебаний в верхнюю и нижнюю часть кристаллизующего расплава. Основными узлами разработанного оборудования являются электронный ультразвуковой генератор 1 и акустическая система 2, пневматический пресс 3, литьевая оснастка 4 и компрессор 5 (рис. 1*a*).

Электронный генератор формирует и подает электрические сигналы частотой 20 кГц с регулируемой мощностью от 800 до 1200 Вт на акустическую систему. Генератор имеет микропроцессорное управление, которое контролирует включение/выключение ультразвуковой энергии и поддержание выходной мощности на заданном уровне при любых изменениях внешних условий (температуры, входного напряжения и прочее). В генератор встроены частотомер и ваттметр для измерения в режиме реального времени частоты и мощности сигнала, подаваемого на преобразователь. Реле времени генератора позволяет дозировано подавать ультразвуковую энергию в зону обработки. Управление и настройка режима работы генератора осуществляется через экранное меню.

Акустическая система состоит из соосно установленных и последовательно соединенных пьезоэлектрического преобразователя 6, бустера 7 и волновода-излучателя 8 (рис. 2*b*). Пьезоэлектрический преобразователь преобразует электрические сигналы от электронного генератора в механические колебания той же частоты. Бустер увеличивает амплитуду колебаний до заданной величины и передает их на излучатель, который через прямой механический контакт его рабочего торца вводит ультразвуковую энергию в зону обработки. Увеличение амплитуды колебаний от 10 до 70 мкм может быть достигнуто за счет изменения по определенному закону размеров и формы поперечного сечения бустера и излучателя. Коэффициент усиления амплитуды колебаний всей акустической системы равен произведению коэффициентов усиления бустера и излучателя.

Пневматический пресс осуществляет подвод акустической системы к литьевой оснастке до погружения рабочего торца излучателя в расплав на заданную глубину и отвод системы после ультразвукового воздействия на кристаллизующий образец.

Литьевая оснастка предназначена для заливки в нее металлического расплава и воздействию на него в процесс кристаллизации ультразвуковых колебаний с целью получения образцов для исследования их структуры и свойств.



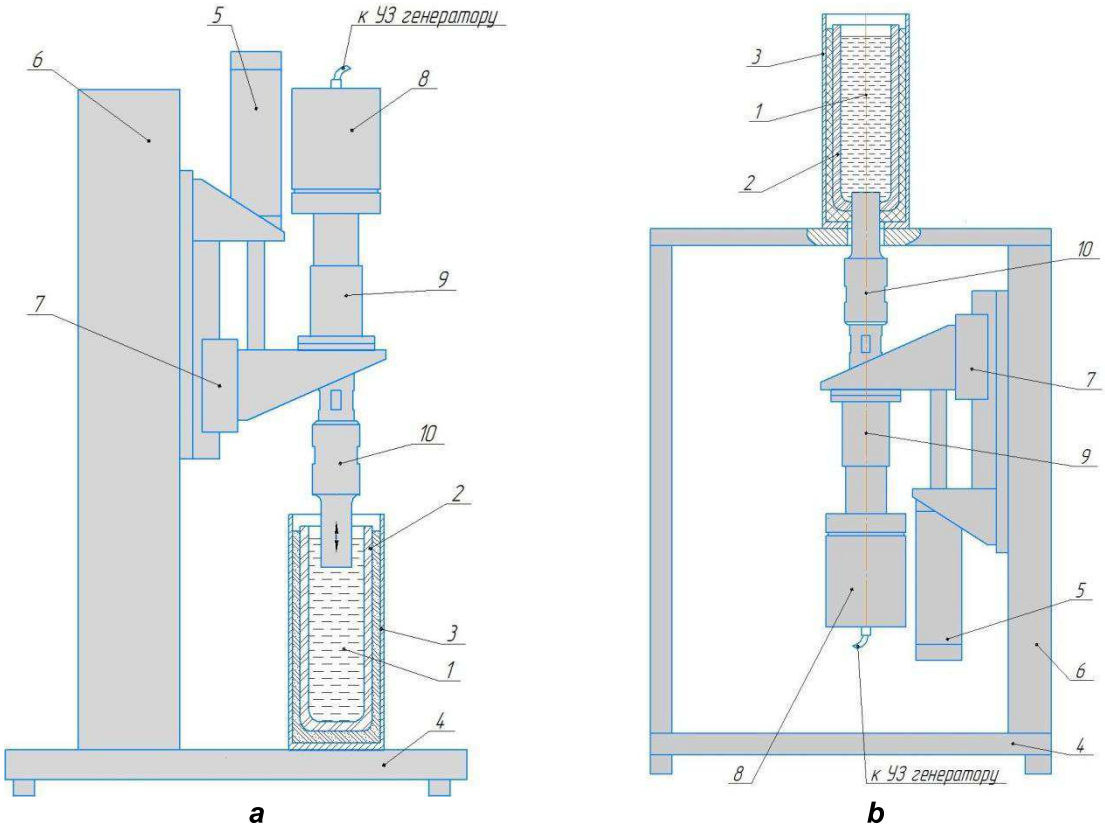
a ***b***

Рисунок 1– Фотография установки для введения ультразвука в верхнюю часть расплава при кристаллизации в кокиле: ***a*** – общий вид установки, ***b***- ультразвуковая колебательная система; 1- электронный генератор, 2 –акустическая система, 3 -пневмопресс, 4- литьевая оснастка, 5 –компрессор, 6- пьезоэлектрический преобразователь, 7 – бустер, 8 – излучатель

Схема введения ультразвуковых колебаний в верхнюю и нижнюю часть кристаллизующего расплава представлены соответственно на рис. 2.

Обработка по схеме ввода ультразвуковых колебаний в верхнюю часть расплава осуществляется следующим образом (рис. 2***a***). Производят заливку металлического расплава 1 в кокиль 2, расположенного внутри стакана 3, крепящегося к основанию 4. После чего, включают подачу сжатого воздуха от компрессора в верхнюю камеру пневмоцилиндр *5*, шток которого вынуждает двигаться вниз закрепленный на стойке 6 механизм перемещения 7. При этом, установленные на механизме перемещения пьезоэлектрический преобразователь 8, бустер 9 и излучатель 10 смещают до момента погружения в расплав рабочего торца последнего на требуемую глубину. До или в момент ввода излучателя в расплав включают ультразвуковые колебания. По окончании заданного времени обработки кристаллизующегося расплава выключают ультразвук, а в нижнюю камеру пневмоцилиндра подают сжатый воздух, который вынуждает шток двигаться вверх. Установка возвращается в исходное состояние. Полученный ультразвуковой обработкой образец извлекают из кокиля для дальнейшего исследования его структуры и свойств.

Аналогичным образом происходит обработка по схеме ввода ультразвуковых колебаний в нижнюю часть расплава (рис.2***b***). Отличие данной схемы от предыдущей заключается в том, что введение ультразвуковых колебаний в кристаллизующий расплав 1 происходит через отверстие в дне кокиля 2. Рабочий торец излучателя вводится в отверстие в дне кокиля с небольшим зазором порядка 0,4-0,6 мм, При такой схеме введения колебаний весь расплав подвергается обработке, начиная с момента заливки металла в кокиль.



a ***b***

Рисунок 2- Схемы введения ультразвуковых колебаний в кристаллизующий расплав представлены соответственно: ***a-*** в верхнюю часть расплава; ***b***- в нижнюю часть расплава; 1- расплав, 2- кокиль, 3- стакан, 4- основание, 5- пневмоцилиндр,6 –стойка, 7- механизм перемещения,8 -пьезоэлектрический преобразователь, 9- бустер, 10- излучатель

Разработанное оборудования позволяет исследовать влияние на структуру и свойства металлов и сплавов при кристаллизации расплава таких параметров ультразвукового воздействия, как временя генерации, амплитуда и частота колебаний.

Работа выполнена при поддержке БРФФИ (проект № Т18МС-054).

Список использованных источников

1. Абрамов В.О. Мощный ультразвук в металлургии и машиностроении / Абрамов В.О., Абрамов О.В., Артемьев В.В. и др.// М.: Янус-К, 2006. - 688 с.
2. Ефимов В. А. Технологии современной металлургии / Ефимов В. А., Эльдарханов А. С. // М.: Новые технологии, 2004. - 784 с.
3. Воздействие мощного ультразвука на жидкие и твердые металлы / Абрамов О.В. // М.: Наука, 2000.- 312 с.
4. Leighton T.G. The Acoustic Bubble. London: Academic Press,1994.
5. Margulis, M.A. Sonochemistry and Cavitation. London: Gordon&Breach,1996.
6. Ensminger D., Bond L.J. Ultrasonics: Fundamentals, Technologies, and Applications. Boca Raton: CRC Press, 2012

ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРНОГО СОСТОЯНИЯ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И МЕХАНИЗМЫ ДЕФОРМАЦИИ ВЫСОКОЭНТРОПИЙНОГО СПЛАВА CoCrFeNiMn ПРИ ТЕМПЕРАТУРАХ 4.2 -350 К

Табачникова Е.Д.[1], Шаповалов Ю.А.[1], Тихоновский М.А.[2], Подольский А.В.[1], Цехербауэр М.[3], Шафлер Е.[3]

[1]*Физико-технический институт низких температур им. Б.И. Веркина НАН Украины, Харьков, Украина*

[2]*Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт» НАН Украины, Харьков, Украина*

[3]*Венский университет, Вена, Австрия*

tabachnikova@ilt.kharkov.ua

Механические свойства крупнозернистого (размер зерен ~ 4 мкм) и нанокристаллического (~ 60 нм) высокоэнтропийного сплава CoCrFeNiMn изучены методами активной деформации одноосным сжатием и микротвердости.

Исходное крупнозернистое состояние получали кристаллизацией расплава с последующими операциями гомогенизации слитка, прокатки и отжига. Структура сплава представляла однофазный твердый раствор замещения с ГЦК решеткой. Нанокристаллическое состояние получали деформацией дисков из сплава кручением под высоким давлением (НРТ) в наковальнях Бриджмена. Давление сжатия составляло 6 ГПа, количество оборотов 5, скорость вращения подвижного пуансона 0,2 об./мин., температура деформации кручением 300 и 77К. В процессе деформации кручением измеряли сдвиговые напряжения *т*.Для крупнозернистых и нанокристаллических образцов, полученных методом НРТ при 300 К, в интервале температур 4,2-350 К измерены температурные зависимости предела текучести, скоростной чувствительности деформирующего напряжения и активационного объема. Полученные зависимости проанализированы в рамках моделей термически активированной пластической деформации. Для разных структурных состояний получены оценки микроскопических параметров взаимодействия дислокаций с барьерами и обсуждаются возможные механизмы низкотемпературной пластической деформации.

Исследована также микротвердость HV в крупнозернистом и нанокристаллическом (после НРТ при 300 и 77 К) состояниях. Установлено, что величина HV зависит как от величины деформации сдвига γ при кручении, так и от температуры НРТ. Обнаружены следующие закономерности:

а) существенное увеличение величины микротвердости HV после НРТ;

б) зависимость величин HV от деформации сдвига γ после НРТ при малых значениях γ, обусловленная неоднородностью структуры в центральной части диска, причем размер области неоднородности структуры вдоль радиуса диска увеличивается при понижении температуры НРТ от 300 до 77 К.

в) аномальное снижение значений HV и *т* с понижением температуры от 300 до 77, при этом величина HV не зависит от времени выдержки образцов после НРТ.

Наблюдаемое аномальное поведение величины HV после НРТ при 77 К обсуждается в терминах особенностей структуры, таких как размер зерен, плотность дислокаций, НРТ-индуцированное образование новых фаз.

ОСОБЕННОСТИ ПРОЕКТИРОВАНИЯ НОЖА ДЛЯ СИСТЕМ УЛЬТРАЗВУКОВОГО РЕЗА

[1]Луцко В.Ф., [1]Рубаник В.В., [1]Кругляшов А. А. [1]Лабецкий В.С., [2]Казьмин А.А.
[1]ГНУ «Институт технической акустики НАН Беларуси», пр-т Генерала Людникова, 13, 210009, г. Витебск, Беларусь.
[2] УО «Гродненский государственный университет имени Янки Купалы», ул. Ожешко, 22, 230023, г. Гродно, Беларусь
.(lutsko_v@mail.ru)

Успешное применение ультразвуковой техники и технологии предполагает использование сложных ультразвуковых систем, проектирование и изготовление которых представляет трудоемкую задачу. В частности, высокие требования предъявляются к акустическим системам ультразвукового реза полуфабриката полотна автомобильных шин, которые должны обеспечивать амплитуду механических смещений режущей кромки ножа до 100 мкм. Ультразвуковая резка отличается от обычной тем, что наряду с поступательным движением ножа в нем возбуждаются ультразвуковые колебания [1]. Типичная ультразвуковая система реза (рис.1) включает в себя четыре основных компонента: ультразвуковой генератор (не показан), пьезоэлектрический преобразователь 1, бустер 2 и ультразвуковой нож 3 резонансных размеров. Ультразвуковой генератор представляет собой электронное устройство, которое трансформирует стандартное линейное напряжение 220 В переменного тока частотой 50 Гц в высокочастотные колебания. Ультразвуковой преобразователь представляет собой электромеханическое устройство, которое преобразует полученные высокочастотные электрические колебания от генератора, например, 20 кГц, в механические колебания той же частоты. Бустер представляет собой металлический волновод - концентратор, который увеличивает амплитуду механических колебаний ультразвукового ножа. Важнейший элемент системы – ультразвуковой нож, который выполняет резку заготовки полотна шин.

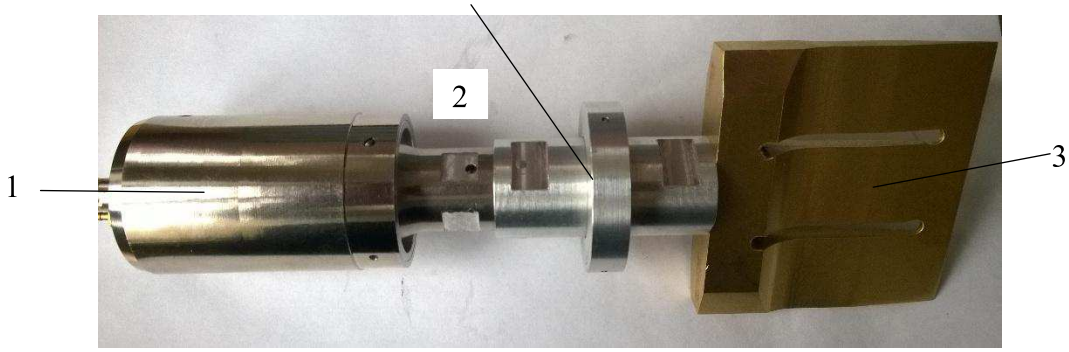


Рисунок 1 - Ультразвуковая система реза: 1 - пьезоэлектрический преобразователь, 2 – бустер, 3 – ультразвуковой нож

Ультразвуковой нож является единственной частью системы, которая уникальна для каждого процесса и обычно предназначен для работы на продольной моде колебаний в диапазоне частот 20-40 кГц. Чтобы уменьшить потери энергии и неравномерное распределение амплитуды колебаний на режущей кромке, вызванные поперечными колебаниями в направлении ширины ультразвукового ножа, в нем выполняют щели [3]. Как правило, ножи изготавливаются из титановых сплавов, которые имеют высокую усталостную прочность и низкие акустические потери.

Одной из важных характеристик конструкции ножа является резонансная частота колебаний. Резонансная частота волновода, имеющего простую геометрическую форму, может быть определена аналитически. Однако сложная геометрия ультразвукового ножа не позволяет произвести такой расчет.

Для эффективного резания режущая кромка лезвия должна быть тонкой. Как следствие, из-за высоких знакопеременных напряжений и малого поперечного сечения в материале ножа образуются трещины, приводящие к его поломке. Поэтому

геометрия и форма ножа должны быть очень тщательно разработаны, чтобы обеспечить ему высокую амплитуду колебаний и долговечность.

Настоящая работа посвящена определению методом конечных элементов с помощью программного комплекса ANSYS резонансной частоты колебаний ультразвукового ножа и места расположения максимального напряжения на режущем лезвии с целю повышения его эксплуатационных характеристик. При этом не учитывалось нелинейное взаимодействие волн с неосновными модами колебаний. Также не учитываются при расчете резонансных частот внутренние потери в системе.

В качестве материала ножа был выбран титановый сплав ВТ6 плотностью ρ=4,5 г/см^3, модулем упругости E=113 Гпа и коэффициентом Пуассона μ=0,34. Возбуждающая сила, имитирующая работу пьезокерамики, приложенная к режущей кромке ножа равнялась 100 Н. Выбранный заранее предполагаемый участок частоты для возбуждающей силы, на котором проводили расчёт амплитудно частотной и фазочастотной характеристик, а также напряжений, находился в диапазоне 38 – 41 кГц. Стандартное окружение среды - воздух.

На рис.2 показаны результаты расчета вышеуказанных частотных характеристик ряда мод в заданном диапазоне частот для ультразвукового ножа. Резонансная частота ножа 40700 Гц соответствует наибольшему значению амплитуды колебаний на графике амплитудно частотной характеристики и в месте, где происходит переход фазы 0° в 180° или наоборот на графике фазачастотной характеристики.

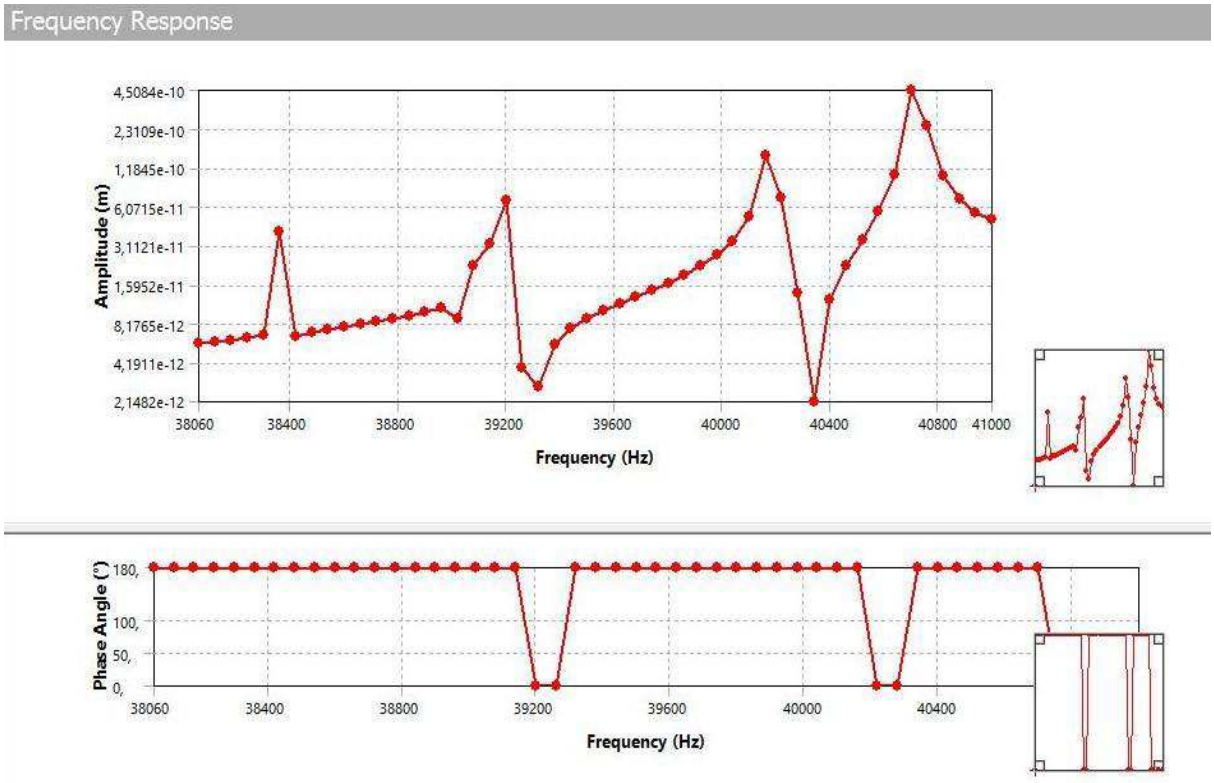
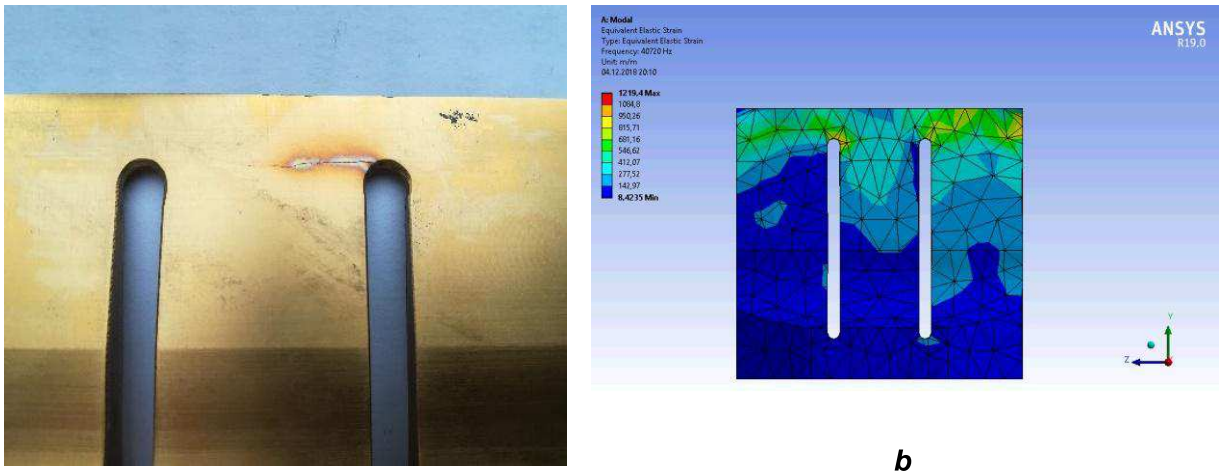


Рисунок 2 - Амплитудно частотная и фазочастотная характеристики ультразвукового ножа

На рис. 3 представлена фотография ножа (рис.3 *a*) с образовавшейся на нем трещиной от воздействия небольшого цикла ультразвуковых колебаний (знакопеременных напряжений) и модель распределения напряжений в ноже (рис. 3 *b*), полученная методом конечных элементов.



a ***b***

Рисунок 3- Ультразвуковой нож; ***a***- фотография лезвия ножа с трещиной, ***b***- модель распределени механических напряжений в ноже

Как видно, место расположения трещины на режущей кромке ножа (рис. 3 *a*) соответствует максимальным напряжениям (рис. 3 *b*) на лезвии ножа, полученным методом конечныых элементов. Очевидно, что в этом случае, необходимо вместо титанового сплава ВТ6 выбрать другой сплав с более высокими прочностными характеристиками, материал которого сможет выдерживать длительное воздействие ультразвуковых колебаний, либо внести изменения в геометрию ножа для снижения механических напряжений, приводящих к возникновению и развитию трещин.

Литература

1. Schneider, Y., Zahn, S., and Rohm, H. (2011). Ultrasonic cutting of foods. In Ultrasound Technologies for Food and Bioprocessing, (eds.) Feng, H., Barbosa, G.V., Weiss, J. Springer, New York, NY.
2. . A. V. Stepanenko, H. Kim and P. P. Prokhorenko, Theory and Calculation of an Ultrasonic Waveguide with a Wide Output-Cross-Section, Russian Ultrasonics, pp 178-182, January 1979.
3. А. В. Абрамова. Анализ методов расчета и конструирования волноводных систем для ультразвуковых установок технологического назначения // Материалы. Технологии. Инструменты. – 2012. – т. 17. - №3 – С. 90-96.

УЛЬТРАЗВУКОВАЯ ПРОПИТКА ЭЛАСТИЧНОГО ШЛИФОВАЛЬНОГО ИНСТРУМЕНТА

Ковальчук Н.Л.[1,2]
[1] *Институт технической акустики НАН Беларуси,*
[2] *Витебский государственный технологический университет,*
г. Витебск, Республика Беларусь

Современный абразивный инструмент – это техническое приспособление, рабочая поверхность которого покрыта специальным зернистым составом, предназначенным для черновой обработки и шлифовки поверхностей, их очистки от лакокрасочного покрытия или загрязнений, заточки инструментов, резки прочных основ и решения некоторых других практических задач. Абразивный инструмент применяется в строительстве, ремонте кузовов автомобилей, прикладных ремеслах, машиностроении.

В связи с отсутствием в Республике Беларусь производства эластичного шлифовального инструмента его импорт достаточно велик.

В большинстве случаев отделочной обработки традиционными инструментами на эластичной основе реализуется резание обрабатываемых материалов хаотично расположенными зернами абразива. Это хорошо, так как выполняется среднестатистическая обработка определенным количеством зерен, участвующих в резании.

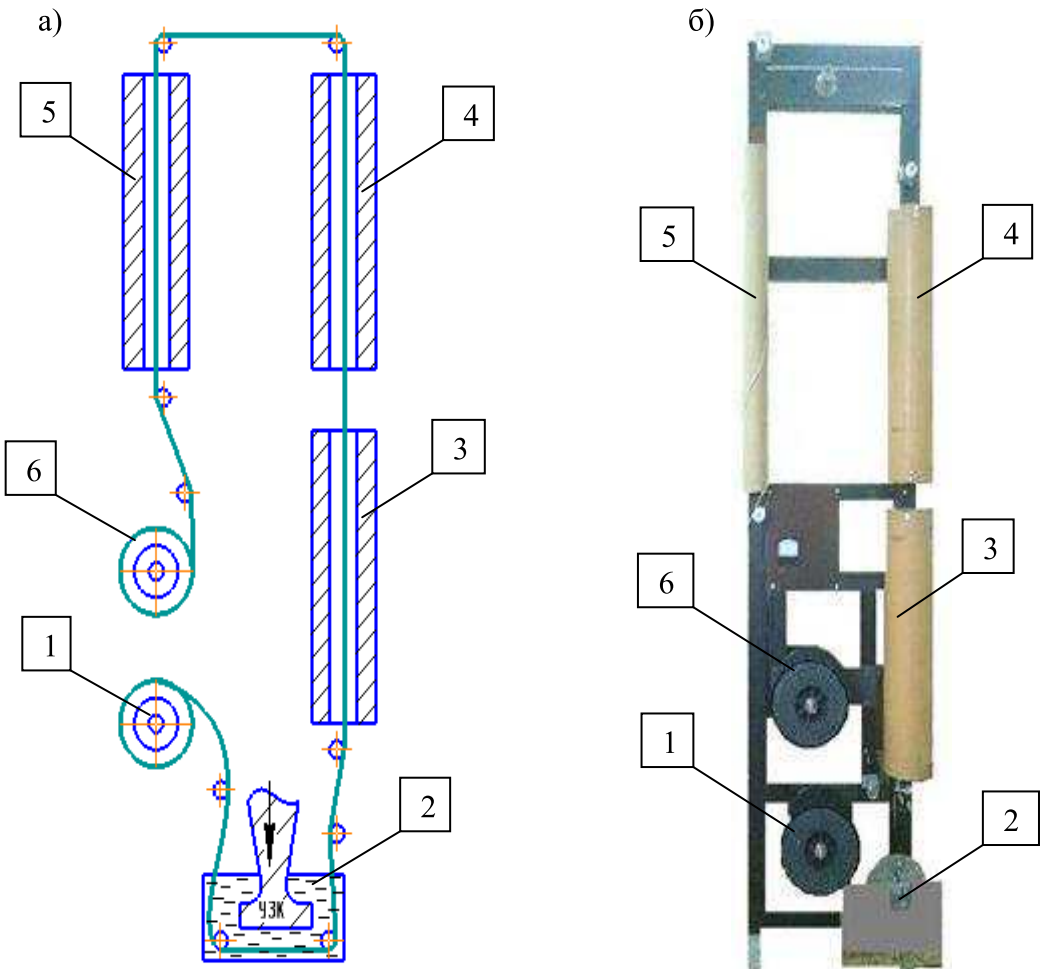
Известно, что ультразвуковые колебания интенсифицируют процессы, происходящие в жидкой среде: очистку, обезжиривание, механоактивацию, диспергирование и др. С этой точки зрения представляет интерес использование ультразвуковой обработки для интенсификации нанесения абразивного порошка на эластичную основу.

Технология получения эластичных шлифовальных шнуров и лент, разработанная на базе Института технической акустики НАН Беларуси (рисунок 1), включает следующие этапы: пропускание заготовки технического шнура через емкость с абразивным и связующим веществами, к которой подводятся ультразвуковые колебания, термообработка (сушка) при температуре 350°С, намотка готового эластичного шлифовального инструмента на приемную катушку.

Заготовкой для получения гибкого абразивного шнура могут быть технические шнуры на полимерной либо тканевой основе. Диаметры шнуров выбираются в зависимости от назначения и вида обрабатываемой поверхности. В данном случае использовался технический шнур на тканевой основе диаметром 1,5 мм.

При получении опытных образцов по разработанной технологии использовали ультразвуковой генератор УЗДН-2Т с частотой ультразвуковых колебаний 22 кГц и амплитудой на торце концентратора 15÷20 мкм.

В качестве абразивного вещества использовался электрокорунд Al_2O_3 дисперсностью 50 мкм. Повышению долговечности инструмента будет способствовать применение эластичных связок, обладающих высокой адгезионной способностью к наполнителю, способных выдерживать без разрушения, перемещения абразивного зерна до половины их размера.



1,6-катушка; 2-емкость с абразивным и связующим веществами; 3,4,5-печи для термообработки
Рисунок 1 – Технологическая схема (а) и вид экспериментальной установки (б) для получения гибкого шлифовального шнура

Прочностные характеристики полученного с применением ультразвуковых колебаний (УЗК) абразивного шнура (рисунок 2) на тканевой основе представлены на диаграмме (рисунок 3).

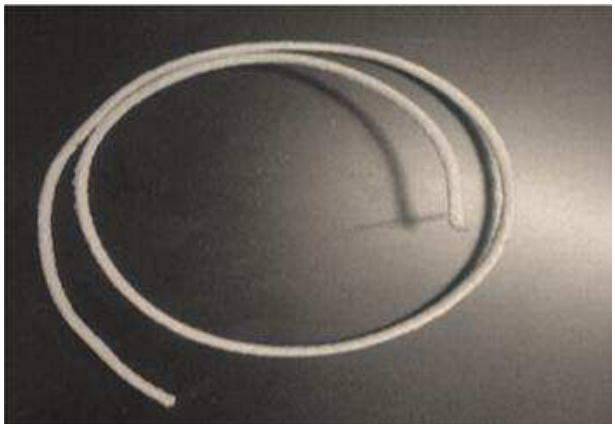
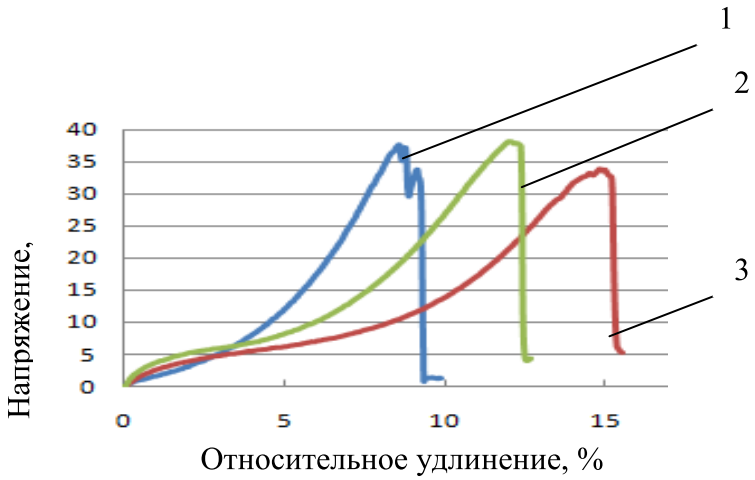


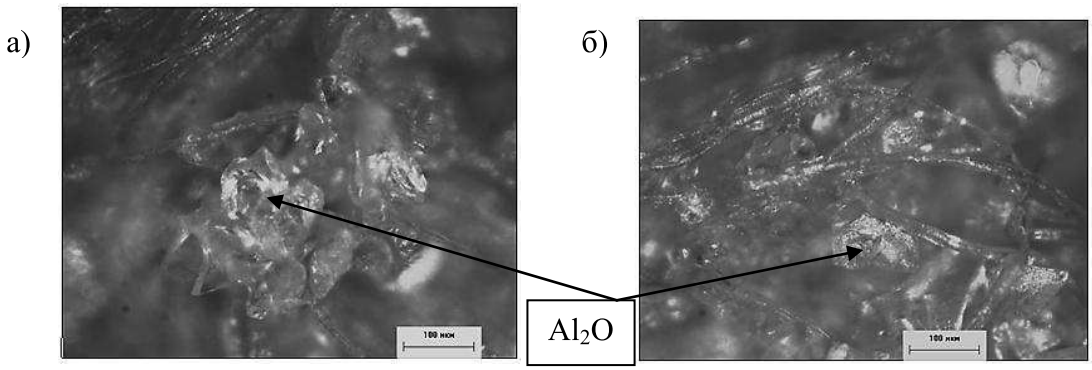
Рисунок 2 – Внешний вид гибкого абразивного шнура



1-исходный;
2-обработанный абразивным составом без применения УЗК;
3- обработанный абразивным составом с применением УЗК
Рисунок 3 – Диаграмма растяжения абразивного шнура

Из диаграммы видно, что напряжение на разрыв у образца, полученного с применением УЗК, несколько ниже, чем у других образцов, а относительное удлинение выше.

Микроструктура образцов гибкого абразивного шнура показывает, что при ультразвуковой обработке (рисунок 4 б) абразивные частицы Al_2O_3 более равномерно распределены по поверхности шнура и более дисперсны, т.е. не имеют крупных агломератов (рисунок 4 а).



а-обработанный абразивным составом без применения УЗК;
б- обработанный абразивным составом с применением УЗК
Рисунок 4 – Микроструктура абразивного шнура

Таким образом, можно сделать вывод о том, что при нанесении абразива без применения УЗК частицы Al_2O_3 оседают на поверхности шнура и фиксируются за счет клеевого состава. Наложение УЗК приводит к распределению частиц абразива по поверхности шнура и внедрению их между нитями, и, как следствие, к разрыву некоторых отдельных нитей за счет острых кромок абразива, что подтверждается снижением напряжения на разрыв полученных образцов.

ВЛИЯНИЕ УЛЬТРАЗВУКОВОЙ МЕХАНОАКТИВАЦИИ ШУНГИТА НА ПРОЧНОСТЬ МЕЛКОЗЕРНИСТЫХ БЕТОНОВ

[1,2]Рубаник В.В., [1,2]Шилин А.Д., [1]Рубаник В.В. мл., [3] Шилина М.В., [2]Рубаник О.Е., [4] Волочко А.Т.

[1]ГНУ «Институт технической акустики НАН Беларуси», г. Витебск,
[2]УО «Витебский государственный технологический университет», г. Витебск,
[3] УО «Витебский государственный университет им. П.М. Машерова», г. Витебск.
[4] ГНУ «Физико – технический институт НАН Беларуси», г. Минск

В данной работе был использован шунгит Зажогинского месторождения (п.Толвуя, Республика Карелия), имеющий следующий химический состав: мас. %: SiO_2-57; TiO_2 - 0,2; Al_2O_3-4; FeO - 2,5; MgO-1,2; CaO-0,3; Na_2O-0,2; K_2O-1,5; S-1,2; C- 30; H_2O. Первый образец шунгита подвергался помолу в вибромельнице в течение 3 ч, второй образец – после помола в вибромельнице в течение 3 ч был подвергнут дополнительной ультразвуковой обработке (УЗО) в течение 10 мин. И тот и другой шунгит вводили в раствор суперпластификатора С3 (ТУ BY 190669631.009-2011, ООО Фрэймхаустрэйд, Минск) в воде. Полученные суспензии использовали в дальнейшем в качестве жидкости затворения цементно-песчаных смесей.

Перед затворением бетонов было изучено распределение частиц шунгита в водном растворе С3 и определено время отстаивания полученных суспензий. Однородность частиц в перемешиваемых шунгитовых суспензиях определяли с помощью автоматического фотоседиментометра ФСХ-4 (Россия) (таблица 1).

Таблица 1 - Распределение частиц шунгита (%) в водных растворах С3

Диаметр частиц, мкм	Сразу после смешивания		Через 4 ч после смешивания		Через 7 суток после смешивания	
	без УЗО	с УЗО	без УЗО	с УЗО	без УЗО	с УЗО
3	69,5	68,1	54,5	82,7	24,4	75,8
5	68,3	49,6	48,7	80,3	19,6	69,5
7	67,9	47,2	47,2	80	2,6	67,2
10	67,4	45,9	45,9	79,6	0	64,5
14	66,7	44,7	45,1	78,9	0	61
20	65,6	43	43,9	78	0	58,9
28	64,1	40,5	42,3	76,6	0	56,3
40	61,7	36,6	39,7	74,5	0	54,2
63	56,9	30,4	34,7	70,1	0	50,2
100	48,8	20	26,2	62,4	0	43,2
140	39,7	8,3	16,8	53,4	0	35,2
180	30,1	0	8,5	43,8	0	26,8
250	0	0	0	0	0	0

О кинетической устойчивости судили по времени расслоения суспензий и толщине отстоявшегося слоя. Установлено, что суспензия без УЗО шунгита, сразу после введения в водный раствор C_3 расслаивается, т.е. она седиментационно неустойчива. После УЗО размеры частиц шунгита уменьшаются (таблица1). Однако суспензии, содержащие обработанный ультразвуком шунгит, сразу после введения в воду также характеризуются неустойчивостью и быстрым отстаиванием.

Через 4 часа нахождения в контакте шунгита с водными растворами С3 наблюдается небольшое увеличение размера частиц шунгита, обработанного ультразвуком, то есть УЗО способствует не диспергирующему, а флоккулирующему эффекту частиц шунгита в водных растворах С3.

Интересный факт был зафиксирован для суспензий, в которых необработанный шунгит находился в контакте с суперпластификатором в течение 7 суток. Через 7 суток выдерживания шунгита фиксировалось существенное снижение размера его частиц (таблица 1), при этом содержание частиц размером более 3 мкм уменьшалось в 2 раза, до 24 %. Изучение поведения частиц шунгита при длительном контакте с водными растворами нафталинсульфонового суперпластификатора, а также исследование поведения в портландцементных составах суспензий, длительно хранившихся до введения в бетоны, имеет практическое значение ввиду длительности процесса получения бетонов.

Суспензии шунгита в водном растворе С3, сразу после его введения, были использованы в качестве жидкостей затворения цементно-песчаных смесей, полученных при смешивании добавочного портландцемента марки М 500 Д 20, произведенного на Белорусском цементном заводе, г. Костюковичи, РБ (ГОСТ 10178-85) с песком (использован песок, высушенный до постоянной массы и отсеянный до фракций 0,16 – 3 мм 1 класса карьера «Крапужино», Логойского района). Массовое соотношение «цемент/песок» составляло 1:1,5, водоцементное соотношение - 0,36. Цемент характеризовался коэффициентом нормальной густоты – 0,273, плотностью зерен 3200 – 3250 кг/м^3, удельной поверхностью – 300 – 330 м ^{2}/кг (ГОСТ 310.3). Песок имел модуль крупности 2,2, среднюю плотность 2650 кг/м^3, плотность в виброуплотненном состоянии 1746 кг/м^3, водопоглощение – 0,66%. удельную поверхность 8,9 м^2/кг.

После затворения цементно-песчаных смесей суспензиями шунгита в водных растворах суперпластификатора С3, содержание шунгита в пластифицированном бетоне варьировалось в пределах 0,5-7 % от массы цемента. Для оптимизации шунгитосодержащих составов, с помощью стандартных гостированных методик исследованы некоторые свойства полученных цементно-песчаных растворов и бетонов на их основе.

Сроки схватывания и нормальная густота цементно-песчаных смесей (ЦПС) при температуре 20 ^{0}С определены с помощью прибора Вика по ГОСТ 310.3-76. Нормальная густота ЦПС составляла - 27,3%, начало схватывания – 150–170 мин, окончание – 240–250 мин. Присутствие шунгита в портландцементных составах способствовало повышению плотности цементного теста. По этой причине были определены воздухововлечение и плотность ЦПС. Значения воздухововлечения при введении различного количества шунгита варьировались в пределах 6 - 11,6 %.

Для определения плотности и прочности при сжатии мелкозернистых бетонов из ЦПС формовали кубы размером 2 х 2 х 2 см и отверждали их в нормальных температурно–влажностных условиях (T = 20 ± 2^{0}С, относительная влажность - 80–90 %). Далее образцы подвергали испытаниям в соответствии с ГОСТ 12730.1-78 (определение плотности) и ГОСТ 10 180-90 (определение прочности при сжатии). При этом значения $\sigma_{сж}$ определяли как на ранних стадиях твердения бетонов (через 1 и 3 суток), так и через 7 и 28 суток твердения. В обоих методах определялось среднее арифметическое по шести значениям указанных показателей образцов. Коэффициенты вариации плотности и прочности бетонов составляли, соответственно, ± 2,5 % и ± 3,5 %. Величины плотности шунгитосодержащих бетонов изменялись в пределах 1,95-2,17 г/см^3, прочность при сжатии в 28 суточном возрасте в интервале 26-52 МПа. Свойства образцов бетонов, полученных при введении в них различного количества шунгита без УЗО и подвергнутого ультразвуковой обработке, приведены на рисунке 1.

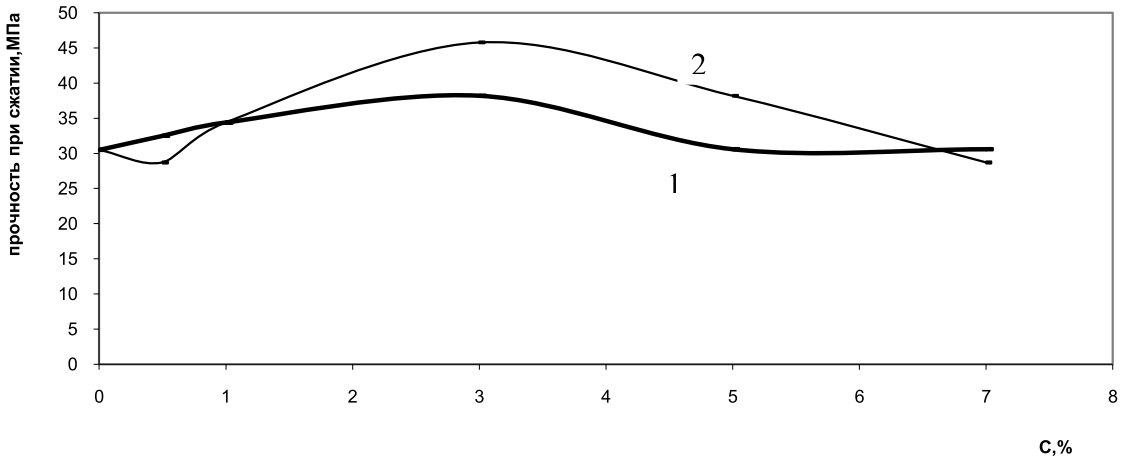


Рисунок 1- Зависимость прочности бетона от содержания шунгита в 7 – суточном возрасте: 1- шунгит без УЗО, 2 - шунгит после УЗО.

На ранней стадии твердения бетонов, модифицированных шунгитом, не было выявлено различий между поведением бетонов, содержащих обработанный и необработанный шунгит. При введении до 1 % шунгита прочность на сжатие ($\sigma_{сж}$) снижалась, в среднем, на 12 %, с увеличением содержания шунгита более 1%, она увеличивалась на ~ 15 %. Более существенные различия наблюдались для образцов, обработанных и необработанных ультразвуком через 7 суток твердения. При использовании шунгита обработанного прочность повышалась по сравнению с ненаполненными бетонами на 50 % (рис. 1, кр. 2) (максимум при содержании шунгита -3%), необработанного шунгита – на 25 % (рис. 1, кр. 1).

Значительное повышение прочности цементного камня с шунгитом можно объяснить с позиций взаимодействия тонкодисперсного шунгита с продуктами гидратации цемента и образованием кристаллов гидрокарбоалюминатов кальция, которые могут служить «зародышами кристаллизации» и эпитаксической подложкой для формированиия новых соединений. В результате этого, в портландцементных системах формируются водонерастворимые кристаллогидраты, которые являются частью структуры бетона, уплотняют ее, заполняют поры, капилляры, трещины бетона, а также препятствуют фильтрации воды даже при наличии высокого гидростатического давления.

ТЕХНОЛОГИЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ TiNi СТЕНТ-ГРАФТОВ

[1]Минченя В.Т., [1]Пронько Е.В., [2]Рубаник В.В.
[1]РИУП «Научно-технологический парк БНТУ "Политехник», г. Минск,
[2]ГНУ «Институт технической акустики НАН Беларуси», г. Витебск
ita@vitebsk.by

Материалы, обладающие эффектом памяти формы (ЭПФ), находят все более широкое практическое применение в медицине. Уникальные функциональные свойства материалов с памятью формы позволяют использовать малоинвазивные методы лечения, новые медицинские технологии и методы хирургического лечения. Функциональные и физико-механические свойства этих материалов значительно зависят от структуры и химического состава, что позволяет использовать их для регулирования свойств за счет внешнего энергетического воздействия. Зачастую, использование принципов управления функциональными свойствами материала с памятью формы невозможно применить к конечному изделию. Это может быть связано как с размерами изделия, так и желанием запрограммировать части изделия на разное поведение при изменении внешних условий, например, при реализации «бегущего» эффекта памяти формы в протяженных изделиях при ультразвуковом воздействии. Задание необходимых свойств при формообразовании конечного изделия из сплава с памятью формы позволит решить актуальную задачу производства отечественных изделий медицинского назначения на основе материалов с ЭПФ [1].

Среди материалов, обладающих эффектом памяти формы, никелид титана (TiNi) является одним из наиболее востребованных материалов, что обусловлено высокими механическими и функциональными свойствами, коррозионной стойкостью и биосовместимостью. Способность восстанавливать большие деформации позволяет использовать проволоку из никелида титана для изготовления стент-графтов эндопротез, который применяется при лечении аневризмы аорты) (рисунок 1).

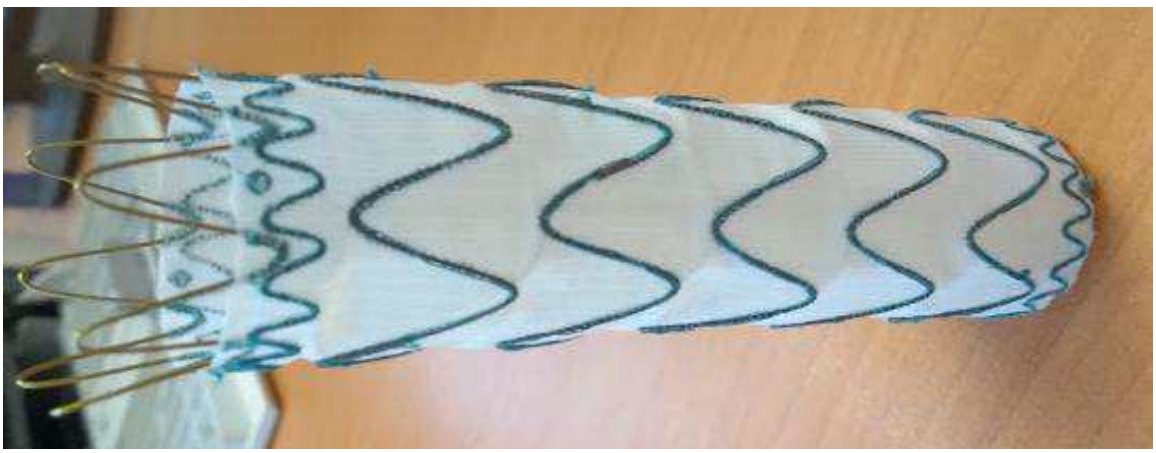


Рисунок 1 - Вид стент-графта

Каркас из проволочных пружин никилида титана служит для придания жесткости изделию (стент-графту). Пружины каркаса навиваются на специальную оснастку (рисунок 2) и термофиксируются при высокой температуре.

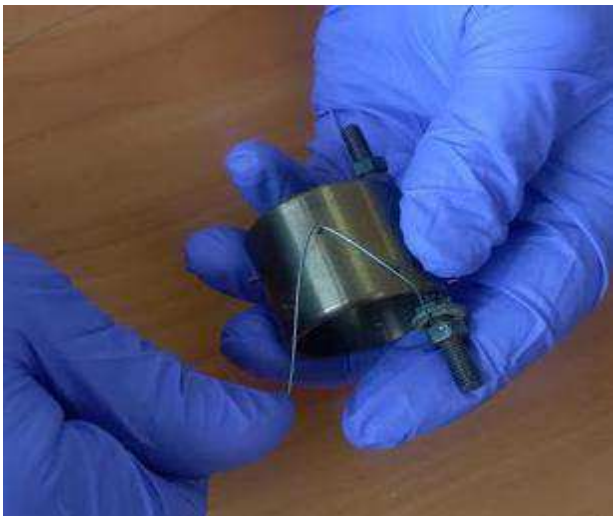


Рисунок 2 - Навивка проволоки никилида титана на оснастку

За счет навивания проволоки никилида титана на специальную оправку и термофиксации происходит задание формы (рисунок 3).

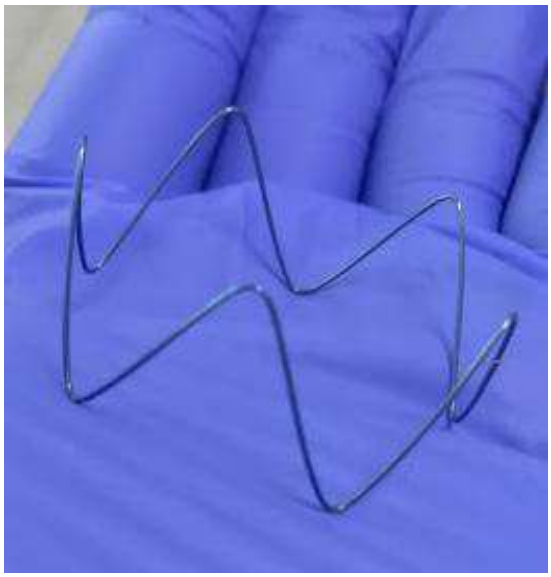


Рисунок 3 -- Вид TiNi пружины стент-графта

Затем TiNi пружины с помощью хирургической нити крепятся к трубчатой тканевой основе (рисунок 1). Тестирование стент-графтов на радиальную упругость с помощью машины Submersible Radial Force Tester – MSI RX650 позволило рекомендовать данную разработку к медицинскому применению в Республике Беларусь.

Литература.

[1] Формообразование изделий медицинского назначения из нитинола / В. В. Рубаник, В. Т. Минченя, В. В. мл. Рубаник // 60 Международная научная конференция "Актуальные проблемы прочности": материалы конференции, Витебск, 14-18 мая 2018 года / УО "ВГТУ". - Витебск, 2018. - С. 567-568.

УПРУГО-СИЛОВЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ КОЛОРЕКТАЛЬНОГО TiNi СТЕНТА

[1]Рубаник В.В.мл.,[1]Ужекина А.Н.,[2]Матвеев А.К., [1]Рубаник В.В., [2]Дородейко В.Г., [3]Денисенко В.Л., [3]Бухтаревич С.П

[1]ГНУ «Институт технической акустики НАН Беларуси», г. Витебск, Республика Беларусь

[2]ЗАО «Медицинское предприятие «Симург», г. Витебск, Республика Беларусь

[3]УЗ «Витебский областной клинический специализированный центр», г. Витебск, Республика Беларусь

ita@vitebsk.by

Работа стентов из TiNi сплава основана на эффекте сверхупругости, позволяющем в исходном состоянии заправлять изделие в систему доставки, а после извлечения из нее под воздействием радиальной силы восстанавливать первоначальную форму поврежденным органам. Естественно, ключевым функциональным параметром стентов является радиальная упругость, определяемая, как ответная реакция на деформирование изделия в поперечном направлении. При этом термообработка играет [1-3] определяющую роль в технологии изготовления стентов и, обеспечивая задание формы, обеспечивает и требуемые упруго-силовые характеристики изделию. Проведенные ранее исследования показали, что оптимальным режимом является отжиг при 530°С в течение 30 мин.

Целью работы являлось исследование упруго-силовых характеристик колоректальных TiNi стентов и оптимизация геометрии изделия за счет режимов термообработки.

Для изготовления стентов использовали проволоку никелида титана диаметром 0,26 мм марки ТН-1, выпускаемую ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ» (г. Москва). Для оценки упруго-силовых характеристик изготовленных стентов использовалась методика измерения радиальной упругости внутрисосудистого стента ГОСТ Р52732-2007 «Внутрисосудистые стенты. Технические требования» [4]. Испытания проводили при достижении значения деформации 50% первоначального диаметра изделия. Ориентировались при этом на показатели радиальной жесткости (упругости) импортных аналогов, лежащих в диапазоне от 0,045 до 0,12 Н/мм.

Для решения данной задачи была разработана 3D-модель стента (рис. 1) и 3D модель оправки. Моделирование позволило определить оптимальные габариты стента, размеры ячейки и угол наклона проволоки при вершине ячейки.

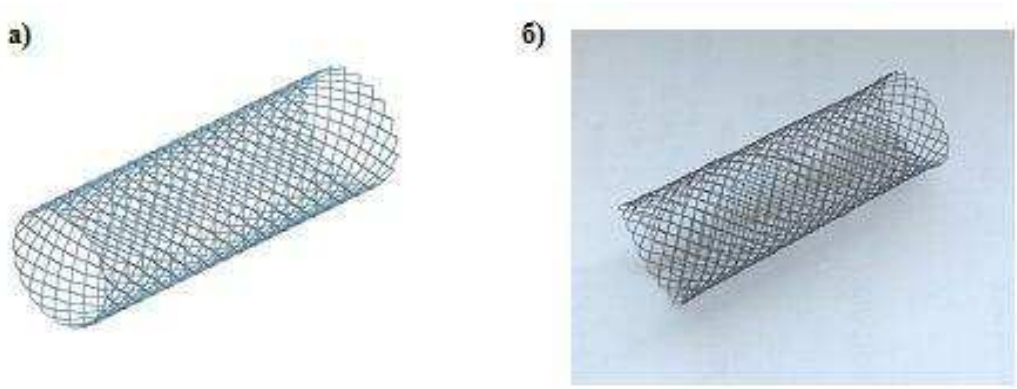


Рисунок 1 – 3D-модель (а) и вид готового образца колоректального стента (б)

Использование разработанной оправки позволило изготовить образцы колоректальных стентов с радиальной упругостью от 0,05 до 0,06 Н/мм, что выше соответствующего значения для стента «Hanaro» (Ю. Корея).

Технологический процесс получения стентов предусматривает ряд последовательных отжигов: перед плетением стента с целью повышения

пластичности, на оправке с целью придания стенту цилиндрической формы, для придания чашеобразной формы (рис.2).

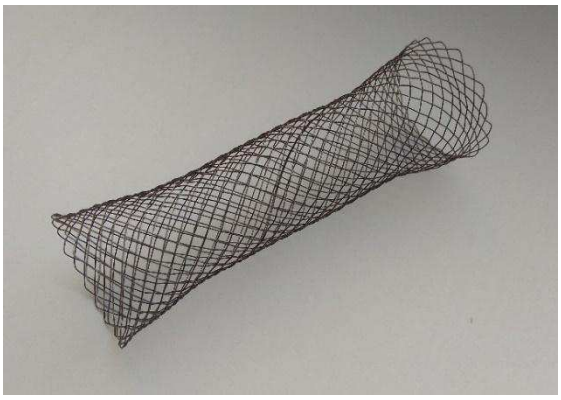


Рисунок 2 – Вид колоректального стента после отжигов

В качестве доставки колоректального стента (рис.3) использовали колоноскоп [5].

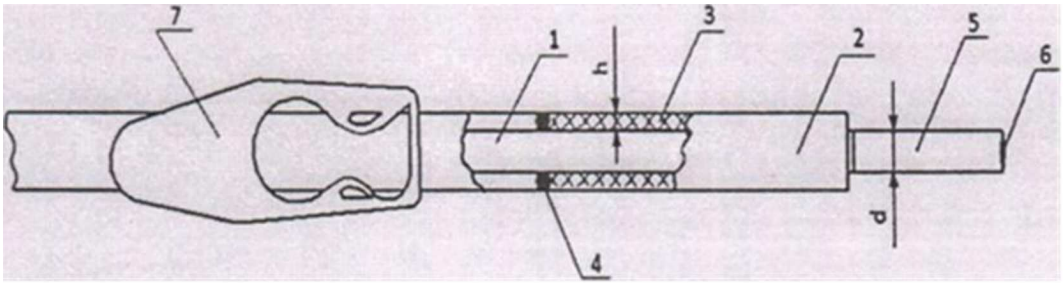


Рисунок 3 – Устройство доставки стента.

Заправка стента и его установка осуществляется следующим образом. Стопорное кольцо 4 крепится на гибкой части колоноскопа 1 с возможностью перемещения вдоль нее в зависимости от длины стента 3 таким образом, чтобы при заправке стента 3 он не выходил за пределы управляемой части колоноскопа 5. Затем на гибкую часть колоноскопа 1 и стопорное кольцо 4 натягивается полимерная трубка 2 с внутренним диаметром $D \geq d + 2h$, где d - внешний диаметр гибкой части колоноскопа 1, h - толщина стенки колоректального стента 3, так, чтобы управляемая часть колоноскопа 5 была свободна. Далее стент 3 заправляется в полимерную трубку 2 таким образом, чтобы гибкая часть колоноскопа 1 находилась внутри стента 3 и тем самым являлась направляющей. В процессе введения устройства внутрь человеческого тела и продвижения колоноскопа к необходимому участку полимерная трубка 2 удерживает стент 3, данная процедура контролируется при помощи видеокамеры, расположенной на дистальном конце колоноскопа 6. Тем самым обеспечивается точность установки колоректального стента. В момент непосредственного нахождения стента 3 в области стеноза путем перемещения полимерной трубки 2 в направлении ручки колоноскопа, осуществляется его поэтапное высвобождение из полимерной трубки 2 и полное раскрытие. Правильность установки стента 3 контролируется с помощью видеокамеры, расположенной на дистальном конце колоноскопа 6. Зажим 7 позволяет фиксировать до момента высвобождения стента 3 все составляющие устройства доставки.

На разработанные колоректальные стенты получены Технические условия Республики Беларусь и налажено их производство на базе Института технической акустики Национальной академии наук Беларуси.

Список литературных источников

1. ГОСТ Р 52732-2007. Внутрисосудистые стенты. Технические требования. – Введ. 2007-06-29. – Москва: станлартинформ, 2007. – 10 с.

2. Рубаник В.В., Рубаник В.В. мл., Легкоступов С.А. Влияние термической обработки на механические свойства колоректального стента. / Физическое материаловедение: VII Межд. школа элементами научн. школы для молодежи (Тольятти, 31 января – 5 февраля 2016 г.): сб. конкурсных докладов / отв. ред. А.Ю. Виноградов, Д.Л. Мерсон. – Тольятти: изд-во ТГУ, 2016. – с. 289-293.

3. Рубаник В.В., Денисенко В.Л., Рубаник В.В. мл., Легкоступов С.А., Бухтаревич С.П. / Влияние термообработки на деформационное поведение TiNi проволоки для колоректальных стентов «Актуальные проблемы физического материаловедения сталей и сплавов»: XXIII Уральская школа металловедов-термистов, посв. 100-летию проф. А.А.Попова (Тольятти, 2-6 февраля 2016 г.); «Физическое материаловедение»: VII Межд. школа с эл-ми научн. школы для молодежи (Тольятти, 31 января – 5 февраля 2016 г.): сб. мат-ов / отв. ред. А.А. Викарчук, Д.Л. Мерсон. – Тольятти: изд-во ТГУ, 2016. – с. 122-124

4. Рубаник В.В., Рубаник В.В.мл., Легкоступов С.А., Денисенко В.Л. Технология обработки никелида титана для получения колоректальных стентов – 96-97с. Минск 2015г. III Международная научно-практическая конференция «Инновационные технологии, автоматизация и мехатроника в машино- и приборостроении». Изд. БНТУ

5. Устройство доставки колоректального стента: патент 22342 Респ. Беларусь: A 61F 2/95 (2006.01) / В.В.Рубаник, В.В.Рубаник мл., В.Л.Денисенко, С.П.Бухтаревич, Ю.М.Ганн, С.А. Легкоступов ; дата публ.:30.10.2017.

SOLIDIFICATION PATH OF CAST IRON ALLOYED WITH 9.0%AL

Nofal[1] **A.**, **Rezk A, Sobhy N.**
Central Metallurgical R&D Institute (CMRDI)
E-mail: adelnofal@hotmail.com

Abstract. This paper aims at developing a new family of cast iron containing up to 9.0% aluminum. This Al-content was chosen as oxidation resistance of cast iron sharply increases at 6 – 8 % Al.

However, the application of these alloys has been limited due to their white structure with excessive complex iron- aluminum carbide formation in the microstructure which renders the material rather brittle, hard and unmachinable. This study is a trial to decrease the hardness and improve the machinability of the alloy through the reduction of carbide formation in its microstructure .

Alloying with 9% Al resulted in the formation of complex iron – aluminum κ-carbides with the formula $Fe_3AlC_{0.6}$. The structure was sensitive to Si – content, cooling rate, inoculation with Ca – rich inoculant as well as alloying with 1.0% copper. Differential thermal analysis as well as repeated quenching from different temperatures were used to study the solidification behavior of this alloy. Alloys containing up to 3.5% Si solidified with the complex carbide formed as primary phase. Inoculation with CaSi and alloying with 1% copper suppressed the primary carbide formation and solidification starts with primary austenite crystals. The solidification of alloys containing up to 3.5% Si ends with the invariant 5 – phase reaction: L + κ → γ + a + G. With increasing Si – content to 5.0% the alloy solidifies through one eutectic reaction: L → a + G and ferrite together with graphite are the only existing phases down to the room temperature.

УЛЬТРАЗВУКОВЫЕ ТЕХНОЛОГИИ В РЕСПУБЛИКЕ БЕЛАРУСЬ

Клубович В.В., Рубаник В.В.
Институт технической акустики НАН Беларуси, Витебск, Беларусь
ita@vitebsk.by

Ультразвуковые технологии, основанные на использовании энергии ультразвуковых колебаний (УЗК), занимают важное место среди высоких технологий, так как позволяют интенсифицировать, усовершенствовать многие технологические процессы, при этом ультразвуковое оборудование характеризуется небольшими массогабаритными показателями, малым энергопотреблением и достаточно высоким КПД. В настоящее время невозможно представить какую-либо отрасль народного хозяйства, медицины, науки, где не использовался бы ультразвук: от ультразвуковой дефектоскопии до энергетического воздействия на различные физико-механические, химические и иные процессы. Необходимо отметить, что значительный вклад в развитие ультразвуковых технологий и фундаментальных основ ультразвука, несомненно, внесли белорусские ученые.

Результаты фундаментальных исследований по физической акустике изложены в монографии Ф.И. Федорова. «Теория упругости волн в кристаллах»(1965), за которую ему присуждена Государственная премия БССР (1972) послужили основой для успешных исследований по акустике.



Ф.И. Федоров



Е.Г. Коновалов

Под руководством академика Е.Г. Коновалова созданы методики и аппаратура для исследований прочности материалов в ультразвуковом поле при испытаниях на растяжение, кручение, ползучесть и ударную вязкость Им же открыто явление интенсификации движения жидкости по капилляру при воздействии на стенки последнего ультразвуковых колебаний.

Под руководством академика В.П. Северденко исследовано влияние ультразвуковых колебаний на характер пластической деформации. За разработку научных основ использования мощного ультразвука в механических процессах обработки материалов ему вместе с Клубовичем В.В. и Степаненко А.В. была присуждена Государственная премия БССР (1984).

Под руководством академика Клубовича В.В. и академика Степаненко А.В. проведены фундаментальные исследования влияния ультразвука на физико-механические свойства металлов и сплавов. Разработаны и внедрены технологические процессы обработки и гидропрессования металлов, непрерывного формования металлических порошков и гранул с ультразвуком. Созданы научные основы использования ультразвука для управления процессом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза.



В.П. Северденко



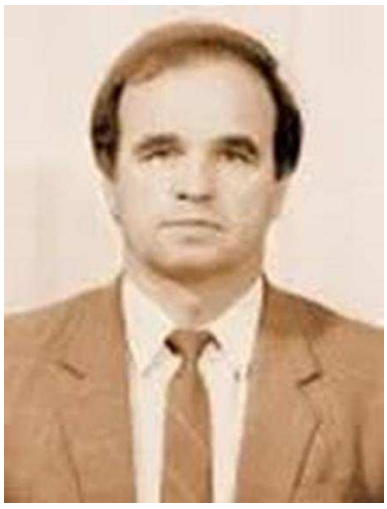
П.П. Прохоренко

Под руководством Г.Е. Коновалова, а затем академика П.П. Прохоренко разработана физическая модель и изучены свойства магнитных жидкостей которые послужили основой для создания магнитожидкостных электроакустических преобразователей для ультразвуковой дефектоскопии, акустических линз, оптоэлектронных магнитожидкостных систем, фундаментальным исследованиям по кавитационным явлениям.

Естественно, со временем усовершенствовалось ультразвуковое оборудование. На смену аналоговой пришла цифровая схемотехника. Пьезоэлектрические преобразователи практически вытеснили магнитострикционные.



В.В. Клубович



А.В. Степаненко

Появились новые научные и технологические направления: наноиндустрия, «Smart» материалы и др. Ультразвуковые технологии в настоящее время находят широкое применение в Республике Беларусь на промышленных предприятиях, учреждениях здравоохранения, научных исследованиях.

В БГУИР помимо фундаментальных исследований по физике мощного ультразвука, включая такие явления, как кавитация, ультразвуковой капиллярный эффект, звуколюминесценция, в том числе в суспензиях наночастиц, и при получении наноструктур ведутся и прикладные исследования по разработке методов измерений в мощных ультразвуковых полях, методов контроля и управления режимами ультразвуковых технологических процессов в жидкостях (рис.1).



Кавитометр



Звуколюминесцентная установка



Ультразвуковой диспергатор



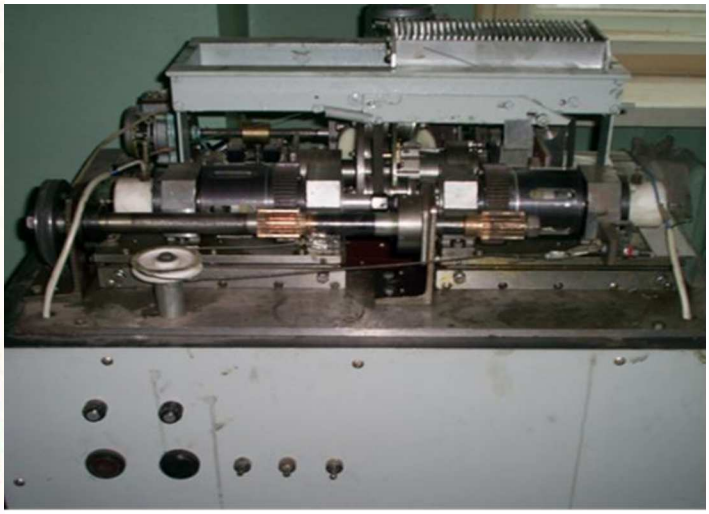
Ультразвуковой генератор

Рисунок 1 – Разработки БГУИР (https://www.bsuir.by)

В БНТУ разработаны ультразвуковые станки для производства распиловочных дисков, ведутся работы по использованию высокочастотных колебаний в технике и медицине, в частности разработан ультразвуковой стоматологический аппарат и технология для пломбирования каналов зуба. Совместно с РНПЦ "Кардиология" разработан новый метод и установка для ультразвукового разрушения тромбов с использованием гибких волноводных систем (рис.2).



Ультразвуковой станок
СУН 3435



Станок ультразвуковой для производства
распиловочных дисков



Генератор ультразвуковой
с акустической системой



Установка в операционном блоке



Акустическая система с гибкой волноводной системой





Ультразвуковые микроприводы, работающие в режиме управляемого резонанса с управляемой геометрией приводных элементов микроробота на основе сплава с эффектом памяти формы

Рисунок 2 – Разработки БНТУ (www.bntu.by)

ОАО «ПЛАНАР» разрабатывает и производит оборудование для формирования микросварных соединений методами ультразвуковой и термозвуковой сварки (рис.3).



Установка ультразвуковой сваркиЭМ-4450



Установка ультразвуковой сваркиЭМ-4020ПМ

Рисунок 3 – Разработки ОАО «ПЛАНАР» (www.planar.by)

В Белорусском государственном технологическом университете разработаны технология и оборудование для повышения эксплуатационных свойств флексографских фотополимерных печатных форм путем локального избирательного ультразвукового воздействия (рис.4).



Ультразвуковая установка для обработки
флексографских фотополимерных печатных форм

Рисунок 4 – Разработки БГТУ (https://www.belstu.by)

В Объединенном институте машиностроения Национальной академии наук Беларуси разработано оборудование и технология гиперзвукового нанесения покрытий с использованием ультразвуковых колебаний (рис.5).



Рисунок 5 - Терморасылитель установки ТЕРКО-2

В 2015 году на базе ИТА НАН Беларуси создан Республиканский центр ультразвуковых технологий, цель которого разработка новых высокоэффективных процессов и устройств обработки материалов, создание новых функциональных материалов для повышения качества производимой продукции, снижения себестоимости и повышения уровня безопасности производств с использованием мощного ультразвука. В институте ведутся работы по исследованию ультразвуковых процессов, разработке и созданию технологии и оборудования на протяжении более двадцати лет. Разрабатано и производится технологическое ультразвуковое оборудование промышленного и медицинского назначения мощностью от 50 до 2500 Вт, работающее на частоте 20,35 и 40 кГц. Оборудование является многофункциональным, что позволяет наряду со сваркой изделий из жестких термопластичных полимеров производить на нем сварку тканых и нетканых полотен, содержащих не менее 60% термопластичных волокон, ультразвуковые резку и тиснение. Разработанные технологии и оборудование внедрены на ряде предприятий Российской Федерации и Республики Беларусь (рисунок 6).









Установка для сварки светотехнических изделий автомобильной техники



Переносной аппарат для ультразвуковой сварки термопластичных материалов



Аппарат для сварки магистралей систем переливания крови



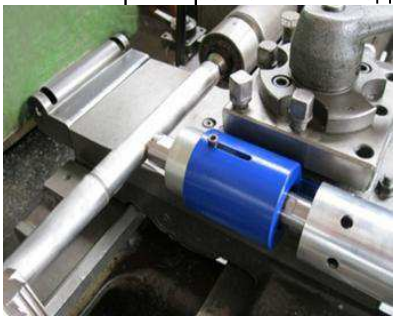
Оборудование для сварки рабочих колес погружных насосов



Установки ультразвуковой сварки картриджей для фильтров очистки воды



Ультразвуковая система для резки полотна различных полимеров



Ультразвуковая установка поверхностного упрочнения

Рисунок 6 – Разработки ИТА НАН Беларуси (www.itanas.by)

Учеными института проведены фундаментальные исследования по влиянию ультразвуковой обработке (УЗО) на наноструктурированные материалы на примере никеля, подвергнутого ровноканальному прессованию. Показано, что УЗО приводит к уменьшению размера зерна и увеличению внутренних напряжений в продольном сечении образцов, увеличению плотности дислокаций, а также к изменениям в их текстуре. В результате при неизменившемся пределе прочности удлинение до разрушения увеличивается на 8-9%, что более чем на четверть выше удлинения в исходном деформированном состоянии.

Приоритетные научные результаты получены в области термоупругих мартенситных фазовых превращений. Впервые обнаружено увеличение напряжения течения TiNi при ультразвуковом воздействии в интервале температур обратного мартенситного превращения при активной изотермической деформации («аномальный» эффект Блага-Лангенекера) и показано, что за счет энергии ультразвуковых колебаний возможно инициировать не только эффект памяти формы (ЭПФ), но и генерацию реактивных напряжений, обратимую память формы и другие эффекты мартенситной неупругости. Более того, с помощью УЗК впервые удалось задавать необходимую форму сплавам ЭПФ. Эти разработки в области физического металловедения были отмечены Почетной медалью имени академика Г.В. Курдюмова (Российская Федерация).

Все это подтверждает, актуальность и перспективность работ в области ультразвуковых технологий в Республике Беларусь.

АВТОРСКИЙ УКАЗАТЕЛЬ

Al-Sandoqachi M.Kh.A. 439
Arbab Chirani S. 349
Boiko Yu.M. 127
Ebel A.A. 439
GorokhovaE.I. 532
Helbert G. 349
Нго Нгок Ха 497, 499
Нгуен Хоанг Тхань 497
Maniks J. 532
Marikhin V.A. 127
Mayer A.E. 439
Metlov L.S. 145
Moskalyuk O.A. 127
Muktepavela F. 532
Myasnikova L.P. 127
Nofal A. 490, 661, 679
Palani I.A. 293
Rezk A. 679
Rodnyi P. 532
Sobhy N. 679
Zabels R. 532
Zakharov A.Yu. 145
Zavorotnev Yu.D. 145
Аббасова С.И. 78
Автократова Е.В. 343
Агаркова Е.А. 133
Аглетдинов Э.А. 561
Алехина Ю.А. 211
Алёшин А. Н. 166, 285
Алимов И.А. 297
Анашкина Н.Е. 396
Андреев В.А. 155, 227, 263 292, 545, 550 558, 594
Анкудинов А.В. 35
Анохин А.С. 84
Антанович А.А. 50,196
Анциферова И.В. 5
Анчаров А.И. 176
Арутюнян А.Р. 341
Астафуров С.В. 455, 459
Астафурова Е.Г. 455, 459
Афанасьев М.А. 529
Ахметова Г.Е. 526
Бабенцова Л.П. 5
Бабура Д.В. 32
Багрец Д.А. 552
Баран Л.В. 207
Баранова А.П. 158
Барахтин Б.К. 282, 387
Бармин А.Е. 373
Басов С.В. 472, 478
Батасов А.В. 319
Беличко Д.Р. 449
Белов Н.А. 8
Белов Н.Н. 226
Беломытцев М.Ю. 123
Белоусов Н.Н. 555
Белоцерковский М.А. 658
Белугина Н.В. 576
Белявин К.Е. 111, 507
Беляев С.П. 250, 262, 263 290, 291, 292 293
Беляев Ф.С. 338, 417
Беляева А.И. 99
Бердник О.Б. 588, 633
Бетехтин В.И. 35, 270
Бледнова Ж.М. 655
Близнюк Л.А. 535
Блинова Е.Н. 328
Бобырь В.В. 282
Богомолов Д.И. 440
Боднарук А.В. 314
Бондарева С.А. 155, 227
Бондаренко В.Ф. 60
Борик М.А. 424
Бородавченко О.М. 466
Бородако К.А. 381
Босак Н.А. 207
Браиловский В. 487, 547 550, 565, 607
Брановицкий А.М. 57
Брилевский А.И. 624
Брюханова И.И. 449, 452
Будовских Е.А. 21
Букжелева Т.А. 251
Булойчик И.А. 601
Бунин И.Ж. 396
Бурховецкий В.В. 558
Бутенко П.Н. 35
Бухтаревич С.П. 676
Быбик М.С. 333
Быкова М.Б. 408
Валиев Р.З. 47, 245
Валуйская Л.А. 226
Вальков В.И. 314, 367
Васильев Е.В. 624
Васюков В.В. 236
Васюков В.М. 233

Ващенко И.М. 130
Велигжанин А.А. 211
Веремейчик А.И. 93
Вечер А.К. 346, 352, 364
Виноградов А.Ю. 230, 402
405, 529, 561, 624
Витязь П.А. 38, 120, 239
Внуков В. И. 394
Военнов А.В. 220, 223
Войтович А. П. 569
Волков А.Е. 338, 341, 349
417, 521, 594, 608
Волкова Г.К. 44, 449
Волкова Н.А. 608
Волкова Т.В. 133
Володько С.С. 297, 300, 630
Волочко А.Т. 100, 103, 490
661, 671
Воробей Р.И. 642
Воронов М.В. 440
Восмериков С.В. 120, 239, 279
Вуколов Е.А. 608
Высотина Е.А. 484
Вьюненко Ю.Н. 558, 594, 604
Гайдаш А.А. 361
Гайнутдинов Р.В. 576
Галинский М.К. 317
Галкин С.П. 547, 550
Галуза А.А. 99
Гангало А.Н. 44
Гилев М.В. 460
Гиляров В.Л. 35
Глазунова В.А. 248
Глезер А.М. 169, 211, 214
326, 327, 376, 607
Глушаков А.Н. 567
Гнесин Б. А. 394, 475
Гнесин И. Б. 394
Говор Г.А. 346, 352, 364
Головачёв С.Г. 472, 478
Головин Ю.И. 41
Головчан А.В. 367
Голубев Н.В. 421
Гольцов В.А. 148
Гольцова Л.Ф. 148
Гольцова М.В. 163
Гончарик С.В. 358
Горнакова А.С. 26, 41
Грапов Д.В. 364
Гребенюк Н.А. 264
Грибанов И.Ф. 367
Григорьев Г.В. 233
Григорьева Т.Ф. 38, 120, 239, 279
Громов В.Е. 11, 14, 17, 19, 21
Гувалов А.А. 78, 114
Гузилова Л.И. 200
Гундеров Д.В. 288
Гуров Д.А. 179
Гусев О.К. 642
Данейко О.И. 302, 305, 311
Даниленко И.А. 452
Данилов В.А. 611
Данюк А.В. 529
Девойно О.Г. 142
Девяткина Е.Т. 120, 239, 279
Дема Р.Р. 513
Дементьев В.А. 57
Демиденко О.Ф. 63
Демидова Е.С. 250, 290
Денисенко В.Л. 676
Джежора А.А. 617
Дильмиева Э.Т. 481
Дмитриевский А.А. 233, 236
Довгий В.Т. 314
Донат К. 63
Дородейко В.Г. 639, 676
Драгошанский Ю.Н. 66, 69, 72
Дресвянина Е.Н. 166
Дубинский С.М. 487, 543, 563
565, 607
Дунаев А.А. 538
Дьяконов Д.Л. 169
Дьяченко Ф.А. 446
Евард М.Е. 338, 341, 349
417, 608
Ермаков В.Л. 90
Ерофеенко В.Т. 60
Ефремова Н.Ю. 233
Жадько М.А. 370, 373
Жапова Д.Ю. 645
Жарин А.Л. 642
Желтов М.А. 242
Желтякова И. С. 391, 394
Живулько А.М. 63
Живулько В.Д., 466
Жигачев А.О. 236
Жигачева Д.Г. 233, 236
Жолнин А.Г. 259
Жорник В.И. 38
Жуков А.С. 282
Жуков О.П. 472, 478
Жукова Ю.С. 487, 541, 543, 563
Забелина Е.В. 408
Зайцев Д.В. 460

Запорожец В.Д. 367
Зголич И.А. 226
Зеленев В.М. 591
Зибров И.П. 81, 84, 273, 276
Зиятдинова М.З. 421
Зозуля Э.В. 373
Золотов А.Е. 242
Зубков А.И. 370, 373
Иванов А.М. 263
Иванова А.Б. 291
Иванькова Е.М. 166
Игнатьева Е.С. 421
Измоденова М.Ю. 460
Изобелло А.Ю. 100
Изотов А.И. 182
Ильющенко А.Ф. 32, 139, 137, 203
Кавалла Р. 609
Кадиров П.О. 543
Кадомцев А.Г. 270, 538
Казаневская И.Н. 185
Казарцева Е.А. 242
Казьмин А.А. 665
Какойченко С.Ю. 518
Калинов В. С. 569
Каманцев А.П. 294
Каменев К.В. 367
Кардаполова М.А. 142
Кардашев Б.К. 200
Карелин Р.Д. 227, 501, 545, 609
Кароза А Г. 207
Карпов М. И. 394, 475
Касимцев А.В. 297, 300, 630
Кашевич И.Ф. 576
Кийко В.М. 614
Кильман Г.В. 182
Киреева И.В. 419
Кириенко М.Ф. 538
Кириков С.В. 588
Киселева Т.Ю. 239
Китаева Д.А. 494
Клевцов Г.В. 47
Клевцова Н.А. 47
Клищенко Л.Д. 367
Клубович В.В. 680
Князян Н.Б. 636
Ковалева С.А. 38, 239
Ковалевская Т.А. 302, 305, 311
Ковалько М.С. 490
Ковальчук Н.Л. 668
Ковгар В.В. 421
Коджаспиров Г.Е. 319, 494
Кодиров У.Ш. 497
Кожевникова Г.В. 427,430
Кожушко В.В. 604, 621
Козлов Д.А. 158
Козлова А.П. 408
Козлова Н.С. 408
Колдин А.В. 513
Коледов В.В. 294, 333
381, 481, 627
Коленов И.В. 99
Колесенко В.М. 355
Колесников С.А. 50, 196
Колобов Ю.Р. 270
Колубаев Е.А. 459
Комаров В.С. 501, 545, 609
Комаров Ф.Ф. 573
Конева Н.А. 87
Конопацкий А.С. 487, 607
Константин В. 63
Константинов В.М. 322, 601
Константинов С.В. 573
Константинова Т.Е. 449, 452
Копылов В.И. 624
Корбит А.А. 193
Коржов В.П. 391
Коробкова А.А. 541, 563
Коротицкий А.В. 607
Короткова Н.О. 8
Корпала Д. 609
Корсуков В.Е. 35
Корсукова М.М. 35
Котельва Р.В. 148
Котишевский Г.В. 499
Кошкидько Ю.С. 481
Кравченко З.Ф. 314
Краснов М.Л. 510
Крещенко В.А. 370
Кривина Л.А. 588
Кривуленко Н.В. 203
Критченков А.С. 384
Критченков И.С. 384
Кругляков А.А. 158
Кругляшов А.А. 665
Крутько В.К. 361
Крымский С.В. 343
Кудря А.В. 497, 499, 526
Кудряшова А.А. 547, 550
Кузей А.М. 433, 636
Кузнецов П.А. 282
Кукареко В.А. 504
Куксгаузен Д.А. 419
Куксгаузен И.В. 419
Кулак А.И. 361

Кулебякин А.В. 424
Кулик Н.Н. 314
Кульбицкая Л.В. 361
Кульчицкий В.А. 361
Курилёнок А.А. 111
Курицына И.Е. 424
Курмашев В.И. 364
Кустов А.И. 591, 598
Лабецкий В.С. 661, 665
Лаврентьев М.Г. 440
Лазарук А.А. 93
Лайшева Н.В. 227
Лапина Т.А. 349
Лапковский А.С. 142
Ларин А.О. 346, 352
Ларькин В.Ф. 217
Латынина Т.А. 245
Латыпов О.Р. 513
Лашкова А.К. 576
Лебедева Н.В. 158, 387
Лебединский Ю.А. 57
Леванцевич М.А. 504
Леонович С. Н. 75
Лесота А.В. 552
Летко А.К. 535
Линдеров М.Л. 47, 624
Липатникова Я.Д. 226, 414, 443
Лихтенштейн И.Я. 248
Лобанов М.Л. 516
Лобачёв Н.Ю. 535
Логачев И. А. 394
Лоладзе Л.В. 449, 452
Ломонова Е.Е. 133, 424
Лосенко Д.С. 223
Лотков А.И. 645
Лукашевич К.Е. 547
Луцко В.Ф. 552, 661, 665
Луцко Н.И. 142
Лученок А.Р. 137, 139
Люльчак П.С 521
Люшкевич В.А. 358
Ляхов Н.З. 38, 120, 239, 279
Магонов С.Н. 469
Мазалов Д.Ю. 137
Майер Г.Г. 455, 459
Макаревич Г.В. 90
Макаров С.В. 523
Макарова Т.А. 555
Макушев С.Ю. 478
Малашенко В.В. 330
Малашенко Т.И. 330
Малашкевич Г.Е. 421
Малецкий А.В. 449
Малютина-БронскаяВ.В. 207
Мамедов А.Д. 114
Мамедова Г.А. 160
Манукян Г.Г. 636
Марков А.Б. 463
Маркова Г.В. 565, 630
Маркушев М.В. 343
Мартиросов М.И. 23
Марукович А.И. 54, 57, 108, 203
Масленников К.Б. 516
Матвеев А.К. 676
Матвиенко О.В. 308, 311
Махмудов Х. Ф. 189
Мащенко В.И. 484
Медведева А.Д. 169
Медведский А.Л. 23
Мейснер Л.Л. 446, 463, 586
Мейснер С.Н. 446
Мельников Е.В. 455, 459
Мерсон Д.Л. 230, 402, 405
529, 561, 611, 624
Мерсон Е.Д. 47, 230, 402, 405, 611
Метлов Л.С. 173
Мешков Е.И. 510
Мигель И.А. 591, 598
Милович Ф.О. 133, 424
Минченя В.Т. 267, 674
Минько Д.В. 507
Миронов Ю.П. 586
Митюк В.И. 367,469
Михайлов В.И. 314
Мозжаров С.Е. 576, 583
Моляров А.В. 123, 125
Морозов Е.В. 333, 627
Москалюк О.А. 166
Москвина В.А. 455, 459
Московский С.В. 11, 14, 21
Мостовая К.С. 484
Мудрый А.В. 466
Мурашкин М.Ю. 245
Мурзаев Р.Т. 399
Мусская О.Н. 361
Мызина В.А. 424
Мягких П.Н. 230, 402, 405, 611
Нарыкова М.В. 35, 270, 538
Науменко А.М. 617
Наумова Е.А. 153, 170
Неаксу Е.И. 63
Нейман А.А. 463, 586
Некит В.А. 510
Неумоин К.В. 472, 478

Николаев В.И. 200, 436
Николаев Е.В. 155
Никулин С.А. 158
Новиков А. Н. 569
Новохатская Н.И. 614
Носолев И.К. 449
Обидов Б.А. 35
Овчинников В.И. 185
Овчинников П.Н. 236
Оковитый В.А. 116
Орлова Т.С. 245
Осипов В.А. 32
Остропико Е.С. 341
Очков Д.С. 535
Павлов Е.А. 120
Панова Г.А. 158
Пантелеев К.В. 642
Пантелеенко А.Ф. 116
Пантелеенко Ф.И. 116
Панченко В.П. 440
Панченко Е.Ю. 425
Панченко М.Ю. 455, 459
Пацелов А. М. 566
Пацино Е.В. 364
Пережогин В.Ю. 526
Перкас М.М. 155, 227, 545
Пермякова И.Е. 328, 376
Перов Н.С. 211
Петрова-Буркина О.А. 652
Печников А.Е. 200
Пигалева И.Н. 47
Пилипчук Е.В. 504
Пилюгин В.П. 176, 566
Пименов Е.В. 478
Платов С.И. 510, 513, 516
Плотников В.А. 523
Победенная З.В. 419
Подболотов К.Б. 100, 103
Подгорный Д.А. 541
Поддубная Н.Н. 251
Подольский А.В. 664
Поклонов В.В. 419
Полонина Е. Н. 75
Полуянов В.А. 230, 402, 405
Полякова К.А. 597
Поникарова И.В. 290
Пономарев Т.С. 507
Попеску А.М. 63
Попов Н.Н. 217
Поротников Л.К. 220, 223
Пресняков Д.В. 217
Прокофьев С.И. 41
Прокошкин С.Д. 487, 543
545, 547, 550, 563
65, 597, 607, 609
Пронько Е.В. 674
Просвирнин В.В. 545
Просвиряков А.С. 151
Прохоров Д.В. 394, 475
Прохоров О.А. 203
Прядко А.И. 436
Пудов В.И. 66, 69, 72
Пульнев С.А. 436
Пустов Ю.А. 543, 563
Райченок Т.Ф. 207
Рахимов Т.М. 292
Реснина Н.Н. 250, 262, 263
290, 291, 292
293, 597
Римский Г.С. 469
Рогачев С.О . 151, 153, 155, 158
Розова Е.Ю. 166
Романов Д.А. 11, 14, 17
19, 21
Ротштейн В.П. 463
Рубан О. А. 285
Рубаник В.В. (мл.) 267, 290, 384
652, 671, 676
Рубаник В.В. 254, 290, 384
490, 552, 617
652, 661, 665
671, 674, 676
680
Рубаник О.Е. 671
Рубцов В.Е. 459
Рудницкий К.Ф. 137, 139, 185
Рудь Н.Д. 370
Румянцев В.В. 179
Рунец Л. П. 569
Русецкий Г.А. 355
Русинов П.О. 655
Рыбалка А.Е. 179
Рыклина Е.П. 411, 597
Рябочкина П.А. 133
Рябоштан В.А. 370
Савастенко Н.А. 358
Савельев В.Н. 189
Савицкий В.О. 661
Савченко А.Л. 267
Савченко А.А. 99
Сагарадзе В.В. 341
Сазоненко И. О. 54
Сазонов М.И. 93
Сальникова И.А. 90

Самохин А. В. 394
Сасковец В.В. 90
Свистун А.И. 642
Семенова И.П. 47
Семин В.О. 463, 586
Сенникова Л.Ф. 44
Сергиенко В.П. 621
Серокурова А.И. 251
Сибирев А.В. 262
Сигаев В.Н. 421
Синани А.Б. *538*
Сироткин В.В. 182
Ситдиков О.Ш. 343
Ситников Н.Н. 381, 484
Скроцкая К.В. 361
Смагулов Д.У. 526
Смирнова Н.В., 166
Соболь О.В. 370, 373
Соколовская Э.А. 497, 499, 526
Соловьева Ю.В. 176, 226, 414
443, 566
Солодовченко С.И. 99
Соснин К.В. 17, 19
Сосновский И.А. 111
Старенченко В.А. 176, 226
414, 443
Столяров В.В. 254, 256, 259
507, 552
Страумал А.Б. 336, 379
Страумал Б.Б. 41
Страумал Е.А. 390
Стрельницкий В.Е. 573
Строганова Т. С. 394
Ступак А. П. 569
Сугак М.Г. 207
Суджанская И.В. 259
Судник Л.В. 137, 139, 185
Сулимов М.А. 466
Сундеев Р.В. 151, 153, 169
211, 214, 472
Суриков Н.Ю. 425
Сурсаева В.Г. 26, 29
Сырцов С.Р. 579
Сычева О.А. 361
Сятковский А.И. 604
Табачкова Н. Ю. 133, 153, 285
424, 440
Табачникова Е.Д. 664
Тарасенко Ю.П. 588
Теплякова Т.О. 541
Терентьев В.Ф. 256
Терентьев Д.В. 510
Тимкин В.Н. 645
Тимофеева Е.Е. 425
Тимошков Ю.В. 364
Тимшин И.А. 327
Тихонова Л.В. 538
Тихоновский М.А. 664
Ткаченко В.М. 44
Ткаченко Г.А. 322
Ткачук В.С. 137
Токарь А.А. 155
Токий В.В. 264
Токий Н.В. 264
Толмачев Т.П. 176, 566
Толстихина А.Л. 576
Томчук А.А. 472
Топчий А.А. 236
Тришкина Л.И. 87
Трофимов С.А. 341
Трубловский В.Л. 579
Тюрин А.И. 41, 233, 236
Тявловский А.К. 642
Тявловский К.Л. 642
Угурчиев У.Х. 256, 507, 552
Удалова Т.А. 120, 239, 279
Ужекина А.Н. 290, 676
Умнова Н.В. 211
Урбанович А.И. 60
Усеинов С.С. 214
Ушеренко С.М. 108
Федоров С.А. 179
Федотов С.Ю. 333, 627
Филатова И.И. 358
Филимонов В.А. 433, 636
Филиппова В.П. 328, 472, 478
Филоненко В.П. 81, 84, 273, 276
Филонов М.Р. 487, 563
Фролова А.В. 254, 256, 259
Хабибуллина И.А. 484
Хаймович П.А. 96, 99, 558, 594
Хапов А.С. 220, 223
Харьков В. А. 54
Хаткевич В.М. 151, 155
Хачатрян Г.К. 396
Хвисевич В.М. 93
Хлопков Е.А. 555, 604
Хмелевская И.Ю. 501, 545, 609
Хоан Суан Нгуен 158
Ходан Е.П. 193
Хомченко А.В. 23
Хорт А.А. 103
Хорт Н.А. 100
Хотченкова Т.Г. 421

Хрипливец И.А. 214
Хроль И.Н. 648
Худолей А.Л. 111
Царева И.Н. 588, 633
Царенко Ю.В. 254, 518, 552, 617
Цехербауэр М. 664
Цой К.В. 336, 379
Чеканов С.В. 220, 223
Черепанов Д.Н. 226, 414, 443
Черетаева А.О. 169
Черкасова Т.В. 87
Чернов П.А. 518
Чернышева О.В. 211
Черняева Е.В. 99, 594
Чикиряка А.В. 436
Числов А.С. 424
Чмель А.Е. 538
Чой К.Й. 658
Чубрик Н.И. 358
Чумаков А.Н. 207
Чумляков Ю.И. 419
Чумляков Ю.И. 425
Чуракова А.А. 288
Шавров В.Г. 294, 333, 481, 627
Шакиров И.В. 282
Шалаев Р.В. 182
Шалимова А.В. 211, 214, 472
Шаповалов Ю.А. 664
Шевченок А.А. 207
Шегидевич А.А. 103
Шелест А.Е. 545
Шеляков А.В. 250 , 290, 333
381, 484, 627
Шемченко Е.И. 248
Шепелюк М.Ю. 535
Шереметьев В.А. 487, 547, 550, 607
Шибков А.А. 242
Шилин А.Д. 671
Шилина М.В. 671
Шульгин Н.А. 99, 558, 594
Шурыгина Н.А. 169, 328
Шут В.Н. 576, 579, 583
Щербаков И.П. 538
Щетинин И.В. 327
Щукин В.Я. 430
Эгамов М.Х. 135
Юдин В.Е. 166
Юдин С.Н. 297, 300
Юркевич С.Н. 130
Юркевич-Потоцкая К.С. 130
Юсупов В.С. 155, 227, 545
Яздани – Черати Дж.Х. 108
Яковлев Е.В. 446, 463
Якубовская С.В. 193
Якушев М.В. 466
Яловик А.П. 658
Янушкевич К.И. 63, 346 , 352, 469
Япарова Е.Н. 291, 417

СОДЕРЖАНИЕ

Рубаник Василий Васильевич (к 70-летию со дня рождения)	3
Бабенцова Л.П., Анциферова И.В. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ МАЛОЦИКЛОВОЙ УСТАЛОСТИ ОБРАЗЦОВ ИЗ СПЛАВА IN718 ПРИ ВЫСОКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ	5
Белов Н.А., Короткова Н.О. ОБОСНОВАНИЕ СОСТАВА ТЕРМОСТОЙКОГО ПРОВОДНИКОВОГО АЛЮМИНИЕВО-ЦИРКОНИЕВОГО СПЛАВА С ПОВЫШЕННЫМ СОДЕРЖАНИЕМ Fe и Si	8
Московский С.В., Романов Д.А., Громов В.Е. СТРУКТУРА ЭЛЕКТРОВЗРЫВНОГО ПОКРЫТИЯ СИСТЕМЫ CuO-Ag	11
Романов Д.А., Московский С.В., Громов В.Е. ЭЛЕКТРОВЗРЫВНЫЕ ПОКРЫТИЯ СИСТЕМЫ Ag-W ДЛЯ ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ КОНТАКТОВ СИЛОВОГО ШАХТНОГО ОБОРУДОВАНИЯ	14
Соснин К.В., Романов Д.А., Громов В.Е. СТРУКТУРА ПОКРЫТИЯ СИСТЕМЫ ТИТАН-ЦИРКОНИЙ, СФОРМИРОВАННОГО ЭЛЕКТРОВЗРЫВНЫМ МЕТОДОМ НА ПОВЕРХНОСТИ ТИТАНОВЫХ ИМПЛАНТАТОВ	17
Соснин К.В., Романов Д.А., Громов В.Е. ИССЛЕДОВАНИЕ БИОИНЕРТНЫХ ЭЛЕКТРОРАЗРЫВНЫХ ПОКРЫТИЙ СИСТЕМЫ Ti-Ta ДЛЯ МЕДИЦИНСКИХ ИМПЛАНТАТОВ	19
Будовских Е.А., Романов Д.А., Московский С.В., Громов В.Е. РАЗРАБОТКА ЭКОЛОГИЧЕСКИ ЧИСТОЙ ТЕХНОЛОГИИ ФОРМИРОВАНИЯ ЭЛЕКТРОЭРОЗИОННОСТОЙКИХ КОМПОЗИТНЫХ ПОКРЫТИЙ КОНТАКТОВ ПЕРЕКЛЮЧАТЕЛЕЙ МОЩНЫХ ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ СЕТЕЙ, СОЧЕТАЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОВЗРЫВНОЕ НАПЫЛЕНИЕ И ЭЛЕКТРОННО-ИОННО-ПЛАЗМЕННОЕ МОДИФИЦИРОВАНИЕ	21
Медведский А.Л., Мартиросов М.И., Хомченко А.В. РАЗРУШЕНИЕ ПЛОСКОЙ КОМПОЗИТНОЙ ПАНЕЛИ С МНОЖЕСТВЕННЫМИ МЕЖСЛОЕВЫМИ ДЕФЕКТАМИ ПОД ДЕЙСТВИЕМ НЕСТАЦИОНАРНОЙ НАГРУЗКИ	23
Сурсаева В.Г., Горнакова А.С. ТЕМПЕРАТУРНЫЙ ГИСТЕРЕЗИС ПОДВИЖНОСТИ ПРИ ДВИЖЕНИИ ГРАНИЦЫ ЗЕРНА	26
Сурсаева В.Г. ТЕМПЕРАТУРНЫЙ ГИСТЕРЕЗИС ЗЕРНОГРАНИЧНОЙ ФОРМЫ ПРИ ДВИЖЕНИИ ГРАНИЦЫ ЗЕРНА	29
Ильющенко А.Ф., Бабура Д.В., Осипов В.А. ПРИМЕНЕНИЕ КАРБИДОКРЕМНИЕВОЙ КЕРАМИКИ ДЛЯ СБОРНЫХ ПОДЛОЖЕК ОПТИЧЕСКИХ ЗЕРКАЛ	32

Обидов Б.А., Корсуков В.Е., Анкудинов А.В., Бетехтин В.И., Бутенко П.Н., Гиляров В.Л., Корсукова М.М., Нарыкова М.В. ДИНАМИКА МОРФОЛОГИИ ПОВЕРХНОСТИ ФОЛЬГ МЕТАЛЛИЧЕСКОГО СТЕКЛА $Fe_{77}Ni_1Si_9B_{13}$ ПОД ДЕЙСТВИЕМ НАГРУЗКИ	35
Ковалева С.А., Жорник В.И., Григорьева Т.Ф., Витязь П.А., Ляхов Н.З. МЕХАНИЧЕСКАЯ АКТИВАЦИЯ И ФОРМИРОВАНИЕ ВЫСОКОНАПОЛНЕННЫХ ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ ПОРОШКОВ, СОДЕРЖАЩИХ НИТРИД БОРА	38
Горнакова А.С., Прокофьев С.И., Страумал Б.Б., Головин Ю.И., Тюрин А.И. ВЛИЯНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ ДВУХФАЗНОГО СПЛАВА ВТ6 НА МОДУЛЬ ЮНГА	41
Сенникова Л.Ф., Волкова Г.К., Ткаченко В.М., Гангало А.Н. ВЛИЯНИЕ НАПРЯЖЕННО-ДЕФОРМИРОВАННОГО СОСТОЯНИЯ НА СТРУКТУРУ И ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА МЕДИ М0Б ПОСЛЕ РАЗЛИЧНЫХ СХЕМ РАВНОКАНАЛЬНОГО УГЛОВОГО ПРЕССОВАНИЯ	44
Клевцов Г.В., Валиев Р.З., Семенова И.П., Клевцова Н.А., Мерсон Е.Д., Линдеров М.Л., Пигалева И.Н. ПРОЧНОСТЬ И МЕХАНИЗМ СТАТИЧЕСКОГО РАЗРУШЕНИЯ ТИТАНОВОГО СПЛАВА ВТ8М-1 С УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОЙ СТРУКТУРОЙ, ПОЛУЧЕННОЙ ПУТЕМ РОТАЦИОННОЙ КОВКИ	47
Антанович А.А., Колесников С.А. ИССЛЕДОВАНИЕ ОСОБЕННОСТЕЙ ПРОЦЕССА ИЗОСТАТИЧЕСКОЙ КАРБОНИЗАЦИИ КАМЕННОУГОЛЬНОГО ПЕКА ПРИ ПОЛУЧЕНИИ УГЛЕРОД-УГЛЕРОДНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ	50
Марукович Е. И., Сазоненко И. О., Харьков В. А. ИЗУЧЕНИЕ ВЛИЯНИЯ ТЕРМОВРЕМЕННЫХ ПАРАМЕТРОВ ПРОЦЕССА ЛИТЬЯ НА ОБРАЗОВАНИЕ ДИФФУЗИОННОЙ ПЕРЕХОДНОЙ ЗОНЫ В СЛОИСТЫХ МАТЕРИАЛАХ	54
Марукович Е.И., Брановицкий А.М., Лебединский Ю.А., Дементьев В.А. МОДЕЛИРОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ БИНАРНЫХ СПЛАВОВ, ЗАТВЕРДЕВАЮЩИХ ПРИ ДВИЖЕНИИ ОТНОСИТЕЛЬНО РАСПЛАВА	57
Ерофеенко В.Т., Бондаренко В.Ф., Урбанович А.И. ЭФФЕКТ ЭКРАНИРОВАНИЯ ЭЛЕКТРОМАГНИТНЫХ ВОЛН ПЛОСКИМ ОДНОСЛОЙНЫМ ЭКРАНОМ ИЗ МАТЕРИАЛОВ С ПРОСТРАНСТВЕННОЙ ДИСПЕРСИЕЙ СО СФЕРОИДАЛЬНЫМИ ЧАСТИЦАМИ	60
Демиденко О.Ф., Живулько А.М., Янушкевич К.И., Попеску А.М., Константин В., Неаксу Е.И., Донат К. КОРРОЗИОННАЯ СТОЙКОСТЬ СТРУКТУРЫ И МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ СПЛАВА МОНЕЛЬ 400 ПРИ ВОЗДЕЙСТВИИ ИОННЫХ ЖИДКОСТЕЙ НА ОСНОВЕ ХОЛИН ХЛОРИДА	63
Пудов В.И., Драгошанский Ю.Н. УЛУЧШЕНИЕ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ СВОЙСТВ МАГНИТОПРОВОДОВ ЛОКАЛЬНЫМИ ДЕФОРМАЦИОННЫМИ ВОЗДЕЙСТВИЯМИ	66

Пудов В.И., Драгошанский Ю.Н. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТОЧНЫХ НЕОДНОРОДНЫХ НАПРЯЖЕНИЙ В ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛАХ РЕНТГЕНОВСКИМ МЕТОДОМ	69
Драгошанский Ю.Н., Пудов В.И. ФИЗИКА СКАЧКОВ БАРКГАУЗЕНА ПРИ НАМАГНИЧИВАНИИ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКОЙ СТАЛИ	72
Полонина Е. Н., Леонович С. Н. ПЕРСПЕКТИВНЫЕ МАТЕРИАЛЫ В СТРОИТЕЛЬСТВЕ НА ОСНОВЕ НАНОТЕХНОЛОГИЙ	75
Гувалов А.А., Аббасова С.И. КОМПОЗИЦИОННЫЕ ВЯЖУЩИЕ С РЕАКЦИОННО-АКТИВНЫМ МИНЕРАЛЬНЫМ КОМПОНЕНТОМ ДЛЯ МОДИФИЦИРОВАННЫХ БЕТОНОВ	78
Филоненко В.П., Зибров И.П. ЛЕГИРОВАННЫЕ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИЕ АЛМАЗЫ	81
Филоненко В.П., Зибров И.П., Анохин А.С. НОВАЯ СВЕРХТВЕРДАЯ КЕРАМИКА АЛМАЗ-НИТРИД БОРА: СИНТЕЗ, СТРУКТУРА, ХАРАКТЕРИСТИКИ	84
Конева Н.А., Тришкина Л.И., Черкасова Т.В. РОЛЬ ГРАДИЕНТНЫХ ДИСЛОКАЦИОННЫХ СУБСТРУКТУР ПРИ РАЗРУШЕНИИ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ	87
Макаревич Г.В., Сасковец В.В., Сальникова И.А., Ермаков В.Л. УПРОЧНЯЮЩИЕ КАРБИДОХРОМОВЫЕ ПОКРЫТИЯ НА ЛИТЕЙНЫХ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВАХ	90
Веремейчик А.И., Сазонов М.И., Хвисевич В.М., Лазарук А.А. ИССЛЕДОВАНИЕ ЭРОЗИИ ВОЛЬФРАМОВОГО КАТОДА ПЛАЗМОТРОНА ДЛЯ ГЕНЕРАЦИИ АЗОТНОЙ ПЛАЗМЫ	93
Хаймович П.А. ПРАКТИКА БАРОКРИОДЕФОРМИРОВАНИЯ МЕТАЛЛОВ	96
Беляева А.И., Хаймович П.А., Галуза А.А., Коленов И.В., Савченко А.А., Шульгин Н.А., Солодовченко С.И., Черняева Е.В. ВЛИЯНИЕ СТЕПЕНИ ДЕФОРМАЦИИ БАРОКРИОДЕФОРМИРОВАНИЕМ ПРИ 77 К НА МИКРОСТРУКТУРУ СПЛАВА БрХЦр	99
Подболотов К.Б., Изобелло А.Ю., Волочко А.Т., Хорт Н.А. КЕРАМИКА НА ОСНОВЕ КОРУНДА МОДИФИЦИРОВАННОГО ДОБАВКАМИ ЭВТЕКТИЧЕСКИХ СОСТАВОВ, ВКЛЮЧАЮЩИХ ОКСИДЫ МАРГАНЦА И ЖЕЛЕЗА, ПОЛУЧЕННЫХ ЭКЗОТЕРМИЧЕСКИМ СИНТЕЗОМ	100
Подболотов К.Б., Волочко А.Т., Хорт А.А., Шегидевич А.А. РАЗВИТИЕ МЕТОДА ЭКЗОТЕРМИЧЕСКОГО СИНТЕЗА НАНОМАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ЧИСТЫХ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ	103

Яздани – Черати Дж.Х., Марукович Е.И., Ушеренко С.М. СТАЛЬНЫЕ КОМПОЗИЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ, СОЗДАВАЕМЫЕ В ТВЕРДОМ АГРЕГАТНОМ СОСТОЯНИИ	108
Белявин К.Е., Сосновский И.А., Курилёнок А.А., Худолей А.Л. РАЗРАБОТКА ТЕПЛОФИЗИЧЕСКОЙ МОДЕЛИ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕРМИЧЕСКИХ РЕЖИМОВ ПРОЦЕССА ЦЕНТРОБЕЖНОЙ ИНДУКЦИОННОЙ НАПЛАВКИ МНОГОСЛОЙНЫХ И ТОЛСТОСЛОЙНЫХ ПОРОШКОВЫХ ПОКРЫТИЙ	111
Гувалов А.А., Мамедов А.Д. ПРИМЕНЕНИЕ НАНОПОРОШКИ В ПРОИЗВОДСТВЕ АСФАЛЬТОБЕТОНА	114
Пантелеенко Ф.И., Оковитый В.А., Пантелеенко А.Ф. КОМПОЗИЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ ГАЗОТЕРМИЧЕСКОГО НАПЫЛЕНИЯ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ДИФФУЗИОННОГО ЛЕГИРОВАНИЯ ИЗ ПОРОШКОВ НА ОСНОВЕ СТАЛЕЙ АУСТЕНИТНОГО КЛАССА	116
Григорьева Т.Ф., Ляхов Н.З., Витязь П.А., Павлов Е.А., Удалова Т.А., Восмериков С.В., Девяткина Е.Т. МЕХАНОХИМИЧЕСКИЙ СИНТЕЗ ИНТЕРМЕТАЛЛИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ МЕТАЛЛОВ – СПУТНИКОВ ПЛАТИНЫ (Ir, Ru, Rh) С Ga ДЛЯ ПЕРЕВОДА Ir, Ru, Rh В РАСТВОРИМЫЕ ФОРМЫ	120
Моляров А.В., Беломытцев М.Ю. ОСОБЕННОСТИ ЛЕГИРОВАНИЯ И ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ ФЕРРИТНО-МАРТЕНСИТНЫХ СТАЛЕЙ С 12 % ХРОМА	123
Моляров А.В. ЗАВИСИМОСТЬ ХАРАКТЕРИСТИК ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ПРОЧНОСТИ ОТ ОСОБЕННОСТЕЙ ПРОЦЕССА ИЗОТЕРМИЧЕСКОГО РАСПАДА АУСТЕНИТА В ФЕРРИТНО-МАРТЕНСИТНЫХ СТАЛЯХ	125
Boiko Yu.M., Marikhin V.A., Myasnikova L.P., Moskalyuk O.A. SPECIFIC FEATURES OF THE STRENGTH DISTRIBUTION STATISTICS OF HIGH-STRENGTH POLYMERIC MATERIALS	127
Юркевич С.Н., Ващенко И.М., Юркевич-Потоцкая К.С. ПРИМЕНЕНИЕ БЕЗАБРАЗИВНОЙ УЛЬТРАЗВУКОВОЙ ФИНИШНОЙ ОБРАБОТКИ УЛУЧШЕНИЯ ШЕРОХОВАТОСТИ ПОВЕРХНОСТИ ДЕТАЛЕЙ АВИАТЕХНИКИ	130
Милович Ф.О., Ломонова Е.Е., Рябочкина П.А., Волкова Т.В., Табачкова Н.Ю., Агаркова Е.А. ВЛИЯНИЕ ФАЗОВОГО СОСТАВА И ЛОКАЛЬНОЙ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ НА ТРАНСПОРТНЫЕ СВОЙСТВА ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ ZrO_2-Gd_2O_3	133
Эгамов М.Х. ПОЛЯРИЗАЦИОННЫЕ СВОЙСТВА ЖИДОКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ ЯЧЕЙКИ СО СКРУЧЕННОЙ ОРИЕНТАЦИЕЙ МОЛЕКУЛ	135

Ильющенко А.Ф., Судник Л.В., Лученок А.Р., Ткачук В.С., Рудницкий К.Ф., Мазалов Д.Ю. ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ НА ФАЗОВЫЙ И ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКИЙ СОСТАВ СИНТЕЗИРУЕМЫХ АЛЮМООКСИДНЫХ ПОРОШКОВ	137
Ильющенко А.Ф. , Судник Л.В. , Лученок А.Р. , Рудницкий К.Ф. ВЛИЯНИЕ СПОСОБА ФОРМОВАНИЯ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА АЛЮМОМАТРИЧНЫХ КОМПОЗИТОВ	139
Девойно О.Г., Кардаполова М.А., Луцко Н.И., Лапковский А.С. ЗАКОНОМЕРНОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ МИКРОТВЕРДОСТИ ФАЗЫ БРОНЗЫ В МУЛЬТИМОДАЛЬНОМ ПОКРЫТИИ, ПОЛУЧЕННОМ ЛАЗЕРНОЙ НАПЛАВКОЙ	142
Zavorotnev Yu.D. , Metlov L.S., Zakharov A.Yu. THE EFFECT OF RELAXATION AND PREHISTORY ON THE BEHAVIOR OF THE STRUCTURAL ORDER PARAMETER IN THE COURSE OF PLASTIC TWISTING	145
Гольцов В.А., Гольцова Л.Ф., Котельва Р.В. ВЕЛИКОЕ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЕ ОТКРЫТИЕ Д.К. ЧЕРНОВА	148
Рогачев С.О., Просвиряков А.С., Сундеев Р.В., Хаткевич В.М. ВЛИЯНИЕ ДЕФОРМАЦИИ МЕТОДОМ КРУЧЕНИЯ ПОД ВЫСОКИМ ДАВЛЕНИЕМ НА СТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КОМПОЗИТА Cu/SiC	151
Рогачев С.О., Наумова Е.А., Сундеев Р.В., Табачкова Н.Ю. ВЛИЯНИЕ ДЕФОРМАЦИИ В КАМЕРЕ БРИДЖМЕНА НА СТРУКТУРУ, ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И УПРОЧНЕНИЕ ЭВТЕКТИЧЕСКОГО АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА Al-Ca-Mn-Fe-Zr-Sc	153
Рогачев С.О., Андреев В.А., Юсупов В.С., Хаткевич В.М., Токарь А.А., Николаев Е.В., Перкас М.М., Бондарева С.А. ПОЛУЧЕНИЕ ВЫСОКОПРОЧНЫХ БИМЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПРОВОДОВ «АЛЮМИНИЕВЫЙ СПЛАВ / МЕДЬ» МЕТОДОМ РОТАЦИОННОЙ КОВКИ	155
Кругляков А.А., Никулин С.А., Рогачев С.О., Лебедева Н.В. , Панова Г.А., Хоан Суан Нгуен, Баранова А.П., Козлов Д.А. ИНСТРУМЕНТАЛЬНАЯ СТАЛЬ С РЕГУЛИРУЕМЫМ АУСТЕНИТНЫМ ПРЕВРАЩЕНИЕМ ПРИ ЭКСПЛУАТАЦИИ (РАПЭ) ДЛЯ ГОРЯЧЕГО ПРЕССОВАНИЯ	158
Мамедова Г.А. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ СИНТЕЗА КЛИНОПТИЛОЛИТА ИЗ ПРИРОДНОГО ЦЕОЛИТА НАХЧЫВАНА	160
Гольцова М.В. НЕКОТОРЫЕ ВОДОРОДНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И ПЕРСПЕКТИВЫ (обзор)	163

Дресвянина Е.Н., Розова Е.Ю., Иванькова Е.М., Смирнова Н.В. , Москалюк О.А., Юдин В.Е., Алешин А.Н. МОДИФИКАЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ ВОЛОКОН ХИТОЗАНА ЭЛЕКТРОПРОВОДЯЩИМ ПОЛИПИРРОЛОМ	166
Шурыгина Н.А., Черетаева А.О., Глезер А.М., Дьяконов Д.Л., Сундеев Р.В., Медведева А.Д. ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ БОЛЬШОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ В КАМЕРЕ БРИДЖМЕНА НА ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ТЕХНИЧЕСКИ ЧИСТОГО ТИТАНА	169
Наумова Е.А. НОВЫЕ АЛЮМИНИЕВЫЕ СПЛАВЫ ЭВТЕКТИЧЕСКОГО ТИПА С ПОВЫШЕННОЙ ПЛАСТИЧНОСТЬЮ	170
Метлов Л.С. УЛЬТРАЗВУКОВОЕ ИНИЦИИРОВАНИЕ МЕЖМАРТЕНСИТНЫХ ПЕРЕХОДОВ В НЕСТЕХИОМЕТРИЧЕСКИХ СПЛАВАХ ГЕЙСЛЕРА	173
Соловьева Ю.В., Старенченко В.А., Пилюгин В.П., Толмачев Т.П., Старенченко С.В., Анчаров А.И. СУБСТРУКТУРНЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ И ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУР МЕГАПЛАСТИЧЕСКИХ ДЕФОРМАЦИЙ В ГЦК-МОНОКРИСТАЛЛАХ С РАЗНОЙ ПОДВИЖНОСТЬЮ ДИСЛОКАЦИЙ. ЭКСПЕРИМЕНТ И МАТЕМАТИЧЕСКОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ	176
Румянцев В.В., Федоров С.А., Гуров Д.А., Рыбалка А.Е. ВЛИЯНИЕ УПРУГОЙ ДЕФОРМАЦИИ И СТРУКТУРНЫХ ДЕФЕКТОВ НА ДИСПЕРСИЮ ЭЛЕКТРОМАГНИТНЫХ ВОЗБУЖДЕНИЙ В УПОРЯДОЧЕННОМ МАССИВЕ МИКРОПОР	179
Шалаев Р.В., Изотов А.И., Кильман Г.В., Сироткин В.В. ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРНОГО ОТЖИГА НА ХАРАКТЕР ПРОВОДИМОСТИ УГЛЕРОДНЫХ ПЛЕНОК, ЛЕГИРОВАННЫХ НИКЕЛЕМ	182
Овчинников В.И., Судник Л.В., Казаневская И.Н., Рудницкий К.Ф. АМОРФИЗАЦИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ ПРИ ОБРАБОТКЕ ВЫСОКОСКОРОСТНЫМИ ПОТОКАМИ ЧАСТИЦ	185
Савельев В.Н. , Махмудов Х. Ф. МОДЕЛЬ И МАТЕМАТИЧЕСКИЙ АППАРАТ ДЛЯ ОЦЕНКИ И СЛЕЖЕНИЯ ЗА РАЗВИТИЕМ ПРОЦЕССОВ ПРОЯВЛЕНИЯ ГОРНОГО ДАВЛЕНИЯ В ПОДЗЕМНЫХ СООРУЖЕНИЯХ	189
Якубовская С.В., Корбит А.А., Ходан Е.П. ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ ФЕРРОМАГНИТНЫХ АБРАЗИВНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ ПОРОШКОВ НА ОСНОВЕ КАРБИДОВ ТИТАНА И ВОЛЬФРАМА	193
Антанович А.А., Колесников С.А. РАСЧЕТ ПОРИСТОСТИ И ПЛОТНОСТИ УГЛЕРОД-УГЛЕРОДНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ В ПРОЦЕССЕ ИЗОСТАТИЧЕСКОЙ ТЕХНОЛОГИИ ИХ ПРОИЗВОДСТВА	196

Гузилова Л.И., Кардашев Б.К., Печников А.Е., Николаев В.И. УПРУГОСТЬ И МИКРОПЛАСТИЧНОСТЬ КВАЗИ-ОБЪЁМНЫХ КРИСТАЛЛОВ НИТРИДА ГАЛЛИЯ В ИНТЕРВАЛЕ ТЕМПЕРАТУР 300 – 700 К	200
Ильющенко А.Ф., Марукович А.И., Прохоров О.А., Кривуленко Н.В. ЛЕНТОЧНОЕ ЛИТЬЕ – ПЕРСПЕКТИВНЫЙ МЕТОД ПОЛУЧЕНИЯ ТОНКОЛИСТОВЫХ ПОРОШКОВЫХ МАТЕРИАЛОВ	203
Босак Н. А.,Чумаков А. Н., Шевченок А. А., Баран Л. В., Кароза А. Г., Малютина-БронскаяВ. В., Райченок Т.Ф., Сугак М. Г. ПОЛУЧЕНИЕ И ИССЛЕДОВАНИЕ ОПТИЧЕСКИХ И ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ТОНКИХ ПЛЕНОК ZnO С ЛЕГИРУЮЩИМИ ДОБАВКАМИ Sc_2O_3	207
Сундеев Р.В., Шалимова А.В., Велигжанин А.А., Глезер А.М., Чернышева О.В., Перов Н.С., Алехина Ю.А., Умнова Н.В. ИЗМЕНЕНИЕ ЛОКАЛЬНОЙ АТОМНОЙ СТРУКТУРЫ АМОРФНЫХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ ЖЕЛЕЗА ПРИ БОЛЬШИХ ПЛАСТИЧЕСКИХ ДЕФОРМАЦИЯХ В КАМЕРЕ БРИДЖМЕНА	211
Сундеев Р.В., Шалимова А.В., Хрипливец И.А., Глезер А.М., Усеинов С.С. МЕГАПЛАСТИЧЕСКАЯ ДЕФОРМАЦИЯ МАССИВНЫХ АМОРФНЫХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ ЦИРКОНИЯ	214
Попов Н.Н., Пресняков Д.В., Ларькин В.Ф. СВОЙСТВА СПЛАВА $TI_{50}PD_{40}NI_{10}$, АТ.% С ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫМ ЭФФЕКТОМ ПАМЯТИ ФОРМЫ	217
Хапов А.С., Поротников Л.К., Чеканов С.В., Военнов А.В. ПРОСТРАНСТВЕННАЯ ОРИЕНТАЦИЯ КРИСТАЛЛОВ В НАПЫЛЕННОМ СЛОЕ ТИТАНА	220
Хапов А.С., Поротников Л.К., Чеканов С.В., Военнов А.В., Лосенко Д.С. ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРНЫХ ПАРАМЕТРОВ ПОДЛОЖКИ НА СВОЙСТВА НАПЫЛЯЕМОЙ ПЛЕНКИ	223
Липатникова Я.Д., Валуйская Л.А., Зголич И.А., Черепанов Д.Н., Соловьева Ю.В., Старенченко В.А., Белов Н.Н. МНОГОУРОВНЕВАЯ МОДЕЛЬ ДЕФОРМАЦИИ СЛОИСТЫХ КОМПОЗИТОВ ТИПА МЕТАЛЛ-ИНТЕРМЕТАЛЛИД	226
Андреев В.А. , Юсупов В.С., Перкас М.М., Карелин Р.Д. , Лайшева Н.В., Бондарева С.А. РАЗВИТИЕ ТЕХНОЛОГИИ ПРОИЗВОДСТВА СПЛАВОВ С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ НА РУБЕЖЕ 20-21 ВЕКА В РОССИИ	227
Мягких П.Н., Мерсон Е.Д., Полуянов В.А., Мерсон Д.Л., Виноградов А.Ю. СОСТОЯНИЕ ВОДОРОДА И ЕГО РОЛЬ В МЕХАНИЗМЕ КОРРОЗИОННОГО РАСТРЕСКИВАНИЯ ПОД НАПРЯЖЕНИЕМ МАГНИЕВЫХ СПЛАВОВ МА2-1 И МА14	230
Дмитриевский А.А., Жигачева Д.Г., Тюрин А.И., Ефремова Н.Ю., Григорьев Г.В., Васюков В.М. ВЛИЯНИЕ ПРИМЕСИ SiO_2 НА КОМПЛЕКС МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ КОМПОЗИЦИОННОЙ КЕРАМИКИ $CaO\text{-}ZrO_2+Al_2O_3$	233

Дмитриевский А.А., Тюрин А.И., Жигачев А.О., Жигачева Д.Г., Васюков В.В., Овчинников П.Н., Топчий А.А. СТРУКТУРА И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КОМПОЗИЦИОННОЙ КЕРАМИКИ CaO-ZrO_2+Al_2O_3 В УСЛОВИЯХ ЦИКЛИЧЕСКИХ ТЕРМИЧЕСКИХ И МЕХАНИЧЕСКИХ НАГРУЗОК	236
Григорьева Т.Ф., Ковалева С.А., Киселева Т.Ю., Удалова Т.А., Восмериков С.В., Девяткина Е.Т., Витязь П.А., Ляхов Н.З. МЕХАНОХИМИЧЕСКИЙ СИНТЕЗ КОМПОЗИТОВ Fe/TiB_2, W/TiB_2, Fe/B_4C И W/B_4C ДЛЯ СОЗДАНИЯ ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ РАДИАЦИОННОЙ ЗАЩИТЫ	239
Желтов М.А., Золотов А.Е., Казарцева Е.А., Шибков А.А. СИСТЕМА РАННЕЙ ДИАГНОСТИКИ И ПОДАВЛЕНИЯ ПОВРЕЖДЕНИЙ, ВЫЗЫВАЮЩИХ КАТАСТРОФИЧЕСКУЮ ДЕГРАДАЦИЮ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ АЛЮМИНИЙ-МАГНИЕВЫХ СПЛАВОВ В УСЛОВИЯХ ПРОЯВЛЕНИЯ ЭФФЕКТА ПОРТЕВЕНА-ЛЕ ШАТЕЛЬЕ	242
Латынина Т.А., Мурашкин М.Ю., Валиев Р.З., Орлова Т.С. ВЛИЯНИЕ Mg НА МИКРОСТРУКТУРУ И ПРОЧНОСТНЫЕ СВОЙСТВА УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОГО СПЛАВА Al-Mg-Zr	245
Шемченко Е.И., Лихтенштейн И.Я., Глазунова В.А. НАНОСТРУКТУРНЫЕ ЭЛЕМЕНТЫ В ПЛЁНКАХ НИТРИДА УГЛЕРОДА, ЛЕГИРОВАННЫЕ ОКСИДОМ ЕВРОПИЯ	248
Демидова Е.С., Беляев С.П., Реснина Н.Н., Шеляков А.В. ОБРАТИМАЯ ДЕФОРМАЦИЯ СПЛАВА $Ti_{40,7}Hf_{9,5}Ni_{44,8}Cu_5$ В ПРОЦЕССЕ ИЗОТЕРМИЧЕСКОГО ПРЕВРАЩЕНИЯ ПОД ПОСТОЯННОЙ НАГРУЗКОЙ	250
Серокурова А.И., Букжелева Т.А. , Поддубная Н.Н. СВОЙСТВА ПЛЕНОК КОБАЛЬТА НА ПРОФИЛИРОВАННОЙ ПОВЕРХНОСТИ КЕРАМИЧЕСКОЙ ПОДЛОЖКИ НА ПРИМЕРЕ ЦИРКОНАТА-ТИТАНАТА СВИНЦА	251
Столяров В.В., Фролова А.В., Царенко Ю.В., Рубаник В.В. ЭФФЕКТЫ ИМПУЛЬСНЫХ ВОЗДЕЙСТВИЙ ТОКА И УЛЬТРАЗВУКА В СПЛАВАХ С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ	254
Фролова А.В., Угурчиев У.Х.,Терентьев В.Ф., Столяров В.В. ОСОБЕННОСТИ ПРОЯВЛЕНИЯ ТРИП ЭФФЕКТА В МЕТАСТАБИЛЬНОЙ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ ПРИ НИЗКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ	256
Столяров В.В., Фролова А.В., Жолнин А.Г., Суджанская И.В. ЭЛЕКТРОСОПРОТИВЛЕНИЕ НАНОКОМПОЗИТНОЙ КЕРАМИКИ Al_2O_3 / ГРАФЕН	259
Сибирев А.В., Беляев С.П., Реснина Н.Н. ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРНОГО ИНТЕРВАЛА ТЕРМОЦИКЛИРОВАНИЯ НА ЭФФЕКТЫ ПАМЯТИ ФОРМЫ И НЕОБРАТИМУЮ ДЕФОРМАЦИЮ В СПЛАВЕ TiNi	262
Иванов А.М., Беляев С.П., Реснина Н.Н., Андреев В.А. ДЕФОРМАЦИЯ ПРИ ИЗОТЕРМИЧЕСКОМ ПРЕВРАЩЕНИИ В СПЛАВЕ Ti-51,0 ат. % Ni	263

Токий Н.В., Токий В.В., Гребенюк Н.А. АНИОННАЯ ВАКАНСИЯ В 001-ПЛАСТИНЕ ТЕТРАГОНАЛЬНОГО ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ МЕТОДОМ DFT	264
Савченко А.Л., Минченя В.Т., Рубаник В.В. мл. ФОРМООБРАЗОВАНИЕ ИЗДЕЛИЙ ИЗ НИТИНОЛОВОЙ ПРОВОЛОКИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ УЛЬТРАЗВУКА	267
Бетехтин В.И., Нарыкова М.В., Кадомцев А.Г., Колобов Ю.Р. ЭВОЛЮЦИЯ СТРУКТУРЫ СУБМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ ПРИ ПОЛЗУЧЕСТИ И УСТАЛОСТИ.	270
Зибров И.П., Филоненко В.П. B- И D- МОДИФИКАЦИИ Yb_2O_3: ПОЛУЧЕНИЕ И СТРУКТУРА	273
Зибров И.П., Филоненко В.П. СИНТЕЗ И УТОЧНЕНИЕ СТРУКТУРЫ МОДИФИКАЦИЙ ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ VO_2(S) И VO_2(M2)	276
Удалова Т.А., Григорьева Т.Ф., Восмериков С.В., Девяткина Е.Т., Ляхов Н.З. ПОЛУЧЕНИЕ ВЫСОКОДИСПЕРСНОГО ВОЛЬФРАМА МЕХАНОХИМИЧЕСКИМ ВОССТАНОВЛЕНИЕМ WO_3	279
Барахтин Б.К., Шакиров И.В., Жуков А.С., Бобырь В.В., Кузнецов П.А. СЕЛЕКТИВНОЕ ЛАЗЕРНОЕ ПЛАВЛЕНИЕ И ГОРЯЧАЯ ДЕФОРМАЦИЯ СТАЛЕЙ В ОТОБРАЖЕНИИ КАРТ ПРОЦЕССА	282
Алёшин А. Н., Рубан О. А., Табачкова Н. Ю. ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРНОЙ РЕЛАКСАЦИИ В НЕМТ НА ОСНОВЕ НИТРИД-ГАЛЛИЕВЫХ ГЕТЕРОСТРУКТУР НА ИХ ЧАСТОТНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ	285
Чуракова А.А., Гундеров Д.В. ВЛИЯНИЕ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОГО ТЕРМОЦИКЛИРОВАНИЯ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КРУПНОЗЕРНИСТОГО СПЛАВА TINI ПРИ ПОСЛЕДУЮЩЕМ СТАРЕНИИ	288
Беляев С.П., Рубаник В.В. мл., Рубаник В.В., Реснина Н.Н., Поникарова И.В., Ужекина А.Н., Демидова Е.С., Шеляков А.В. ВИБРОКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ АМОРФНЫХ СПЛАВОВ С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ	290
Иванова А.Б., Япарова Е.Н., Реснина Н.Н., Беляев С.П. ЭФФЕКТ СТАБИЛИЗАЦИИ МАРТЕНСИТА В СПЛАВЕ Ti-50.0Ni ПОСЛЕ ОХЛАЖДЕНИЯ ПОД НАГРУЗКОЙ	291
Рахимов Т.М., Беляев С.П., Реснина Н.Н., Андреев В.А. ЭФФЕКТ СТАБИЛИЗАЦИИ МАРТЕНСИТА В СПЛАВЕ Ti – 51.0.%Ni С B2 → B19’ ИЛИ B2→R→B19’ ПЕРЕХОДАМИ	292
Реснина Н.Н., Беляев С.П., Palani I.A. СПЛАВЫ С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ, ПОЛУЧЕННЫЕ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ	293

Каманцев А.П., Коледов В.В., Шавров В.Г. МАГНИТНЫЙ ФАЗОВЫЙ ПЕРЕХОД В СПЛАВЕ $(MN,FE)_2(P,SI)$	294
Юдин С.Н., Касимцев А.В., Володько С.С., Алимов И.А. ПОРОШКОВАЯ ТЕХНОЛОГИЯ ПОЛУЧЕНИЯ СПЛАВОВ Ti-Nb-Ta, Ti-Nb-Zr МЕДИЦИНСКОГО НАЗНАЧЕНИЯ	297
Володько С.С., Юдин С.Н., Касимцев А.В. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СПЛАВА $Ti_{28}Ni_{52}Hf_{20}$	300
Данейко О.И., Ковалевская Т.А. ВЛИЯНИЕ ДИСПЕРСНОСТИ НЕКОГЕРЕНТНЫХ УПРОЧНЯЮЩИХ ЧАСТИЦ НА ДЕФОРМАЦИОННОЕ УПРОЧНЕНИЕ ДИСПЕРСНО-УПРОЧНЕННЫХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ АЛЮМИНИЯ	302
Ковалевская Т.А., Данейко О.И. МАТЕМАТИЧЕСКОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ ДИСПЕРСНО-УПРОЧНЕННЫХ ГЦК-СПЛАВОВ С НЕКОГЕРЕНТНЫМИ НЕДЕФОРМИРУЕМЫМИ ЧАСТИЦАМИ	305
Матвиенко О.В. ИССЛЕДОВАНИЕ НАПРЯЖЕНИЙ В КОМПОЗИТАХ ВСЛЕДСТВИЕ РАЗНОСТИ КОЭФФИЦИЕНТОВ ТЕРМИЧЕСКОГО РАСШИРЕНИЯ МАТРИЦЫ И УПРОЧНЯЮЩЕЙ ЧАСТИЦЫ	308
Матвиенко О.В., Данейко О.И., Ковалевская Т.А. УПРУГОПЛАСТИЧЕСКАЯ ДЕФОРМАЦИЯ ТРУБЫ ИЗ ДИСПЕРСНО-УПРОЧНЁННОГО АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА, НАГРУЖЕННОЙ ВНЕШНИМ И ВНУТРЕННИМ ДАВЛЕНИЕМ	311
Вальков В.И., Михайлов В.И., Довгий В.Т., Кравченко З.Ф., Кулик Н.Н., Боднарук А.В. ОСОБЕННОСТИ СИНТЕЗА И МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ КОМПОЗИЦИОННОГО МУЛЬТИФЕРРОИКА $(1 - x)BiFeO_3 - xScMnO_3$.	314
Галинский М.К. РАСПРЕДЕЛЕННОЕ ФОКУСИРОВАНИЕ ЛАЗЕРНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ И ВОЗМОЖНОСТИ ЕГО ПРИМЕНЕНИЯ	317
Батасов А.В., Коджаспиров Г.Е. ВЛИЯНИЕ РЕЖИМОВ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА ХАРАКТЕР РАЗРУШЕНИЯ ВЫСОКОПРОЧНОЙ СТАЛИ КЛАССА ПРОЧНОСТИ 690	319
Константинов В.М., Ткаченко Г.А. ИНДУКЦИОННАЯ ТЕРМОЦИКЛИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА, КАК СПОСОБ КОМПЛЕКСНОГО ПОВЫШЕНИЯ ЭКСПЛУАТАЦИОННЫХ СВОЙСТВ КОНСТРУКЦИОННЫХ УЛУЧШАЕМЫХ СТАЛЕЙ	322
Глезер А.М. НЕКОТОРЫЕ ПОСТУЛАТЫ ФИЗИКИ ПРОЧНОСТИ, КОТОРЫЕ ТРЕБУЮТ СВОЕГО ПЕРЕОСМЫСЛЕНИЯ	326

Глезер А.М., Тимшин И.А., Щетинин И.В. ОСОБЕННОСТИ ПОВЕДЕНИЯ СВЕРХСТРУКТУРЫ Fe_3Al ПРИ ДЕФОРМАЦИИ В КАМЕРЕ БРИДЖМЕНА	327
Блинова Е.Н., Пермякова И.Е., Филиппова В.П., Шурыгина Н.А. ВЛИЯНИЕ ВНЕШНИХ ВОЗДЕЙСТВИЙ НА ПРОЧНОСТЬ И ПЛАСТИЧНОСТЬ АМОРФНЫХ СПЛАВОВ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДАМИ ЗАКАЛКИ ИЗ РАСПЛАВА И БОЛЬШИХ ПЛАСТИЧЕСКИХ ДЕФОРМАЦИЙ	328
Малашенко В.В., Малашенко Т.И. ВЛИЯНИЕ ПОСТОЯННОГО МАГНИТНОГО ПОЛЯ НА НИЗКОТЕМПЕРАТУРНУЮ ДЕФОРМАЦИЮ СОСТАРЕННЫХ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ	330
Быбик М.С. , Федотов С.Ю., **Морозов Е.В.**, **Коледов В.В., Шавров В.Г., Шеляков А.В.** ИФРАКРАСНАЯ ТЕРМОГРАФИЯ ТВЕРДОТЕЛЬНОГО ОХЛАЖДЕНИЯ НА ОСНОВЕ БЫСТРОЗАКАЛЁННЫХ ЛЕНТ СПЛАВА TI_2NICU С ЧАСТОТОЙ ЦИКЛОВ РАСТЯЖЕНИЯ- СЖАТИЯ ДО 40 ГЦ	333
Цой К.В., Страумал А.Б. ФАЗОВЫЙ ПЕРЕХОД СМАЧИВАНИЯ ГРАНИЦ ЗЕРЕН В ПРОМЫШЛЕННОМ СПЛАВЕ НА ОСНОВЕ СИСТЕМЫ MG-ZN - EZ33A	336
Беляев Ф.С., Евард М.Е., Волков А.Е. МОДЕЛИРОВАНИЕ УСТАЛОСТНОГО РАЗРУШЕНИЯ СПЛАВОВ С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ НА ОСНОВЕ FeMn ПРИ ЦИКЛИЧЕСКИХ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКИХ НАГРУЖЕНИЯХ	338
Остропико Е.С., Арутюнян А.Р., Волков А.Е., Евард М.Е., Сагарадзе В.В., Трофимов С.А. УСТАЛОСТНОЕ РАЗРУШЕНИЕ ВЫСОКОПРОЧНОЙ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ НА ОСНОВЕ FeMnSi ПРИ МЕХАНОЦИКЛИРОВАНИИ В МАРТЕНСИТНОМ СОСТОЯНИИ	341
Крымский С.В., Ситдиков О.Ш., Автократова Е.В., Маркушев М.В. НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫЕ АЛЮМИНИЕВЫЕ КРИОКАТАНЫЕ ЛИСТЫ ИЗ СПЛАВА Д16 С УНИКАЛЬНЫМ КОМПЛЕКСОМ СВОЙСТВ	343
Говор Г.А., Вечер А.К., Янушкевич К.И., Ларин А.О. МЕТАЛЛОКЕРАМИЧЕСКИЕ НАГРЕВАТЕЛЬНЫЕ ПАСТЫ НА ОСНОВЕ КОМПОЗИТОВ ВЫСОКОЙ ПЛОТНОСТИ МОЩНОСТИ И НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО СПЕКАНИЯ	346
Лапина Т.А., Helbert G., Евард М.Е., Волков А.Е., Arbab Chirani S. ДЕМПФИРОВАНИЕ ПОПЕРЕЧНЫХ И ПРОДОЛЬНЫХ СВОБОДНЫХ КОЛЕБАНИЙ В БАЛКЕ ИЗ СПФ: МОДЕЛИРОВАНИЕ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ПРОСТОЙ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ МОДЕЛИ	349
Говор Г.А., Вечер А.К., Янушкевич К.И., Ларин А.О. СРАВНИТЕЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ НАНОМОДИФИЦИРОВАННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ПОРОШКОВ FENI-50, FESI И ПОРОШКОВ ЖЕЛЕЗА ASC100.29	352

Колесенко В.М., Русецкий Г.А. ВЛИЯНИЕ СПИН-СПИНОВОГО ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ НА СИГНАЛЫ НУТАЦИИ И ПРЕЦЕССИИ ЯДЕР ^{55}Mn В МАНГАНИТАХ С РАССЛОЕНИЕМ МАГНИТНЫХ ФАЗ	355
Филатова И.И., Савастенко Н.А., Люшкевич В.А., Чубрик Н.И., Гончарик С.В. ВЛИЯНИЕ ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ДИЭЛЕКТРИЧЕСКОГО БАРЬЕРНОГО РАЗРЯДА НА ЭФФЕКТИВНОСТЬ ПЛАЗМЕННОЙ ОБРАБОТКИ ФОТОКАТАЛИЗАТОРОВ НА ОСНОВЕ ZnO	358
Гайдаш А.А., Кулак А.И., Крутько В.К., Мусская О.Н., Кульчицкий В.А., Скроцкая К.В., Кульбицкая Л.В., Сычева О.А. СРАВНИТЕЛЬНАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА СТРУКТУРЫ И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПРИРОДНЫХ КОЛЛАГЕНСОДЕРЖАЩИХ МАТЕРИАЛОВ	361
Говор Г.А., Вечер А.К., Пацино Е.В.,Тимошков Ю.В., Курмашев В.И., Грапов Д.В. ИССЛЕДОВАНИЕ МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ НАНОМОДИФИЦИРОВАННЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ МИКРОЭЛЕКТРОМЕХАНИЧЕСКИХ СИСТЕМ	364
Вальков В.И., Грибанов И.Ф., Головчан А.В., Запорожец В.Д., Каменев К.В., Клищенко Л.Д., Митюк В.И. ТЕРМИЧЕСКАЯ ПРЕДЫСТОРИЯ КАК ПУТЬ К ОПТИМИЗАЦИИ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК МАГНИТОКАЛОРИЧЕСКИХ СПЛАВОВ СИСТЕИЫ $Mn_{1-x}Cr_xNiGe$	367
Зубков А.И., Соболь О.В., Крещенко В.А., Рудь Н.Д., Рябоштан В.А., Жадько М.А. ВЛИЯНИЕ НИОБИЯ НА СТРУКТУРУ И ПРОЧНОСТЬ ВАКУУМНЫХ КОНДЕНСАТОВ И ОТЛИВОК МЕДИ	370
Зубков А.И., Соболь О.В., Жадько М.А., Зозуля Э.В., Бармин А.Е. ПРОЧНОСТЬ НАНО- И СУБМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ВАКУУМНЫХ КОНДЕНСАТОВ Cu-Mo	373
Пермякова И.Е., Глезер А.М. ФИЗИЧЕСКИЕ ЗАКОНОМЕРНОСТИ МЕХАНИЧЕСКОГО ПОВЕДЕНИЯ, СТРУКТУРНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В АМОРФНЫХ СПЛАВАХ И АМОРФНО-НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ КОМПОЗИТАХ	376
Страумал А.Б., Цой К.В. АНАЛИЗ ВЫДЕЛЕНИЯ ФАЗ В ЛИТЕЙНОМ МАГНИЕВОМ СПЛАВЕ EZ33A	379
Шеляков А.В., Ситников Н.Н., Бородако К.А., Коледов В.В. МИКРОМЕХАНИЧЕСКИЙ ИНСТРУМЕНТ НА ОСНОВЕ БЫСТРОЗАКАЛЕННОЙ АМОРФНО-КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ ЛЕНТЫ	381
Критченков И.С., Критченков А.С., Рубаник В.В., Рубаник В.В. (мл.) ВЛИЯНИЕ УЛЬТРАЗВУКА НА МОРФОЛОГИЮ МЕТАЛЛ-ОРГАНИЧЕСКИХ КАРКАСОВ	384

Лебедева Н.В., Барахтин Б.К. ГОРЯЧАЯ ПЛАСТИЧЕСКАЯ ДЕФОРМАЦИЯ СПЛАВОВ ТИТАНА	387
Страумал Е.А. ЗАВИСИМОСТЬ СОСТАВА АЭРОГЕЛЕЙ NiO ОТ УСЛОВИЙ СИНТЕЗА	390
Желтякова И.С., Коржов В.П. ЭВОЛЮЦИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ МНОГОСЛОЙНЫХ КОМПОЗИТОВ СИСТЕМЫ TI-AL, ПОЛУЧЕННЫХ РАЗЛИЧНЫМИ ТЕХНОЛОГИЯМИ	391
Строганова Т. С., Прохоров Д. В., Карпов М. И., Внуков В. И., Гнесин Б. А., Гнесин И. Б., Желтякова И. С., Самохин А. В., Логачев И. А. ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУР И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ СИСТЕМЫ Nb-Si, ПОЛУЧЕННЫХ ГИП	394
Анашкина Н.Е., Бунин И.Ж., Хачатрян Г.К. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ОБОСНОВАНИЕ МЕХАНИЗМА ИЗМЕНЕНИЯ СТРУКТУРНО-ХИМИЧЕСКИХ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПРИРОДНЫХ АЛМАЗОВ ПРИ ВОЗДЕЙСТВИИ МОЩНЫХ ЭЛЕКТРОМАГНИТНЫХ ИМПУЛЬСОВ	396
Мурзаев Р.Т. ДИСКРЕТНО-ДИСЛОКАЦИОННОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ УЛЬТРАЗВУКОВОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ НА РЕЛАКСАЦИЮ ДЕФЕКТНОЙ СТРУКТУРЫ КОЛОНЧАТОГО ПОЛИКРИСТАЛЛА	399
Полуянов В.А., Мерсон Е.Д., Мягких П.Н., Мерсон Д.Л., Виноградов А.Ю. ВЛИЯНИЕ ПРОДУКТОВ КОРРОЗИИ, ВРЕМЕНИ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ ВЫДЕРЖКИ В КОРРОЗИОННОЙ СРЕДЕ И СКОРОСТИ ДЕФОРМАЦИИ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И МЕХАНИЗМ РАЗРУШЕНИЯ СПЛАВА МА14 ПРИ ИСПЫТАНИЯХ НА ВОЗДУХЕ	402
Мерсон Е.Д., Мягких П.Н., Полуянов В.А., Мерсон Д.Л., Виноградов А.Ю. О ВЛИЯНИИ ЛОКАЛЬНЫХ НАПРЯЖЕНИЙ И КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКОЙ ОРИЕНТАЦИИ ЗЕРЕН НА ПУТЬ РАСПРОСТРАНЕНИЯ ТРЕЩИН КВАЗИ-СКОЛА В НИЗКОУГЛЕРОДИСТОЙ СТАЛИ, ОХРУПЧЕННОЙ ВОДОРОДОМ	405
Козлова А.П., Козлова Н.С., Забелина Е.В., Быкова М.Б. ОСОБЕННОСТИ ПРОЯВЛЕНИЯ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОГО РАЗЛОЖЕНИЯ В ПОЛЯРНЫХ И ПОЛЯРНО-НЕЙТРАЛЬНЫХ КРИСТАЛЛАХ	408
Рыклина Е.П. АНАЛИЗ ФАКТОРОВ, ОПРЕДЕЛЯЮЩИХ ОСОБЕННОСТИ МИКРОСТРУКТУРЫ, ФОРМИРУЮЩЕЙСЯ ПРИ СТАРЕНИИ, И КАЛОРИМЕТРИЧЕСКИЕ ЭФФЕКТЫ МАРТЕНСИТНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В НИКЕЛИДЕ ТИТАНА	411
Черепанов Д.Н., Соловьёва Ю.В., Старенченко В.А., Липатникова Я.Д. МОДЕЛЬ ПРЕВРАЩЕНИЯ И ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ СУБСТРУКТУРЫ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ В УСЛОВИЯХ МЕГАПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ	414
Япарова Е.Н., Волков А.Е., Евард М.Е., Беляев Ф.С. МОДЕЛИРОВАНИЕ ПОВЕДЕНИЯ ПОРИСТОГО TiNi С РЕГУЛЯРНОЙ СТРУКТУРОЙ ПРИ ЦИКЛИЧЕСКИХ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКИХ НАГРУЗКАХ	417

Поклонов В.В., Чумляков Ю.И., Киреева И.В., Куксгаузен Д.А., Куксгаузен И.В., Победенная З.В. СВЕРХЭЛАСТИЧНОСТЬ В ВЫСОКОПРОЧНЫХ [001]-МОНОКРИСТАЛЛАХ СПЛАВА FeNiCoAlTi, УПРОЧНЕННЫХ НАНОРАЗМЕРНЫМИ КОГЕРЕНТНЫМИ ЧАСТИЦАМИ	419
Малашкевич Г.Е. , Ковгар В.В. , Хотченкова Т.Г. , Голубев Н.В., Зиятдинова М.З. , Игнатьева Е.С., Сигаев В.Н. ПЕРСПЕКТИВЫ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ АКТИВИРОВАННЫХ СТЕКОЛ НА ОСНОВЕ СИСТЕМЫ $(Y_{1-x}Ln_x)_2O_3–Al_2O_3–B_2O_3$ В КАЧЕСТВЕ ЛЮМИНЕСЦЕНТНЫХ КОНВЕРТОРОВ И КОНЦЕНТРАТОРОВ СОЛНЕЧНОЙ ЭНЕРГИИ	421
Числов А.С., Борик М.А., Кулебякин А.В., Курицына И.Е., Ломонова Е.Е., Мызина В.А., Милович Ф.О., Табачкова Н.Ю. ТВЕРДЫЕ ЭЛЕКТРОЛИТЫ НА ОСНОВЕ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ, СТАБИЛИЗИРОВАННЫЕ ОКСИДОМ СКАНДИЯ И СОЛЕГИРОВАННЫЕ ОКСИДАМИ ИТТРИЯ ИЛИ ИТТЕРБИЯ	424
Суриков Н.Ю., Тимофеева Е.Е., Панченко Е.Ю., Чумляков Ю.И. ЗАКОНОМЕРНОСТИ R–B19' И B2–B19' МАРТЕНСИТНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ ПОД НАГРУЗКОЙ В СОСТАРЕННЫХ [001]-МОНОКРИСТАЛЛАХ СПЛАВА $Ni_{50.6}Ti$	425
Кожевникова Г.В. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЯ ПЛАСТИЧНОСТИ МЕТАЛЛОВ	427
Кожевникова Г.В., Щукин В.Я. РАЗВИТИЕ ДЕФОРМАЦИОННОЙ ТЕОРИИ РАЗРУШЕНИЯ МЕТАЛЛА ПРИ ПЛАСТИЧЕСКОМ ТЕЧЕНИИ	430
Кузей А.М., Филимонов В.А. ГИБРИДНЫЕ АЛМАЗОАБРАЗИВНЫЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ ОБРАБОТКИ ЗАКАЛЕННЫХ СТАЛЕЙ И СВЕРХТВЕРДЫХ МАТЕРИАЛОВ	433
Прядко А.И., Николаев В.И., Пульнев С.А., Чикиряка А.В. УПРАВЛЕНИЕ ЦИКЛИЧЕСКОЙ РАБОТОЙ СИЛОВОГО ДВИГАТЕЛЯ НА ЭФФЕКТЕ ПАМЯТИ ФОРМЫ	436
Ebel A.A., Al-Sandoqachi M.Kh.A., Mayer A.E. ATOMISTIC SIMULATION OF SHOCK-WAVE COMPACTION OF METALS NANOPARTICLES	439
Богомолов Д.И., Лаврентьев М.Г., Панченко В.П., Воронов М.В., Табачкова Н.Ю. ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ $(Bi,Sb)_2Te_3$, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ИСКРОВОГО ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ	440
Черепанов Д.Н., Соловьёва Ю.В., Старенченко В.А., Липатникова Я.Д. МОДЕЛЬ ПРЕВРАЩЕНИЯ И ИЗМЕЛЬЧЕНИЯ СУБСТРУКТУРЫ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ В УСЛОВИЯХ МЕГАПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ	443

Дьяченко Ф.А., Мейснер С.Н., Яковлев Е.В., Мейснер Л.Л. ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОВЕРХНОСТНЫХ Ti-Ta-СПЛАВОВ, СФОРМИРОВАННЫХ НА TiNi-ПОДЛОЖКЕ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННО-ПУЧКОВОГО СИНТЕЗА	446
Беличко Д.Р., Константинова Т.Е., Носолев И.К., Волкова Г.К., Лоладзе Л.В., Брюханова И.И., Малецкий А.В. ВЛИЯНИЕ ДОПИРОВАНИЯ МАЛЫМИ ДОБАВКАМИ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ НАНОПОРОШКОВ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ	449
Константинова Т.Е., Даниленко И.А., БрюхановаИ.И., Лоладзе Л.В. НОВОЕ ПОКОЛЕНИЕ КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ ОКСИДНЫХ ПОРОШКОВ	452
Мельников Е.В., Астафурова Е.Г., Астафуров С.В.,Майер Г.Г., Москвина В.А., Панченко М.Ю. ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ И МЕХАНИЗМОВ ДЕФОРМАЦИИ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА АУСТЕНИТНЫХ НЕРЖАВЕЮЩИХ СТАЛЕЙ ПРИ ХИМИКО-ДЕФОРМАЦИОННОЙ ОБРАБОТКЕ	455
Мельников Е.В., Астафурова Е.Г., Астафуров С.В., Майер Г.Г., Москвина В.А, Панченко М.Ю., Рубцов В.Е., Колубаев Е.А. МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА АУСТЕНИТНОЙ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ, ПОЛУЧЕННОЙ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ ПРОВОЛОЧНОЙ 3D ПЕЧАТИ	458
Мельников Е.В., Астафуров С.В., Майер Г.Г., Москвина В.А., Панченко М.Ю., Гальченко Н.К., Астафурова Е.Г ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ РЕАЛИЗАЦИИ СВЕРХПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ В ВЫСОКОАЗОТИСТОЙ ВАНАДИЙСОДЕРЖАЩЕЙ СТАЛИ	459
Зайцев Д.В., Гилев М.В., Измоденова М.Ю. МЕХАНИЗМЫ ДЕФОРМАЦИИ И РАЗРУШЕНИЯ ТРЕБЕКУЛЯРНОЙ КОСТИ ОКОЛОСУСТАВНОЙ ЛОКАЛИЗАЦИИ ПРИ ОДНООСНОМ СЖАТИИ	460
Марков А.Б., Яковлев Е.В., Ротштейн В.П., Мейснер Л.Л., Нейман А.А., Семин В.О. ТОНКАЯ СТРУКТУРА И ОСОБЕННОСТИ АТОМНОГО БЛИЖНЕГО ПОРЯДКА В ПОВЕРХНОСТНОМ Ti-Ni-Nb СПЛАВЕ, СФОРМИРОВАННОМ НА TiNi ПОДЛОЖКЕ ЭЛЕКТРОННО-ПУЧКОВЫМ МЕТОДОМ	463
Бородавченко О.М., Мудрый А.В., Живулько В.Д., Якушев М.В., Сулимов М.А. ИЗЛУЧАТЕЛЬНАЯ РЕКОМБИНАЦИЯ В ТОНКИХ ПЛЕНКАХ ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ $Cu(In,Ga)Se_2$, ОБЛУЧЕННЫХ ИОНАМИ ВОДОРОДА	466
Римский Г.С., Магонов С.Н., Митюк В.И., Янушкевич К.И. КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ $Mn_{1-x}Fe_xNiGe$ ($0,05 \le x \le 0,30$)	469

Жуков О.П., Филиппова В.П., Томчук А.А., Басов С.В., Неумоин К.В., Сундеев Р.В., Шалимова А.В., Головачёв С.Г. РОЛЬ ВАКАНСИЙ И РАСТВОРЕННЫХ АТОМОВ В СПЛАВАХ НА ОСНОВЕ α-Fe ПРИ КВАЗИГИДРОСТАТИЧЕСКОЙ МЕГАПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ КРУЧЕНИЕМ В НАКОВАЛЬНЕ БРИДЖМЕНА	472
Прохоров Д.В., Карпов М.И., Гнесин Б.А. СТРУКТУРА И ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫЕ МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ СИСТЕМЫ NB-C	475
Филиппова В.П., Жуков О.П., Макушев С.Ю., Пименов Е.В., Басов С.В., Неумоин К.В., Головачёв С.Г. АНАЛИЗ ВЛИЯНИЯ ТОЧЕЧНЫХ ДЕФЕКТОВ НА ПЕРИОД ОЦК КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ РЕШЕТКИ α-Fe МЕТОДОМ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКТОМЕТРИИ	478
Дильмиева Э.Т., Кошкидько Ю.С., Коледов В.В., Шавров В.Г. ФОРМИРОВАНИЕ МАГНИТОИНДУЦИРОВАННОЙ МАРТЕНСИТНОЙ ДВОЙНИКОВОЙ СТРУКТУРЫ В СПЛАВАХ ГЕЙСЛЕРА В РАЗНЫХ ТЕРМОДИНАМИЧЕСКИХ УСЛОВИЯХ	481
Ситников Н.Н., Хабибуллина И.А., Мащенко В.И., Шеляков А.В., Высотина Е.А., Мостовая К.С. СЛОИСТЫЕ САМОЗАЛЕЧИВАЮЩИЕСЯ КОМПОЗИТЫ НА ОСНОВЕ БОРОСИЛОКСАНОВОЙ МАТРИЦЫ	484
Конопацкий А.С., Шереметьев В.А., Дубинский С.М., Жукова Ю.С., Филонов М.Р., Браиловский В., Прокошкин С.Д. СТРУКТУРА И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СВЕРХУПРУГИХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ TI-ZR	487
Волочко А.Т., Рубаник В.В., Nofal A., Ковалько М.С. ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ УЛЬТРАЗВУКОВОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА ЧУГУНОВ РАЗЛИЧНОГО СТРУКТУРНОГО СОСТОЯНИЯ	490
Коджаспиров Г.Е., Китаева Д.А. ЗАДАЧА О ДЕФОРМИРОВАНИИ ТОЛСТОСТЕННОЙ ТРУБЫ В РЕЖИМАХ УПРАВЛЯЕМОЙ СВЕРХПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ	494
Нго Нгок Ха, Нгуен Хоанг Тхань, Кодиров У.Ш., Соколовская Э.А., Кудря А.В. ВЗАИМОСВЯЗЬ РАЗНОМАСШТАБНЫХ СТРУКТУР В КРУПНЫХ ПОКОВКАХ СТАЛИ 38ХН3МФА И ИХ РАЗРУШЕНИЕ	497
Нго Нгок Ха, Котишевский Г.В., Соколовская Э.А., Кудря А.В. О ВОЗМОЖНОСТИ ОЦЕНКИ ВЯЗКОСТИ РАЗРУШЕНИЯ НА МАЛОГАБАРИТНЫХ ОБРАЗЦАХ ИЗ УЛУЧШАЕМОЙ СТАЛИ	499
Хмелевская И.Ю., Комаров В.С., Карелин Р.Д. ОСОБЕННОСТИ ИЗМЕРЕНИЯ ТВЕРДОСТИ СПЛАВОВ Ti-Ni С ЭФФЕКТАМИ ПАМЯТИ ФОРМЫ И СВЕРХУПРУГОСТИ	501

Леванцевич М.А., Кукареко В.А., Пилипчук Е.В. СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЙ СОСТАВ ХРОМОВЫХ ПОКРЫТИЙ, СФОРМИРОВАННЫХ ЭЛЕКТРОДЕФОРМАЦИОННЫМ ПЛАКИРОВАНИЕМ	504
Пономарев Т.С., Белявин К.Е., Минько Д.В., Угурчиев У.Х., Столяров В.В. ЭЛЕКТРОПЛАСТИЧЕСКИЙ ЭФФЕКТ ПРИ РАСТЯЖЕНИИ ТИТАНОВОЙ ПРОВОЛОКИ	507
Краснов М.Л., Некит В.А., Платов С.И., Мешков Е.И., Терентьев Д.В. МЕХАНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ТРУБНОЙ СТАЛИ ПОСЛЕ ПРОКАТКИ НА ШИРОКОПОЛОСНОМ СТАНЕ ГОРЯЧЕЙ ПРОКАТКИ	510
Платов С.И., Дема Р.Р., Латыпов О.Р., Колдин А.В. МАТЕМАТИЧЕСКОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ТЕПЛОВОГО СОСТОЯНИЯ РАБОЧИХ ВАЛКОВ И ПОЛОСЫ НА ШИРОКОПОЛОСНОМ СТАНЕ ГОРЯЧЕЙ ПРОКАТКИ	513
Платов С.И., Масленников К.Б., Лобанов М.Л. ВЛИЯНИЕ ПАРАМЕТРОВ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА МИКРОСТРУКТУРУ ТОСТОЛИСТОВОГО ТРУБНОГО ПРОКАТА	516
Царенко Ю.В., Чернов П.А., Какойченко С.Ю. ОЦЕНКА АКУСТИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ БЕСПИЛОТНЫХ ЛЕТАТЕЛЬНЫХ АППАРАТОВ	518
Волков А.Е., Люльчак П.С ФЕНОМЕНОЛОГИЧЕСКАЯ МОДЕЛЬ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СПЛАВА С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ НА ОСНОВЕ TINI	521
Макаров С.В., Плотников В.А. ЭФФЕКТЫ СВЕРХВЫСОКОЙ ПЛАСТИЧНОСТИ В АЛЮМИНИЕВО-МАГНИЕВОМ СПЛАВЕ В УСЛОВИЯХ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО НАГРУЖЕНИЯ И АКУСТИЧЕСКАЯ ЭМИССИЯ	523
Ахметова Г.Е., Пережогин В.Ю., Соколовская Э.А., Смагулов Д.У., Кудря А.В. О ВОЗМОЖНОСТИ ОЦЕНКИ ПАРАМЕТРОВ ФЕРРИТО-ПЕРЛИТНОЙ ПОЛОСЧАТОСТИ В СТАЛЯХ	526
Афанасьев М.А., Данюк А.В., Мерсон Д.Л., Виноградов А.Ю. АКУСТИЧЕСКАЯ ЭМИССИЯ И АНИЗОТРОПИЯ ТВЕРДОСТИ ПРИ ЦАРАПАНЬЕ МОНОКРИСТАЛЛА АЛЮМИНИЯ	529
Muktepavela F., Maniks J., Zabels R., GorokhovaE.I., Rodnyi P. NANOINDENTATION STUDY OF ZnO, ZnO: In, Zn: Ga SCINTILLATION CERAMICS	532
Шепелюк М.Ю., Лобачёв Н.Ю., Близнюк Л.А., Летко А.К., Очков Д.С. ВЛИЯНИЕ ТЕКСТУРЫ НА ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ СИСТЕМЫ $xLaAlO_3$-$(1-x)CaTiO_3$	535

Кадомцев А.Г., Дунаев А.А., Кириенко М.Ф., Синани А.Б., Тихонова Л.В., Чмель А.Е., Щербаков И.П., Нарыкова М.В. УДАРНОЕ И «ПРОДОЛЖЕННОЕ» ПОВРЕЖДЕНИЕ КЕРАМИК ZnS и ZnSe	538
Теплякова Т.О., Жукова Ю.С., Коробкова А.А., Подгорный Д.А. ИССЛЕДОВАНИЕ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОГО ПОВЕДЕНИЯ СВЕРХУПРУГИХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ Ti-Zr В МОДЕЛЬНОМ ФИЗИОЛОГИЧЕСКОМ РАСТВОРЕ	541
Кадиров П.О., Жукова Ю.С., Дубинский С.М., Пустов Ю.А., Прокошкин С.Д. ПОЛУЧЕНИЕ, ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ РЕЖИМОВ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ И КОРРОЗИОННО-ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЕ ПОВЕДЕНИЕ БИОРЕЗОРБИРУЕМЫХ СПЛАВОВ МЕДИЦИНСКОГО НАЗНАЧЕНИЯ С ЭФФЕКТОМ ПАМЯТИ ФОРМЫ НА ОСНОВЕ СИСТЕМЫ FE-MN	543
Карелин Р.Д., Хмелевская И.Ю., Прокошкин С.Д., Андреев В.А., Комаров В.С., Юсупов В.С., Перкас М.М., Просвирнин В.В. , Шелест А.Е. ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ПРОВЕДЕНИЯ РКУП В КВАЗИНЕПРЕРЫВНОМ РЕЖИМЕ ПРИ ПОНИЖЕННЫХ ТЕМПЕРАТУРАХ ДЕФОРМАЦИИ	545
Кудряшова А.А., Шереметьев В.А., Лукашевич К.Е., Галкин С.П., Прокошкин С.Д., Браиловский В. ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ РОТАЦИОННОЙ КОВКИ В СХЕМЕ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА СПЛАВА Ti-18Zr-14Nb (В АТ. %)	547
Шереметьев В.А., Кудряшова А.А., Андреев В.А., Галкин С.П., Прокошкин С.Д., Браиловский В. ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНАЯ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА СВЕРХУПРУГОГО СПЛАВА Ti-Zr-Nb ДЛЯ МЕДИЦИНСКИХ ПРИМЕНЕНИЙ	550
Царенко Ю.В., Рубаник В.В., Луцко В.Ф., Багрец Д.А., Лесота А.В., Столяров В.В., Угурчиев У.Х. ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОЕ И УЛЬТРАЗВУКОВОЕ ВОЗДЕЙСТВИЕ НА НИКЕЛЬ ПРИ ОДНООСНОМ РАСТЯЖЕНИИ	552
Хлопков Е.А., Макарова Т.А., Белоусов Н.Н. ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРНОГО ФАКТОРА НА ОБРАТИМУЮ ПАМЯТЬ ФОРМЫ В КОЛЬЦЕВЫХ СИЛОВЫХ ЭЛЕМЕНТАХ ИЗ НИКЕЛИДА ТИТАНА	555
Хаймович П.А., Бурховецкий В.В., Шульгин Н.А., Андреев В.А., Вьюненко Ю.Н. ВЛИЯНИЕ БАРОКРИОДЕФОРМИРОВАНИЯ НА ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НИКЕЛИДА ТИТАНА	558
Аглетдинов Э.А., Виноградов А.Ю., Мерсон Д.Л. СРАВНЕНИЕ МЕТОДОВ ДЕТЕКТИРОВАНИЯ СИГНАЛОВ АКУСТИЧЕСКОЙ ЭМИССИИ С МАЛЫМ ОТНОШЕНИЕМ СИГНАЛ-ШУМ	561

Коробкова А.А., Жукова Ю.С., Пустов Ю.А., Дубинский С.М., Прокошкин С.Д., Филонов М.Р. ВЛИЯНИЕ ТАНТАЛА НА ФУНКЦИОНАЛЬНУЮ УСТАЛОСТНУЮ ДОЛГОВЕЧНОСТЬ СВЕРХУПРУГОГО СПЛАВА Ti-Zr-Nb В МОДЕЛЬНОМ БИОЛОГИЧЕСКОМ РАСТВОРЕ	563
Дубинский С.М., Маркова Г.В., Прокошкин С.Д., Браиловский В. ОСОБЕННОСТИ ЭЛИНВАРНОГО ПОВЕДЕНИЯ В ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКИ ОБРАБОТАННОМ СПЛАВЕ Ti-Nb-Zr	565
Пилюгин В.П., Толмачев Т.П., Пацелов А.М., Соловьева Ю.В. ФАЗОВЫЕ ПЕРЕХОДЫ В ЭЛЕМЕНТАХ ПОД ДАВЛЕНИЕМ	566
Глушаков А.Н. КОНСТРУКЦИОННАЯ СТАЛЬ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА ЗУБЧАТЫХ КОЛЕС, ЛЕГИРОВАННАЯ НИОБИЕМ	567
Войтович А.П., Калинов В. С., Новиков А. Н., Рунец Л. П., Ступак А. П. ПРИКЛАСТЕРНЫЕ РАДИАЦИОННЫЕ ДЕФЕКТЫ В НАНОКРИСТАЛЛАХ, ПОЛУЧЕННЫХ В РЕЗУЛЬТАТЕ МЕХАНИЧЕСКОЙ ФРАГМЕНТАЦИИ	569
Комаров Ф.Ф., Константинов С.В., Стрельницкий В.Е. ФАЗОВАЯ СТАБИЛЬНОСТЬ И РАДИАЦИОННАЯ СТОЙКОСТЬ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПОКРЫТИЙ TiCrN	573
Гайнутдинов Р.В., Толстихина А.Л.,. Лашкова А.К., Белугина Н.В., Шут В.Н., Мозжаров С.Е., Кашевич И.Ф. ИССЛЕДОВАНИЕ ПРИМЕСНЫХ ФАЗ В НЕОДНОРОДНЫХ СЕГНЕТОЭЛЕКТРИЧЕСКИХ КРИСТАЛЛАХ TGS МЕТОДОМ СКАНИРУЮЩЕЙ ЕМКОСТНОЙ СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ	576
Шут В.Н., Сырцов С.Р., Трубловский В.Л. КЕРАМИКА $(Ni_{1-x}Zn_x)Fe_2O_4$ С ПРОСТРАНСТВЕННЫМ ИЗМЕНЕНИЕМ СОСТАВА	579
Шут В.Н., Мозжаров С.Е. МОРФОЛОГИЯ И ДИСПЕРСНОСТЬ ПОРОШКОВ МАГНЕТИТА, ПОЛУЧЕННЫХ ПРИ ВОЗДЕЙСТВИИ УЛЬТРАЗВУКА	583
Нейман А.А., Семин В.О., Мейснер Л.Л., Миронов Ю.П. ИЗМЕНЕНИЕ СТРУКТУРЫ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ ПРИ ИМПУЛЬСНОМ ВОЗДЕЙСТВИИ ЭЛЕКТРОННЫМ ПУЧКОМ С ПЛОТНОСТЬЮ ЭНЕРГИИ ВБЛИЗИ ПОРОГА ПЛАВЛЕНИЯ TiNi	586
Бердник О.Б., Царева И.Н., Тарасенко Ю.П., Кривина Л.А., Кириков С.В. РЕСУРСОСБЕРЕГАЮЩАЯ ТЕХНОЛОГИЯ ПРОДЛЕНИЯ СРОКА СЛУЖБЫ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ РАБОЧИХ ЛОПАТОК ГАЗОВЫХ ТУРБИН ИМПОРТНЫХ ГТД	588
Кустов А.И., Зеленев В.М., Мигель И.А. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРОЧНОСТНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ АМД-МЕТОДАМИ	591

Хаймович П.А., Андреев В.А., Черняева Е.В., Волков А.Е., Шульгин Н.А., Вьюненко Ю.Н. ВЛИЯНИЕ РЕЖИМА БАРОКРИОДЕФОРМИРОВАНИЯ НА АКУСТИЧЕСКУЮ ЭМИССИЮ TiNi	594
Полякова К.А., Рыклина Е.П., Реснина Н.Н., Прокошкин С.Д. ВЛИЯНИЕ РАЗМЕРА ЗЕРНА/СУБЗЕРНА, ФОРМИРУЮЩЕГОСЯ В РЕЗУЛЬТАТЕ ИЗОТЕРМИЧЕСКОГО И НЕИЗОТЕРМИЧЕСКОГО ОТЖИГА НА ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ СВОЙСТВА НИКЕЛИДА ТИТАНА	597
Кустов А.И., Мигель И.А. ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТОЯНИЯ ПРИПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ ТВЕРДОТЕЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ С ПОМОЩЬЮ АКУСТИЧЕСКИХ ВОЛН ГИГАГЕРЦЕВОГО ДИАПАЗОНА	598
Константинов В.М., Булойчик И.А. АНАЛИЗ ИЗМЕНЕНИЯ ПРОЧНОСТИ ДИФФУЗИОННО ОЦИНКОВАННЫХ СТАЛЬНЫХ ИЗДЕЛИЙ В УСЛОВИЯХ КОРРОЗИОННО-УСТАЛОСТНОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ	601
Кожушко В.В., Хлопков Е.А., Сятковский А.И., Вьюненко Ю.Н. ДЕМПФИРУЮЩИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ СЛОИСТЫХ КОМПОЗИЦИЙ TiNi - ВПС – TiNi	604
Прокошкин С.Д., Дубинский С.М., Коротицкий А.В., Браиловский В., Глезер А.М., Конопацкий А.С., Шереметьев В.А. О МЕХАНИЗМЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ ПОД НАПРЯЖЕНИЕМ В НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОМ НИКЕЛИДЕ ТИТАНА	607
Волков А.Е., Евард М.Е., Волкова Н.А., Вуколов Е.А. ТЕОРЕТИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ПОСРЕДСТВОМ МИКРОСТРУКТУРНОЙ МОДЕЛИ ВЛИЯНИЯ АСИММЕТРИИ МЕХАНИЧЕСКОГО ПОВЕДЕНИЯ НИКЕЛИДА ТИТАНА ПО ОТНОШЕНИЮ К РАСТЯЖЕНИЮ - СЖАТИЮ НА РАСПРЕДЕЛЕНИЕ НАПРЯЖЕНИЯ ПО ТОЛЩИНЕ БАЛКИ ПРИ ЧИСТОМ ИЗГИБЕ	608
Комаров В.С., Хмелевская И.Ю., Карелин Р.Д., Корпала Д., Кавалла Р., Прокошкин С.Д. ФОРМИРОВАНИЕ НАНОСТРУКТУРЫ СТАРЕЮЩИХ И НЕСТАРЕЮЩИХ СПЛАВОВ TI-NI С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ В РЕЗУЛЬТАТЕ БИАКСИАЛЬНОЙ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ	609
Данилов В.А., Мягких П.Н., Мерсон Е.Д., Мерсон Д.Л. КОЛИЧЕСТВЕННАЯ ОЦЕНКА ВЯЗКОСТИ ИЗЛОМА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ПАРАМЕТРОВ, ПОЛУЧЕННЫХ ПРИ ПОМОЩИ КОНФОКАЛЬНОГО ЛАЗЕРНОГО СКАНИРУЮЩЕГО МИКРОСКОПА	611
Кийко В.М., Новохатская Н.И. КОМПОЗИТНЫЕ ОКСИДНЫЕ ВОЛОКНА И КОМПОЗИТЫ С ХРУПКИМИ МАТРИЦАМИ НА ИХ ОСНОВЕ	614
Джежора А.А., Науменко А.М., Царенко Ю.В., Рубаник В.В. ВЛИЯНИЕ ГЕОМЕТРИИ ЭЛЕКТРОДОВ НА ГЛУБИНУ КОНТРОЛЯ ЭЛЕКТРОЕМКОСТНОГО СЕНСОРА	617

Кожушко В.В., Сергиенко В.П. БЕСКОНТАКТНОЕ ИЗМЕРЕНИЕ МОДУЛЯ ЮНГА В МЕТАЛЛОКОРДЕ	621
Линдеров М.Л., Брилевский А.И., Васильев Е.В., Копылов В.И., Мерсон Д.Л., Виноградов А.Ю. ВЫСОКОПРОЧНЫЕ МЕЛКОЗЕРНИСТЫЕ БИОРАЗЛАГАЕМЫЕ СПЛАВЫ СИСТЕМЫ Mg-Zn-Ca, ОБРАБОТАННЫЕ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИЕЙ	624
Морозов Е.В., Федотов С.Ю., Коледов В.В., Шавров В.Г., Шеляков А.В. ЭЛАСТОКАЛОРИЧЕСКИЙ ЭФФЕКТ В АМОРФНОМ СПЛАВЕ Ti2NiCu ПРИ ВНЕШНЕМ ПЕРИОДИЧЕСКОМ ВОЗДЕЙСТВИИ ДО 10 ГЦ	627
Маркова Г.В., Володько С.С., Касимцев А.В. СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ЭКСТРУДИРОВАННОГО ПОРОШКОВОГО СПЛАВА TINI	630
Бердник О.Б., Царева И.Н. ВОССТАНОВЛЕНИЕ РАБОТОСПОСОБНОСТИ МАТЕРИАЛА ЛОПАТОК ТВД	633
Кузей А.М., Филимонов В.А., Князян Н.Б., Манукян Г.Г. МЕХАНОХИМИЧЕСКОЕ ШЛИФОВАНИЕ МОНОКРИСТАЛЛОВ АЛМАЗА	636
Дородейко В.Г. ВНУТРИМАТОЧНЫЙ КОНТРАЦЕПТИВ «ЮНОНА БИО-Т»	639
Тявловский А.К., Пантелеев К.В., Жарин А.Л., Гусев О.К., Воробей Р.И., Тявловский К.Л., Свистун А.И. НЕРАЗРУШАЮЩЕЕ ВЫЯВЛЕНИЕ МАЛОРАЗМЕРНЫХ ДЕФЕКТОВ ПОВЕРХНОСТИ МАТЕРИАЛОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ БЕСКОНТАКТНОГО СКАНИРУЮЩЕГО ЗОНДА КЕЛЬВИНА	642
Жапова Д.Ю., Тимкин В.Н., Лотков А.И. БОЛЬШИЕ ОБРАТИМЫЕ НЕУПРУГИЕ ДЕФОРМАЦИИ В СПЛАВАХ НА ОСНОВЕ НИКЕЛИДА ТИТАНА: УСЛОВИЯ ПРОЯВЛЕНИЯ И МЕХАНИЗМЫ РЕАЛИЗАЦИИ	645
Хроль И.Н. ВЛИЯНИЕ ГОРЯЧЕЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ НА СТРУКТУРУ ВЫСОКОПРОЧНОГО ЧУГУНА	648
Рубаник В.В., Рубаник В.В. мл., Петрова-Буркина О.А. ТЕРМОКИНЕТИЧЕСКАЯ ЭДС В НИКЕЛИДЕ ТИТАНА ПРИ ОБРАТНОМ ФАЗОВОМ ПЕРЕХОДЕ	652
Бледнова Ж.М., Русинов П.О. ОЦЕНКА ДОЛГОВЕЧНОСТИ МАТЕРИАЛОВ, ПОВЕРХНОСТНО-МОДИФИЦИРОВАННЫХ СПЛАВАМИ С ТЕРМОУПРУГИМИ ФАЗОВЫМИ ПРЕВРАЩЕНИЯМИ, С УЧЕТОМ СТРУКТУРНО-ФАЗОВОГО СОСТОЯНИЯ	655
Яловик А.П., Белоцерковский М.А., Сосновский А.В., Чой К.Й. ПОВЫШЕНИЕ ИЗНОСОСТОЙКОСТИ СТАЛЬНЫХ ПОКРЫТИЙ, ИСПОЛЬЗУЕМЫХ ДЛЯ ВОССТАНОВЛЕНИЯ ШТОКОВ	658

Луцко В.Ф., Рубаник В.В., A. Nofal, Волочко А.Т., Лабецкий В.С., Савицкий В.О. ОБОРУДОВАНИЕ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ВЛИЯНИЯ УЛЬТРАЗВУКОВЫХ КОЛЕБАНИЙ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ ПРИ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ	661
Табачникова Е.Д., Шаповалов Ю.А., Тихоновский М.А., Подольский А.В., Цехербауэр М., Шафлер Е. ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРНОГО СОСТОЯНИЯ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И МЕХАНИЗМЫ ДЕФОРМАЦИИ ВЫСОКОЭНТРОПИЙНОГО СПЛАВА CoCrFeNiMn ПРИ ТЕМПЕРАТУРАХ 4.2 -350 К	664
Луцко В.Ф., Рубаник В.В., Кругляшов А.А., Лабецкий В.С., Казьмин А.А. ОСОБЕННОСТИ ПРОЕКТИРОВАНИЯ НОЖА ДЛЯ СИСТЕМ УЛЬТРАЗВУКОВОГО РЕЗА	665
Ковальчук Н.Л. УЛЬТРАЗВУКОВАЯ ПРОПИТКА ЭЛАСТИЧНОГО ШЛИФОВАЛЬНОГО ИНСТРУМЕНТА	668
Рубаник В.В., Шилин А.Д., Рубаник В.В. мл., Шилина М.В., Рубаник О.Е., Волочко А.Т. ВЛИЯНИЕ УЛЬТРАЗВУКОВОЙ МЕХАНОАКТИВАЦИИ ШУНГИТА НА ПРОЧНОСТЬ МЕЛКОЗЕРНИСТЫХ БЕТОНОВ	671
Минченя В.Т., Пронько Е.В., Рубаник В.В. ТЕХНОЛОГИЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ TiNi СТЕНТ-ГРАФТОВ	674
Рубаник В.В.мл., Ужекина А.Н.,Матвеев А.К., Рубаник В.В., Дородейко В.Г., Денисенко В.Л., Бухтаревич С.П УПРУГО-СИЛОВЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ КОЛОРЕКТАЛЬНОГО TiNi СТЕНТА	676
Nofal A., Rezk A., Sobhy N. SOLIDIFICATION PATH OF CAST IRON ALLOYED WITH 9.0%AL	679
Клубович В.В., Рубаник В.В. УЛЬТРАЗВУКОВЫЕ ТЕХНОЛОГИИ В РЕСПУБЛИКЕ БЕЛАРУСЬ	680
АВТОРСКИЙ УКАЗАТЕЛЬ	687
СОДЕРЖАНИЕ	694

Научное издание

ПЕРСПЕКТИВНЫЕ МАТЕРИАЛЫ И ТЕХНОЛОГИИ

Материалы
международного симпозиума
(Брест, 27–31 мая 2019 г.)

Ответственный за выпуск Царенко Ю.В.
Оформление и компьютерная верстка Дубровской Т.С., Какойченко С.Ю.

Подписано к печати 09.04.2019. Формат 60x90 1/8. Усл. печ. листов 89.8.
Уч.-изд. листов 64.8. Тираж 150 экз. Заказ № 135.

Выпущено редакционно-издательским отделом
Витебского государственного технологического университета
210038, г. Витебск, Московский пр-т, 72.
Отпечатано на ризографе учреждения образования
«Витебский государственный технологический университет».
Свидетельство о государственной регистрации издателя, изготовителя,
распространителя печатных изданий № 1/172 от 12 февраля 2014 г.
Свидетельство о государственной регистрации издателя, изготовителя,
распространителя печатных изданий № 3/1497 от 30 мая 2017.