Национальный исследовательский
технологический университет

Восьмая Международная конференция
«Кристаллофизика и деформационное
поведение перспективных материалов»
5–8 ноября 2019
МОСКВА

Министерство образования и науки РФ
Научный Совет РАН по физике конденсированных сред
Межгосударственный Координационный Совет
по физике прочности и пластичности материалов
Национальный Исследовательский Центр «Курчатовский Институт»
Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»
Федеральный научно-исследовательский центр «Кристаллография и фотоника» РАН
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт физики твердого тела РАН

М О С К В А
5-8 ноября 2019 г.

Восьмая Международная конференция

«КРИСТАЛЛОФИЗИКА И ДЕФОРМАЦИОННОЕ ПОВЕДЕНИЕ ПЕРСПЕКТИВНЫХ МАТЕРИАЛОВ»

посвященная 150-летию открытия Д.И. Менделеевым Периодического закона химических элементов

Третья Международная Школа Молодых Ученых

«АКТУАЛЬНЫЕ ПРОБЛЕМЫ СОВРЕМЕННОГО МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ»

ТЕЗИСЫ ДОКЛАДОВ

***Конференция проводится
при финансовой поддержке
Российского Научного Фонда
(грант № 19-02-20013)***

ISBN 978-5-907226-33-3

СОПРЕДСЕДАТЕЛИ ОРГАНИЗАЦИОННОГО КОМИТЕТА:

М.В. Ковальчук – член-корр. РАН, президент НИЦ «Курчатовский институт»

А.А. Черникова – проф., ректор НИТУ «МИСиС»

ЗАМЕСТИТЕЛИ ПРЕДСЕДАТЕЛЯ ОРГАНИЗАЦИОННОГО КОМИТЕТА:

А.М. Глезер – проф., НИТУ «МИСиС»

В.М. Каневский – проф., ФНИЦ «Кристаллография и Фотоника» РАН

Ю.Н. Пархоменко – проф., ОАО «Гиредмет»

СОПРЕДСЕДАТЕЛИ ПРОГРАММНОГО КОМИТЕТА:

М.Р.Филонов – проф., проректор НИТУ «МИСиС»

Ю.Н. Пархоменко – проф., ОАО «Гиредмет»

ЗАМЕСТИТЕЛИ ПРЕДСЕДАТЕЛЯ ПРОГРАММНОГО КОМИТЕТА:

В.И. Альшиц – проф., ФНИЦ «Кристаллография и Фотоника» РАН

Е.А. Левашов – проф., НИТУ «МИСиС»

УЧЕНЫЕ СЕКРЕТАРИ КОНФЕРЕНЦИИ

М.В. Колдаева – ФНИЦ «Кристаллография и Фотоника» РАН

И.В. Щетинин – НИТУ «МИСиС»

ПРЕДСЕДАТЕЛЬ ЛОКАЛЬНОГО ОРГКОМИТЕТА

Н.А. Коротченко – НИТУ «МИСиС»

ОРГАНИЗАЦИОННЫЙ КОМИТЕТ:

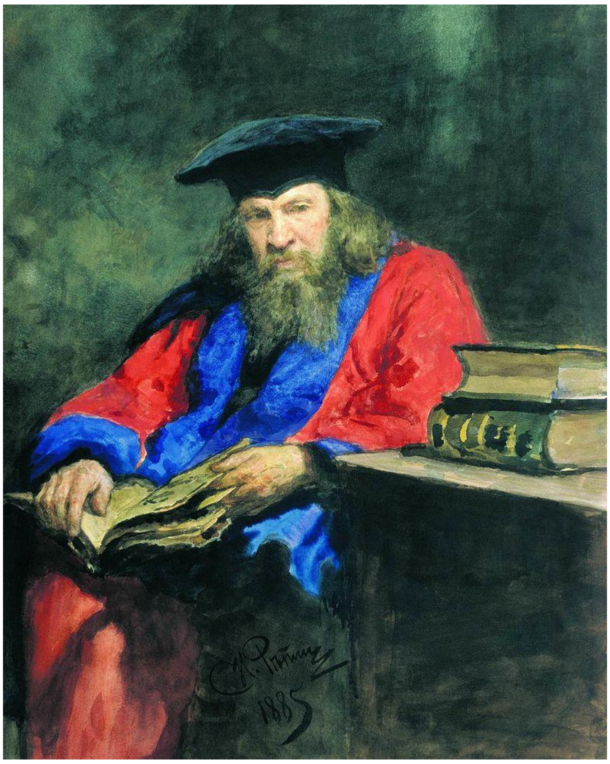
Алфимов М.В.	*ФНИЦ «КиФ» РАН*
Антипов В.В.	*НИТУ «МИСиС»*
Багаев С.Н.	*ИЛФ СО РАН*
Бетехтин В.И.	*ФТИ им. Иоффе РАН*
Бокштейн Б.С.	*НИТУ «МИСиС»*
Вуль А.Я.	*ФТИ им. Иоффе РАН*
Гастрок Й.	*Zwick & KG, Германия*
Головин Ю.И.	*Тамбовский ГУ*
Демков А.	*Техасский ун-ет США*
Добаткин С.В.	*ИМЕТ РАН*
Дьяконова Н.П.	*НИТУ «МИСиС»*
Земсков В.С.	*ИМЕТ РАН*
Иевлев В.М.	*Ворнежский ГУ*
Калошкин С.Д.	*НИТУ «МИСиС»*
Каннель Г.И.	*ОИВТ РАН*
Кведер В.В.	*ИФТТ РАН*
Конов В. И.	*ИОФ РАН*
Крохин О. Н.	*ФИ РАН*
Кузьмин М.И.	*ИГХ СО РАН*
Левченко А.А.	*ИФТТ РАН*
Макаров А.В.	*ИФМ УрО РАН*
Мушников Н.В.	*ИФМ УрО РАН*
Осико В.В.	*ИОФ РАН*
Петраков В.С.	*ЭЭИ*
Прокошкин С.Д.	*НИТУ «МИСиС»*
Панин С.В.	*ИФПМ СО РАН*
Рудской А.И.	*С-ППУ Петра Вел.*
Савченко А.Г.	*НИТУ «МИСиС»*
Сагарадзе В.В.	*ИФМ УрО РАН*
Салихов С.В.	*НИТУ «МИСиС»*
Сигов А.С.	*МТУ МИРЭА*
Тулин В.А.	*ИПТМ РАН*
Филонов М.Р.	*НИТУ «МИСиС*
Шавров В.Г.	*ИРЭ РАН*
Шур В.Я.	*УрФУ*
Юртов Е.В.	*РХТУ*

ПРОГРАМНЫЙ КОМИТЕТ:

Викарчук А.А.	*ТольяттинскийГУ*
Волошин А.Э.	*ФНИЦ «КиФ» РАН*
Гармаш В.М.	*НИИ «Полюс»*
Гринберг Б.А.	*ИФМ УрО РАН*
Диденко И.С.	*НИТУ «МИСиС»*
Задорожний В.А.	*НИТУ «МИСиС»*
Зуев Л.Б.	*ИФПМ СО РАН*
Иржак Д.В.	*ИПТМ РАН*
Ивлева Л.И.	*ИОФ РАН*
Капуткина Л.М.	*НИТУ «МИСиС»*
Карпов М.И.	*ИФТТ РАН*
Квардаков В.В.	*РНЦ «Курчат. ин-ут»*
Колобов Ю.Р.	*Белгородский ГУ*
Криштал М.М.	*Тольяттинский ГУ*
Кугаенко О.М.	*НИТУ «МИСиС»*
Малыгин Г.А.	*ФТИ им. Иоффе РАН*
Миловзоров Г.С.	*НИТУ «МИСиС»*
Непомнящих А.И.	*ИГХ СО РАН*
Педько Б.Б.	*Тверской ГУ*
Перов Н.С.	*МГУ*
Петржик М.И.	*НИТУ "МИСиС»*
Петухов Б.В.	*ФНИЦ «КиФ» РАН*
Писаревский Ю.В.	*ФНИЦ «КиФ» РАН*
Пушин В.Г.	*ИФМ УрО РАН*
Рашкович Л.Н.	*МГУ*
Романов А.Е.	*ФТИ им. Иоффе РАН*
Рыбин В.В.	*С-ППУ Петра Вел.*
Ткаль В.А.	*Новгородский ГУ*
Смирнов Б.Б.	*ИОХ РАН*
Суворов Э.В.	*ИФТТ РАН*
Филиппов Г.А.	*ЦНИИчермет*
Федоров В.А.	*Тамбовский ГУ*
Чириков Н.В.	*НИТУ «МИСиС»*
Якимов Е.Б.	*ИПТМ РАН*

ЛОКАЛЬНЫЙ КОМИТЕТ:

Коротченко Н.А.	*НИТУ МИСиС* - *председатель*
Петржик Е.А.	*ФНИЦ «Кристаллография и Фотоника» РАН*
Ширшиков С.О.	*НИТУ МИСиС*
Космынина А.А.	*НИТУ МИСиС*
Мурадимова Л.Ф.	*НИТУ МИСиС*
Хрипливец И.А.	*НИТУ МИСиС*



ДМИТРИЙ ИВАНОВИЧ МЕНДЕЛЕЕВ
(1834 – 1907)

Выдающийся русский ученый-энциклопедист Дмитрий Иванович Менделеев (27.01.1834 г. – 20.01.1907 г.) - автор фундаментальных работ по химии, физике, химической технологии, метрологии, воздухоплаванию, метеорологии, сельскому хозяйству и экономике. Родился в г. Тобольске, учился в Бонне, член-корреспондент Императорской Санкт-Петербургской Академия Наук.

В ходе работы над трудом «Основы химии», Д.И. Менделеев в феврале 1869 года открыл один из фундаментальных законов природы — периодический закон химических элементов, позволяющий не только с точностью определить многие свойства уже известных элементов, но и прогнозировать свойства еще не открытых. В ходе работы над периодической таблицей Менделеев уточнил значения атомных масс девяти элементов, а также предсказал существование, атомные массы и свойства ряда элементов, открытых позже (галлия, скандия, германия, полония, астата, технеция и франция). Дополнил таблицу нулевой группой благородных газов в 1900 году. В 1850-х годах исследовал явления изоморфизма, которые демонстрируют взаимозависимость кристаллической формы и химического состава соединений, а также зависимость свойств элементов от их атомных объемов.

В 1859 году Д.И. Менделеев сконструировал прибор для определения плотности жидкости — пикнометр. В 1860 году открыл температуру абсолютного кипения жидкостей — критическую температуру, при которой плотность и давление насыщенного пара максимальны, а плотность жидкости, находящейся в динамическом равновесии с паром, минимальна.

Д.И. Менделеев на протяжении всей жизни исследовал химические растворы, постепенно постигая природу химического соединения как такового, а уравнение Клапейрона—Менделеева (общее уравнение состояния идеального газа) — важная формула, устанавливающая зависимость между давлением, молярным объемом и абсолютной температурой идеального газа.

Научные исследования в области химии и других наук он сочетал с активным участием в производственных предприятиях, где теоретические научные проблемы имели важное прикладное значение. Кроме того, он интересовался весьма разноплановыми сферами деятельности, включая воздухоплавание, кораблестроение и освоение Крайнего Севера.

Д.И. Менделеев — автор более полутора тысяч трудов, в том числе классических «Основ химии», первого систематизированного изложения неорганической химии (1869—1871). Он пользовался огромным научным авторитетом во всем мире и был удостоен множества наград — российских и зарубежных орденов и медалей, почетного членства в разнообразных российских и зарубежных научных обществах, многочисленных научных званий.

Открытие 150 лет назад Дмитрием Ивановичем Менделеевым Периодического закона химических элементов позволило целенаправленно влиять на кристаллофизические, химические и механические свойства перспективных материалов путем оптимального легирования и последующей термомеханической обработки. На основании этого закона существует реальная перспектива создания комплекса электронных и физико - химические свойств функциональных и конструкционных материалов, необходимых для современной техники и медицины.

СОДЕРЖАНИЕ

ADAPTIVE X-RAY OPTICS AS AN INSTRUMENT FOR TIME-RESOLVED STUDIES OF CRYSTALLINE MATERIALS UNDER STATIC MECHANICAL COMPRESSION

Akkuratov V.I.[1,2], Eliovich I.A.[1,2], Targonskii A.V.[1,2], Pisarevsky Yu. V.[1,2], Blagov A. E.[1,2]
[1]FSRC «Crystallography and photonics» RAS, 119333, Moscow, Russia, Leninskii pr. 59
[2]NRC «Kurchatov Institute», 123182, Moscow, Russia, Akademika Kurchatova pl. 1
E-mail: akkuratov.val@gmail.com

A new approach to time-resolved X-Ray experiments implementation at both laboratory X-Ray sources and synchrotron facilities is presented. Proposed X-Ray diffraction method based on adaptive X-ray optics and applied for investigation of deformation processes in crystalline materials under external loading with time resolution. This method allows receiving information about changes in atomic structure recording rocking curves (the dependence of the X-ray radiation intensity on the angle near Bragg angle) and reciprocal space maps (RSM) by fast tunable X-Ray optical element. This element consists of a piezoelectric monolithic bimorph lithium niobate ($LiNbO_3$) single crystal and a silicon plate attached to its face. When electrical signal is applied to the lithium niobate, it is possible to control the spatial position of the diffracted X-ray beam [1]. Time resolution of proposed method scales up to hundreds of microseconds for rocking curve record and up to tens of seconds in RSM case, and depending on brilliance of X-ray source.

The evolution of defective structure of silicon (Si) crystals subjected to uniaxial mechanical compression was investigated using the proposed method. The essence of such evolution is defect multiplication, displacement and shifting of atomic planes, which can be easily determined by changes in rocking curve [2] and RSM parameters. It is shown, that received data is the same as results of goniometer based systems for precise sample angular positioning.

The presented approach makes it possible to obtain information about changes in crystal structure with a lower time delay compared to existing methods, which is in demand in research and production processes.

The reported study was funded by RFBR according to the research project № 18-32-20108.

References:
[1] A. E. Blagov et al., Experimental Techniques, 517–523 (2017) 41 (5)
[2] Y. A. Eliovich, V. I. Akkuratov et al., Crystallography Reports, 708-712 (2018) 63 (5)

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.1

Crystal structure and phase transitions in metastable Fe-Ga based alloys at cooling, heating and isothermal annealing

A.M. Balagurov[a, b], I.A. Bobrikov[a], N.Yu. Samoylova[a, c], S.V. Sumnikov[a, c], A.K. Mohamed[d], V.V. Palacheva[d], V.V. Cheverikin[d], I.S. Golovin[d,*]

[a] Frank Laboratory of Neutron Physics, Joint Institute for Nuclear Research, Dubna, Russia
[b] Lomonosov Moscow State University, Moscow, Russia
[c] Institute of Nuclear Physics, Lomonosov Moscow State University, Moscow, Russia
[d] National University of Science and Technology MISIS, Moscow, Russia
* i.golovin@misis.ru

Fe-Ga alloys, also known as Galfenols, exhibit an attractive combination of magnetostrictive and mechanical properties. The puzzle of the nature of giant magnetostriction in ferromagnetic α-Fe alloyed by nonmagnetic Ga is under extensive discussions. The effect of the structure of Fe-Ga alloys on their functional properties is discussed practically in all research papers and a huge difference in sample properties after 'quick' and 'slow' cooling is firmly stated. Surprisingly, almost in all the papers the terms 'quick' and 'slow' are not defined with respect to cooling rates. An obvious and huge difference between structure and properties of *equilibrium* and *metastable* Fe-Ga alloys along with a very uncertain specification for metastable state and metastable diagram lead to the urgent necessity of understanding the role of cooling rate in formation of the alloys structure at room temperature and in sequence of phase transitions at cooling.

Thus, our recent efforts address: (i) the study of the structure of Fe-(15-45at.%)Ga alloys at room temperature after cooling with different cooling rates, (ii) the study in '*in situ*' regime phase transitions during cooling in the same alloys, (iii) study of phase transitions due to instant heating and isothermal annealing and micro-alloying by RE of as cast alloys.

Structural features and kinetics of the transition between metastable $D0_3$ and equilibrium $L1_2$ phases of Fe–Ga alloys have been analyzed by *in situ* real-time neutron diffraction during isothermal annealing and after long-term annealing (300 hrs). It is revealed that the transition proceeds with alternation of the first- and second-order phase transitions according to the $D0_3 \rightarrow A2 \rightarrow A1 \rightarrow L1_2$ scheme, where A2 and A1 are disordered bcc and fcc structures. The kinetics of $L1_2$ phase nucleation and growth were analyzed in the frame of the Johnson–Mehl–Avrami–Kolmogorov (JMAK) model.

Different ratios between $D0_3$ and $L1_2$, characterized by magnetostriction values of different signs, are achieved using an isothermal annealing treatment that produces an intrinsic composite in the alloy. Depending on the relative fraction of the $D0_3$ and $L1_2$ phases, the magnetostriction values of the alloy, λ_S, vary from positive to negative values, including the value of $\lambda_S = 0$ for the alloy with $L1_2$:$D0_3$ = 2:1, thus demonstrating the controlled adjustment of magnetostriction in these advanced alloys.

A remarkable enhancement of the saturation magnetostriction of the Fe-Ga alloys occurs by doping with trace amounts of Tb, which also significantly suppresses the appearance of closed packed structures ($L1_2$ and $D0_{19}$) at continuous heating, cooling or isothermal annealing stabilizing the $D0_3$ structure at room temperature.

[1] Acta Materialia 130 (2017) 229-239; Materials and Design, 98 (2016) 113-119;
[2] Intermetallics 93 (2018) 55-62; 100 (2018) 20–26; 105 (2019) 6-12
[3] JALCOM, 707 (2017) 51-56; 751 (2018) 364-369; 758 (2018) 214-223
DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.2

GRAIN SIZES AND DISLOCATION DENSITIES IN AUSTENITIC STEELS WITH DYNAMICALLY AND POST-DYNAMICALLY RECRYSTALLIZED MICROSTRUCTURES

A. Belyakov, V. Torganchuk, M. Odnobokova, M. Tikhonova, R. Kaibyshev

Belgorod State University, Belgorod 308015, Russia, belyakov@bsu.edu.ru

Structural steels and alloys are commonly subjected to various thermo-mechanical treatments, which result in required combinations of mechanical properties of semi-products owing to appropriate microstructures. The grain size and the dislocation density are two of the most important microstructural parameters affecting the mechanical properties of metallic materials. The aim of a part of this study is to elaborate the relationship between the deformation conditions within the warm to hot working domain and the deformation grain size and dislocation density by using our current results on a medium-Mn austenitic steel with a reference to other alloys with fcc-lattices and relatively low stacking fault energies.

Depending on the deformation conditions, the structural changes are characterized by the development of dynamic recovery (DRV) or dynamic recrystallization (DRX) including a partial post-dynamic recrystallization under warm or hot working conditions, respectively. Generally, the deformation grain size decreases while the dislocation density increases with a decrease in deformation temperature. Both the grain size and the dislocation density can be expressed by power law functions of temperature-compensated strain rate, i.e., Zener-Hollomon parameter, with exponents of -0.33 and 0.2, respectively, in the case of discontinuous DRX. On the other hand, the exponents of -0.1 and 0.06 are obtained for the grain size and dislocation density dependencies on the temperature-compensated strain rate, respectively, under conditions of warm deformation accompanied by DRV (followed by continuous DRX after sufficiently large strains). Therefore, a power law function could be obtained between the grain size and the dislocation density with a grain size exponent of -0.6, irrespective of the mechanisms of microstructure evolution operating in a wide range of deformation conditions.

The ultrafine-grained microstructures and their effect on the yield strength of a 316L-type austenitic stainless steel processed by large strain warm/cold rolling and subsequent annealing are the second part of this study. The structural changes during annealing are characterized by the transformation of martensite to austenite (in the cold worked samples) and the development of continuous post-DRX (in both cold and warm worked samples). A power law function is obtained between the mean grain size and the dislocation density with a dislocation density exponent of -0.5. This relationship is confirmed by theoretical consideration. According to the model of normal (continuous) grain growth, originally proposed by Burke and Turnbull, the grain size can be expressed by a power law function of annealing time with an exponent of 0.5, assuming that initial grain size is negligibly small. On the other hand, decreasing the dislocation density in accordance with a dislocation annihilation recovery model is in inverse proportion with annealing time similar to the experimentally observed relationship.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.3

ADAPTIVE X-RAY OPTICAL ELEMENTS BASED ON LONGITUDINAL AND TRANSVERSE ACOUSTIC WAVES IN THE KHZ AND MHZ FREQUENCY RANGES

Blagov A.E.[1,2], Mkrtchyan A.R.[3], Kocharyan V.R.[3], Movsisyan A.E.[3], Muradyan T.R.[3], Targonskiy A.V.[1,2], Pisarevsky Yu.V.[1,2], Eliovich Ya.A.[1,2], Kulikov A.G. [1,2], Akkuratov V.I. [1,2], Kovalchuk M.V. [1,2]

[1] FSRC "Crystallography and photonics" RAS, Moscow, Russia
[2] NRC "Kurchatov institute", Moscow, Russia
[3] Institute of Applied Problems of Physics, NAS of Armenia, Yerevan, Armenia
targonsky@crys.ras.ru

X-ray acoustic interactions allowing to implement the control of X-ray parameters are widely studied. Among the numerous researches, it is possible to highlight the ability of controlling the spatial and energy spectrum of X-ray radiation [1] and the effect of redistribution of intensity between transmitted and diffracted beam [2]. This paper describes the implementation of a combination of these two possibilities.

The effects of the redistribution of intensities between the diffracted and transmitted X-ray beams under the conditions of excitation of resonant acoustic thickness oscillations in quartz crystals were investigated. It has been established that the effect of increasing the intensity of a diffracted beam almost linearly depends on the amplitude of ultrasound (the FWHM of the rocking curves does not change at the same time) and is observed for all the studied reflexes.

The time characteristics of the observed effects upon excitation and relaxation of ultrasonic oscillations were investigated for the first time: the process of increasing intensity takes about 250 microseconds, then its oscillation is observed for about 1 millisecond, and the process of complete relaxation takes about 1.5 milliseconds.

Preliminary design of elements combining thickness and longitudinal oscillations are considered, several schemes of implementation are proposed. The effect of intensity redistribution in Potassium and Rubidium hydrogen phthalate crystals, which are emerging materials for creating a two-frequency element, was studied for the first time.

Prospects of implementation of such elements at synchrotron radiation as well as laboratory sources will discussed.

The reported study was partially supported in the framework of the joint programs of the Russian Foundation for Basic Research (project № 18-52-05024 Arm_a) and Science Committee of Ministry of Education and Science of Armenia (project №18RF-142).

1. A.E. Blagov, M.V. Kovalchuk et al. JETP letters, t.128, 5 (11) (2005). P.893
2. A.P. Mkrtchyan, M.A. Navasardyan, V.K. Mirzoyan. JTP letters, 8, 677 (1982)

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.4

THE IMPACT OF INDIVIDUAL LAYER THICKNESS ON THE CU/W NANO-MULTILAYER-TO-NANOCOMPOSITE TRANSITION

A. V. Druzhinin[1,2,3,*], D. Ariosa[4], S. Siol[1], N. Ott[1], B. B. Straumal[2,3,5], J. Janczak-Rusch[1], L. P.H. Jeurgens[1], C. Cancellieri[1]

*druzhininsas@mail.ru
[1]Empa, Swiss Federal Laboratories for Materials Science and Technology, Laboratory for Joining Technologies and Corrosion, Überlandstrasse 129, Dübendorf CH-8600, Switzerland
[2]National University of Science and Technology «MISIS», Leninsky prospect 4, Moscow 119049, Russian Federation
[3]Institute of Solid State Physics and Chernogolovka Scientific Center, Russian Academy of Sciences, Moscow district, Academician Ossipyan str., Chernogolovka 142432, Russian Federation
[4]Instituto de Física, Facultad de Ingeniería, Universidad de la República, Herrera y Reissig 565, C.C. 30, Montevideo 11000, Uruguay
[5]Karlsruhe Institute of Technology (KIT), Institute of Nanotechnology, Hermann-von-Helmholtz-Platz 1, Eggenstein-Leopoldshafen 76344, Germany

Nano-multilayers (NMLs) and nanocomposites (NCs) are functional nano-architectures, which mechanical, chemical and/or physical properties can be tailored by smart microstructural and interfacial design [1]. NMLs, constituted of alternating nano-layers of immiscible metals, can evolve upon thermal treatment in a NC (multilayer structure degradation) with tailored mechanical, electrical and/or thermal properties. Particularly, NML-to-NC transition was observed in Cu/W NMLs (alternating bilayers: 5 nm Cu + 5 nm W) during high temperature annealing in vacuum [2]. It was shown that the driving force for the transformation is provided by the minimization of the total Gibbs energy, as achieved by a reduction of internal interfaces.

In the present work, the role of the individual Cu and W nano-layer thicknesses (3, 5, 10 nm) in Cu/W NMLs produced by Physical Vapor Deposition (PVD) on the final microstructure of NC is systematically investigated [3]. It is revealed that NC microstructure depends on the initial design of the Cu/W NML: W grains recrystallize into a more spherical shape, embedded in a matrix of Cu atoms, for NMLs with the combination of thick Cu and thin W layers. The variation of a Cu-to-W individual nano-layer thickness ratio results in the change of annealing temperature sufficient for NC formation. High internal stresses in as-deposited Cu and W nano-layers hinder the onset of the NML degradation process. Different kinetics of stress release in NMLs with different Cu/W individual nano-layer thicknesses change the degradation onset temperature: Cu outflow to the NML surface acts as a stress relaxation mechanism.

The reported study was funded by RFBR, project number 19-33-90125.

[1] J. Janczak-Rusch et al., J. Mater. Eng. Perform, Vol. 23 (2014) page No. 1608–1613.
[2] F. Moszner et al., Acta Materialia, Vol. 107 (2016) page No. 345–353.
[3] A. V. Druzhinin et al., Materialia, Vol. 7 (2019) page No. 100400.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.5

New possibilities of real time X-Ray studies of defect structure of crystals

I.A. Eliovich[1,2], A.V.Targonskii[1,2], A.E. Blagov[1,2], Yu.V.Pisarevskii[1,2], V.I. Akkuratov[1,2], A.I. Protsenko[1,2], A.G. Kulikov[1,2], M.V. Kovalchuk[1,2]

[1] FSRC "Crystallography and photonics" RAS
[2] NRC "Kurchatov institute"

yan.eliovich@gmail.com

A method is proposed for measuring the evolution of the defect structure of crystals with a time resolution using the registration of a change in the shape and half-width (FWHM) of the rocking curves (RC).

Fast control of X-ray parameters, including scanning diffraction conditions and controlling by times much shorter than possibilities of traditional approaches, is a very relevant scientific task. We overcame limitation of traditional approach, such as complex goniometric systems, by using of non-mechanical adaptive X-ray optic elements, such as X-ray acoustic resonators of longitudinal oscillations or bimorph piezo-actuators [1]. It allows fast and precise variation of X-ray diffraction parameters, varying the angular position of the X-ray beam and controlling its wavelength. An important feature of the method is the possibility of conducting experiments not only in laboratory conditions, but also at synchrotron stations.

The method has been successfully applied to the study of processes occurring in crystals under the action of both static and dynamic loads. Using this method, studies of a silicon crystal subjected to quasistatic mechanical load were carried out [2]. The studies of the evolution of the defective structure of lithium fluoride single crystals under the conditions of dynamic ultrasonic loading in a wide range of amplitudes have also been studied [3]. It is shown that the diffraction pattern (shape and FWHM of rocking curves) under the ultrasonic load can differ significantly from the original, and the proposed method allows monitoring its changes with a temporal resolution of up to 10 μs, which is inaccessible when using mechanical goniometric systems. Studies of the evolution of the defective structure using the new method showed significant (at least 3 orders of magnitude on a laboratory source) superiority in speed over existing methods.

The reported study was funded by RFBR and DFG 19-52-12029 and by RFBR according to the research project №18-32-20108.

1. Blagov A.E., Bikov A.S and etc // IET. 2016. № 5. C. 109
2. I.A. Eliovich,V.I. Akkuratov and etc // Crystallography reports, 2018, Vol. 63, № 5, p. 708
3. Blagov A.E., Pisarevskii Yu.V. and etc. // PSS. 2017. Vol. 59. № 5. p. 947.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.6

COUPLED THERMODYNAMIC AND TRANSPORT ANALYSIS FOR A «Te+H_2» SYSTEM USED FOR SYNTHESIS OF THREAD-LIKE CRYSTALS OF TELLURIUM

A.O. Kuzmin[1], A.M. Ismailov[2], M.R. Rabadanov[2], I.M. Shapiev[2]
[1]Institute of Catalysis, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Novosibirsk, Russia
[2]Dagestan State University, Makhachkala, Russia
kuzmin@catalysis.ru

Tellurium is an elemental semiconductor, interest in which has recently increased due to the possibility of creating devices using structures based on thread-like crystals or whiskers (gas sensors, field-effect transistors, thermoelectric and piezoelectric devices, etc.) [1, 2].

Methods proposed for the growth of tellurium whiskers may be divided into two groups: (1) 'wet' chemical synthesis; (2) deposition from the gaseous phase. The thermal vacuum deposition technique is one of the most commonly used for producing thin films and thread-like crystals of tellurium. Its main disadvantage is that the vapor phase of tellurium is almost entirely composed of Te_2 diatomic molecules, not Te atoms, leading to non-perfect surface structure (the mobility of Te_2 atoms on the growing surface is low at substrate temperatures less than $T_{пл}$ = 452°C).

Thermochemical activation of the desired crystallization process of tellurium by introduction of H_2 into the system is suggested, bringing H_2Te molecule as a new precursor of growing crystals according to reaction Te + H_2 = H_2Te. This method allows to make tellurium crystals of different structural perfection and morphology: amorphous and epitaxial films, thread-like crystals (solid (Fig. 1b) and hollow-fiber (Fig 1a)), and microplates.

Coupled thermodynamic and transport analysis for the «Te+H_2+H_2Te» system is performed to describe the peculiarities of this approach.

Acknowledgements: The financial support of RFBR grant 18-02-00808 is gratefully acknowledged.

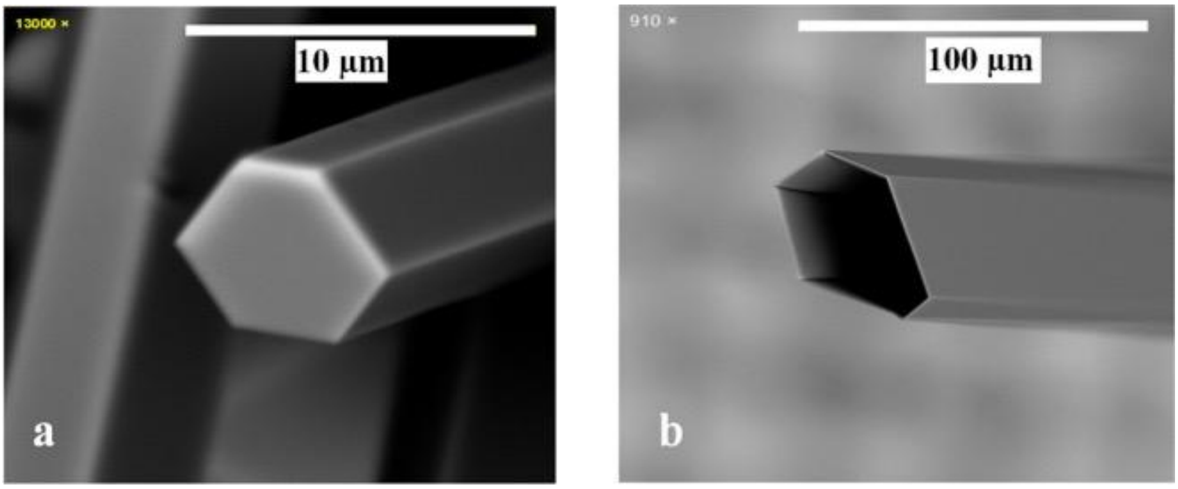


Figure 1. Thread-like Te crystals (solid (a) and hollow-fiber (b))

1. Z. He, Y. Yang, J-W. Liu and S-H. Yu, Chem. Soc. Rev., 2017, 46, 2732–2753.
2. Y. Pan, S. Gao, L. Yang, and J. Lu, Phys. Rev. B, 2018, 98, 085135.
DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.7

INVESTIGATION OF NANOSIZED STRUCTURAL PECULIARITIES OF LOW-TEMPERATURE PHASE IN LEAD MAGNOSIUM NIOBATE

A.R.Lebedinskaya

Southern Federal University, 344090, Rostov-on-Don, Russia
e-mail: lebed1989@rambler.ru

One of the perspective direction of the functional materials properties research is the direction associated with the possibility of forming the required dielectric, piezoelectric and ferroelastic properties in objects by the application of external influences.

Relaxor ferroelectrics with a perovskite structure, the classical representative of which is traditionally lead magnoniobate $PbMg_{1/3}Nb_{2/3}O_3$ (PMN), were discovered and intensively studied all over the world more than half a century ago [1,2]. The unique properties of these objects determined the attractive prospects for their use in micro- and nanoelectronics. However, despite the rather long history of the study of relaxor ferroelectrics, a complete and unambiguous understanding of the nature of the processes occurring in them has not yet been achieved, especially at temperatures below the temperature of the relaxation phase transition (T_m = 240 K). Earlier, an assumption was made about the appearance of regions of about 10 nm in bounded fragments of a lead magnoniobate crystal, which are characterized by structural and / or compositional ordering, which are possible and cause a wide spectrum of the observed electrophysical properties of these objects [2,3].

In the present work, the processes of microscopic structure restructuring in single-crystal samples of lead magnosium niobate were investigated by X-ray structural analysis at temperatures below T_m = 240 K. Analysis of the obtained results suggests that as the temperature approaches T_m, the ordering of lead atoms in neighboring cells and related with this antiparallel displacements of oxygen atoms, indicating possible rotation of oxygen octahedra. The detected atomic displacements in PMN can be the cause of the emergence of superstructural reflections, indicating a doubling of the parameters of the elementary perovskite cell [3,4]. The obtained results allow us to speak of possible local deformational changes in the crystal lattice in lead magnosium niobate at low temperatures.

For lead-containing ferroelectric relaxors the local displacements of lead atoms are a sign of the formation of the regions of the nanoscale metastable polarization. The detected deformational changes in the low-temperature state of the PMN structure can be used to create materials with predetermined physical properties.

References

1. Smolensky, G.A. Dielectric polarization and loss of some compounds of complex composition / G.A. Smolensky, A.I. Agranovskaya // ZhTF - 1958. - V.28. - № 7.- p.1491-1429.
2. Bokov, A.A. Dielectric relaxation in relaxor ferroelectrics / A.A. Bokov, Z.-G. Ye // Journal of Advanced Dielectrics – 2012.-V. 2, №. 2 - 1241010 (24 pages).
3. Vakhrushev, S.B. Glassy phenomena in perovskite-like crystals / S.B. Vakhrushev, B.E. Kvjatkovskiy, A.A. Naberezhnov, N.M. Okuneva, B.P. Tolerverg // Ferroelectrics – 1989. - V. 90 - P. 173-176.
4. Vakhrushev, S.B. Determination of the polarization vector in lead magnoniobate../ S.B. Vakhrushev, A.A. Naberezhnov, N.M. Okuneva, B.N Savenko // FTT, 1995, V. 37, №. 12, P 3621 - 3629.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.8

Magnetostrictive inclusions in "non magnetic" metals and "magnetic memory" in magneto-plasticity: facts versus artifacts

R.B.Morgunov[1,2], A.A.Skvortcov[2], E.Beaugnon[3]

[1]Institute of Problems of Chemical Physics, Chernogolovka 142432, Russia
[2]Institute of Physics, Mathematics and Information Technology, Immanuel Kant Baltic Federal University, Kaliningrad 236022, Russia
[3]Department of Strength of Materials, Moscow Polytechnic University, Moscow 107023, Russia
[4]CNRS/LNCMI, National Laboratory of Strong Magnetic Fields, 38042 Grenoble, France

Analysis and statistical treatment of the > 200 scientific reports about magnetic field effects on plasticity of solids were performed. Thermodynamics criterions of the reversible and irreversible processes stimulated by magnetic field were applied for selection of the magnetoplastic effects of different origins. We focused on study of those magnetoplastic effects, where additional internal mechanical stresses are caused by magnetostriction of ferromagnetic inclusions. The cases of artifacts, when instrumental treatment of metals introduces ferromagnetic microparticles were verified and discussed.

As an example of the magnetostrictive magnetoplasticity an accurate analysis of the mechanical properties of Al alloy containing FeAl inclusions will be presented. Exposure of the nominally pure industrial Al-Mg-Si-Fe alloy to magnetic field 0.7 T induces residual changes that provide a creep rate increase up to 25% and microhardness decrease down to 30%. FeAl inclusions of ~1 μm size were revealed in the alloy. Magnetostriction of the ferromagnetic inclusions providing local mechanical stresses and generation of fresh dislocations in the vicinity of the inclusions is the main reason for magnetoplasticity. Ferro-, antiferro-, and paramagnetic contributions of the inclusions and/or Fe atoms distributed in the Al matrix have been distinguished. The chemical composition of FeAl inclusions determined by transition electron microscopy and local field probed by the Mossbauer technique are in good agreement with saturation magnetization of the FeAl alloys. The effect of magnetostrictions results in residual changes in Al zone in the vicinity of the inclusions. These changes cause increased amount of fresh dislocation involved in plasticity.

Residual change of plasticity provides improvement of the Al processing under magnetic field. We found in the literature variety of the magnetic field effects on plasticity of the other non ferromagnetic solids, similar with one studied in Al alloys. Premeditated introduction of the magnetostrictive microparticles into non magnetic metals can be used to decrease the energy losses during the treatment of metals.

1. A. Skvortsov, D. Pshonkin, E. Kunitsyna, R. Morgunov, and E. Beaugnon, J. Appl. Phys. 125, 023903 (2019).

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.9

ANALYSIS OF DISLOCATION STRUCTURE OF NEAR-A TI ALLOY AFTER TENSILE DEFORMATION AT DIFFERENT STRAIN RATES

Peter Panfilov, Dmitry Zaycev, Maksim Kalienko
Ural Federal University, Ekaterinburg, Russia
peter.panfilov@urfu.ru

With increasing strain, work hardening is a common phenomenon for most single-crystal and polycrystalline metals, and occurs over a wide temperature range. To date, the explanation for evolution of dislocation structure of Ti alloy occurring at deformation with different strain rates has not been studied in detail. This constitutes the motivation behind this study.

In this paper the mechanical properties and microstructures of annealed and deformed Ti alloy were characterized to study by XRD and EBSD technics. Ti alloy were annealed at 800 °C for 1 h firstly and then were examined by tensile test at various strain rates (0.05, 5, 500mm/min). By applying X-ray diffraction analysis and the Williamson-Hall method, the evolution of dislocation type and density in the HCP Ti-phase is distinguished. Afterwards by Electron backscatter diffraction (EBSD) analysis methods, the microstructural features were characterized focusing on the misorientations of grains.

The results reveal that the strengths of the materials are increased with increasing strain rates and decreases ductility. X-ray analysis show that the dislocation density is decreasing with increasing strain rate. EBSD results confirm results of XRD and show that as the strain rates increases, the deformation level and misorientation of grains decreases. The influence of the strain rates on the dislocation behavior during tensile deformation is also discussed.

This work is supported by the Russian Science Foundation №18-19-00217

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.10

ULTRASMALL DIAMOND NANOPARTICLES WITH UNUSUAL INCOMPRESSIBILITY

Mikhail Popov[1,2,3,*], Valentin Churkin[1,3], Danila Ovsyannikov[1], Almaz Khabibrakhmanov[1,3], Alexey Kirichenko[1], Elena Skryleva[2], Yury Parkhomenko[2], Mikhail Kuznetsov[1], Sergei Nosukhin[1], Pavel Sorokin[1,2,3], Sergey Terentiev[1], Vladimir Blank[1,2,3].

[1]Technological Institute for Superhard and Novel Carbon Materials, 108840, 7a Tsentralnaya, Troitsk, Moscow, Russian Federation
[2]National University of Science and Technology MISiS, 119049, Leninskiy prospect 4, Moscow, Russian Federation
[3]Moscow Institute of Physics and Technology State University, 141700, Institutskiy per. 9, Dolgoprudny, Moscow Region, Russian Federation

Based on experimental and theoretical studies, the 607 GPa bulk modulus of nanodiamond 2-5 nm was determined, which significantly exceeds the bulk modulus of diamond crystal (443 GPa) and approaches the values typical of ultrahard fullerite (600-1000 GPa). Bulk modulus of nanodiamond 2-5 nm was experimentally measured by piezospectroscopy using a diamond anvil cell with anvils made of synthetic diamond with a high (~ 60%) ^{13}C isotope content. The Raman frequency in such diamond is at 1306 cm^{-1} and does not interfere with the recording of a peak at 1325 cm^{-1} of nanodiamond 2-5 nm. The bulk compression modulus was calculated from the dependence of the displacement of two Raman bands at 1325 cm^{-1} and 1600 cm^{-1} (the latter does not apply to sp^2 bonds) of nanodiamond 2-5 nm on pressure up to 68 GPa. Simulation of nanodiamond 1.2-5.9 nm confirms experimental results and also predicts the rise of bulk modulus with a decrease of nanoparticles size. Analysis of simulated structures suggests a possible explanation of observed effect due to increasing contribution of surficial compressed bonds when nanoparticles size reduces.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.11

Fe^{57} MÖSSBAUER AND ZERO FIELD NMR SPECTROSCOPY STUDY OF BIOFUNCTIONALIZED IRON OXIDE NANOPARTICLES

Starchikov S.S.[1], Gervits N.E.[1,2], Lyubutin I.S.[1], Gippius A.A.[2,3], Tkachev A.V.[2], Demikhov E.I.[2], Vasiliev A.L.[4,5], Abakumov M.A.[6,7], Semkina A.S.[6,7]

[1] *Shubnikov Institute of Crystallography of FSRC «Crystallography and Photonics» RAS, 119333, Moscow, Russia*
[2] *Lebedev Physical Institute, Russian Academy of Sciences, 119991, Moscow, Russia*
[3] *Moscow State University, Physical Department, 119992, Moscow, Russia*
[4] *National Research Center "Kurchatov Institute", 123182, Moscow, Russia.*
[5] *Moscow Institute of Physics and Technology (State University), MIPT, 141701 Moscow Region, Russia*
[6] *Department of Medical Nanobiotechnology, Pirogov Russian National Research Medical University, Moscow, Russia*
[7] *Laboratory of Biomedical Nanomaterials, NUST MISiS, Moscow Russia*

email:sergey.s.starchikov@gmail.com

Nowadays magnetic nanoparticles are widely used in biology and medicine. A large number of studies have shown prospects for their usage for sample preparation, genomic and proteomic analysis, drug delivery, as Magnetic Resonance Imaging (MRI) contrast agents, and for magnetic hyperthermia [1-4].

In this work iron oxide nanoparticles designed for MRI contrast applications were precisely examined by a variety of methods, including powder XRD, TEM, Raman and Mössbauer spectroscopy and zero field NMR spectroscopy. TEM and XRD measurements reveal the spherical shape of the nanoparticles with an average diameter of 5-6 nm and a cubic spinel-type crystal structure (sp. gr. *Fd-3m*). Raman, Mössbauer and NMR spectroscopy clearly indicate the presence of maghemite γ-Fe_2O_3 phase. Different magnetic behavior of uncoated and HSA-coated nanoparticles was revealed by Mössbauer spectroscopy. This was explained by the influence of biofunctionalization on the magnetic and electronic properties of iron oxide nanoparticles. NMR spectra analysis allowed us to determine the contribution of iron located in the core and surface layer of the nanoparticles. The obtained results are important for understanding the structural and magnetic properties of iron oxide nanoparticles used as T_2 contrast agents for MRI.

Acknowledgements

This work was supported by the Russian Science Foundation (Project No. 19-72-00095) in part of Mössbauer spectroscopy measurements and analysis, by the Ministry of Science and Higher Education within the State assignment FSRC "Crystallography and Photonics" RAS in part of the TEM measurements and data analysis.

References

1) Semkina A.S., et al. Nanomedicine: NBM. 14(5), 1733, (2018)
2) Abakumov M.A., et al. Nanomedicine: NBM. 11(4). 825, (2015).
3) Efremova M., et al. Scientific Reports, 8, 11295, (2018)

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.12

ВОССТАНОВЛЕНИЕ АМОРФНОЙ СТРУКТУРЫ В ЧАСТИЧНО-КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВАХ МЕТОДОМ КРИОТЕРМОЦИКЛИРОВАНИЯ

Абросимова Г.Е.[1], Волков Н.А.[1], Чан Ван Туан[2], Аронин А.С.[1,2]

Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Россия,

НИТУ МИСИС, Москва

gea@issp.ac.ru

Методами рентгенографии и просвечивающей электронной микроскопии исследовано изменение структуры частично-кристаллических сплавов на основе алюминия при криотермоциклировании. Аморфные сплавы были получены скоростной закалкой расплава по одновалковой схеме. Частично-кристаллическая структура была сформирована двумя разными способами: с помощью изотермических отжигов и деформации прокаткой. После термического или деформационного воздействия образцы были двухфазными и состояли из нанокристаллов, распределенных в аморфной матрице. Химический состав нанокристаллов отличался от состава аморфной фазы: нанокристаллы представляли собой выделения чистого алюминия. В обоих случаях доля нанокристаллической фазы не превышала 10%.

Частично-кристаллические образцы подвергали термоциклированию в температурных интервалах 77-293 К и 77-373 К, количество циклов составляло 30-200. На каждом этапе обработки исследовалась структура образцов. Показано, что структура образцов существенно изменяется при криотермоциклировании и зависит от длительности обработки. И в отожженных, и в деформированных образцах криотермоциклирование приводит к уменьшению доли кристаллической составляющей, причем при определенных условиях обработки возможно полное восстановление аморфной структуры.

В отличие от известных работ по исследованию превращений «аморфная фаза ↔ кристаллическая фаза», наблюдавшихся ранее, например, на образцах сплавов Ni-Ti [1], происходящее при криотермоциклировании превращение носит диффузионный характер: химический состав кристаллической и аморфной фаз различен.

Обсуждаются движущие силы и характер изменения структуры аморфно-нанокристаллческих сплавов при криотермоциклирвании.

Работа выполнена в рамках госзадания ИФТТ РАН.

[1] R. V. Sundeev, A. V. Shalimova, A. Glezer, J. All. Comp. 611 (2014) 292-296
DOI: 10.1016/j.jallcom.2014.05.109 https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.05.109

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.13

ИССЛЕДОВАНИЕ ПОЛЗУЧЕСТИ КРУПНОЗЕРНИСТЫХ ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ С ОСОБО ОДНОРОДНОЙ СТРУКТУРОЙ ПРИ ПОВЫШЕННЫХ ТЕМПЕРАТУРАХ

<u>Е.Н. Авдеенко[1]</u>, А.А. Зайцев[1], А.В. Коротицкий[1], Д.А. Сидоренко[1], И.Ю. Коняшин[1], Е.А. Левашов[1]

[1]–НИТУ МИСиС, Москва, Российская Федерация

avdeenko.misis@mail.ru

Твердосплавные вставки горных резцов при эксплуатации подвергаются высоким циклическим сжимающим, изгибающим нагрузкам и интенсивному абразивному износу, что приводит к значительному повышению температуры режущей кромки, вплоть до 1000 °C. Рост температуры режущей кромки радикально снижает прочностные свойства твердого сплава и может вызывать интенсивную пластическую деформацию рабочей поверхности инструмента. Поэтому разработка твердых сплавов с увеличенной стойкостью к деформации при повышенных температурах является актуальной задачей.

В настоящей работе проведены сравнительные испытания на ползучесть при одноосном сжатии в температурном интервале 300-700 °C и нагрузках в диапазоне 1620-2355 МПа стандартного крупнозернистого твердого сплава ВК6-В, а также разработанного в НИТУ «МИСиС» иерархического крупнозернистого сплава ВК6ФД с близким размером карбидных зерен (Рис. 1). Исследование ползучести твердых сплавав при различных нагрузках и температурах были выполнены на деформационном дилатометре DIL801 компании TA Instruments (США).

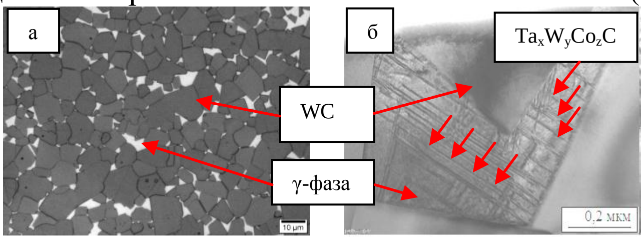


Рисунок 1 – Оптическая микроскопия твердого сплава ВК6ФД (а) и ПЭМ-изображение микроструктуры твердого сплава ВК6ФД (б)

В исследованном диапазоне сжимающих нагрузок и температур сплавы характеризуются скоростями ползучести в интервале 10^{-4}–10^{-6} $с^{-1}$. По результатам проведенных экспериментов установлено, что при температурах 300-700 °C иерархический крупнозернистый твердый сплав ВК6ФД обладает от 4 до 15 раз меньшей скоростью ползучести, чем стандартный сплав ВК6-В. Снижение скорости ползучести обусловлено наличием в связующей фазе иерархического твердого сплава дисперсных высокомодульных наночастиц $Ta_xW_yCo_zC$, которые препятствуют движению дислокаций, инициируемых термомеханическим воздействием. Сохранность высокого сопротивления ползучести иерархического твердого сплава до 700 °C указывает на то, что формирующиеся в связующей фазе наночастицы термически стабильны. Построены регрессионные уравнения и рассчитаны энергии активации процесса ползучести исследованных сплавов.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014–2020 годы», уникальный идентификатор проекта RFMEFI57517X0156, соглашение № 14.575.21.0156.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.14

РЕОЛОГИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПРОЦЕССА ОСАДКИ ПРИ РАЗНЫХ СКОРОСТЯХ СПЛАВА СИСТЕМЫ CU-CR

Аксенов Д.А.[1,2], Рааб Г.И.[2], Ишимов А.С.[3], Асфандияров Р.Н.[1,2], Барышников М.П.[3]
[1]Институт физики молекул и кристаллов - обособленное структурное подразделение ФГБНУ УФИЦ РАН, Уфа
[2]Институт физики перспективных материалов при УГАТУ, Уфа
[3]Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова, Магнитогорск

Фазовые превращения в дисперсионно-упрочняемых низколегированных медных сплавах являются ответственными за формирование комплекса физико-механических свойств, таких как проводимость, прочность и термостабильность, при этом степень полноты протекания данных процессов формирует уровень этих свойств, а варьирование внешними параметрами позволит управлять их сочетанием. Используемые традиционные подходы термомеханической обработки (ТМО) исчерпали свои возможности и сдерживают расширение областей применения массово используемых медных сплавов. Динамическое деформационное старение, «растворение–выделение» фаз и глубокое измельчение структуры в условиях больших и интенсивных деформаций оказывают позитивное влияние на процессы фазовых превращений. Особую роль в формировании выделений вторых фаз в виде частиц и сегрегаций играет диффузионная активность примесных атомов пересыщенных метастабильных растворов, находящаяся в прямой зависимости от реализующегося вакансионного механизма диффузии и тепловых условий обработки, причем температура наиболее активно влияет на величину коэффициента диффузии, а большая деформация способствует спонтанному росту вакансий.

В данной работе в качестве материала исследования использовался перспективный дисперсионно-твердеющий низколегированный сплав системы Cu-Cr. Основной задачей работы являлось исследование скоростного фактора и отклика на этот фактор других параметров при свободной осадке цилиндрических образцов: напряженно-деформированного состояния, динамических процессов и температуры деформационного разогрева. С этой целью были привлечены математическое моделирование в системе Deform-3D и физический эксперимента. Скорости деформирования отличались на порядки и составляли 3, 30 и 300 мм/с. Физический эксперимент проводили на специальном комплексе Gleeble 3500, а при математическом моделирование использовали данные реологического поведения материала образцов при физическом эксперименте. Осадка образцов проводилась при комнатной температуре, со степенью деформации е=1,1. Физическим моделированием была исследована кинетика деформационного разогрева. При этом в ходе физического эксперимента при минимальной скорости деформирования 3 мм/с образцы разогревались до 60 °С, а при максимальной до 120 °С. Проведенный анализ характера изменения кривых напряжений при осадке свидетельствуют о протекании динамического деформационного старения материала и влиянии скоростного фактора на этот процесс. Проведена верификация математического и физического эксперимента с учетом реальных условий деформации образцов.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда №19-19-00432.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.15

ИЗУЧЕНИЕ ВЗАИМНОЙ КОРРЕЛЯЦИИ НАПРЯЖЕННОГО СОСТОЯНИЯ И МАГНИТНОЙ СТРУКТУРЫ АМОРФНЫХ МИКРОПРОВОДОВ С ПОЛОЖИТЕЛЬНОЙ МАГНИТОСТРИКЦИЕЙ

Аксенов О.И., Аронин А.С.

ИФТТ РАН, Черноголовка, Россия, oleg_aksenov@inbox.ru

Аморфные микропровода обладают широким комплексом физических свойств интересных с точки зрения их применения в электронных устройствах (низкие потери на перемагничивание, малая коэрцитивность, явление гигантского магнитного импеданса и т.д.)[1-2]. Принципиальный интерес представляет изучение корреляции свойств микропроводов и их напряженного состояния. Аморфные микропровода, полученные методом Улитовского-Тейлора (исследуемые в данной работе), характеризуются неоднородным распределением напряжений. Такое распределение напряжений (в совокупности с положительной магнитострикцией) приводит к формированию в микропроводах специфической композиционной магнитной структуры, состоящей из доменов сердцевины с ориентацией намагниченности вдоль оси провода и доменов поверхностного слоя с радиальной ориентацией магнитного момента в доменах. Ранее нами проводилось изучение изменения петель гистерезиса в зависимости от изменения in situ напряженного состояния микропроводов [3]. В рамках данной работы исследование было расширено на совместное изучение изменения магнитной структуры при изменении напряженного состояния in situ. При этом изучались микропровода с различным соотношением толщины стеклянной оболочки и диаметра аморфной сердцевины. Варьирование уровня напряжений осуществлялось с помощью серий релаксационного отжига, а также с помощью растяжения in situ. Изучение магнитной структуры производилось магнитооптическим методом индикаторных пленок. Исследование петель гистерезиса осуществлялось с помощью индукционного магнитометра. В результате проделанной работы были установлены следующие закономерности: 1) зависимость коэрцитивной силы микропроводов состава Fe-Si-B от напряжений носит корневой характер; 2) зависимость коэрцитивной силы микропроводов состава Fe-Si-B с добавками Cu и Nb линейная; 3) при перемагничивании микропроводов первоначально происходит перемагничивание сердцевины микропровода, в дальнейшем реализуется постепенное перемагничивание поверхностного доменного слоя, при чем поле, при котором происходит поворот намагниченности поверхностных доменов зависит от величины приложенных осевых напряжений; 4) размер доменов не меняется в процессе растяжения микропровода вплоть до напряжений близких к разрывным.

Работа выполнена в рамках госзадания ИФТТ РАН при частичном финансировании РФФИ (проект 18-32-00251).

1. M. Vazquez, C. Gomez-Polo, D.-X. Chen, A., Magnetics, Magnetic bistability of amorphous wires and sensor applications. IEEE Transactions on magnetic. 30 (1994) 907-912.
2. C. Gómez-Polo, P. Marín, L. Pascual, A. Hernando, and M. Vázquez, Structural and magnetic properties of nanocrystalline Fe73.5−xCoxSi13.5B9CuNb3 alloys. Physical Review B. 65 (2001) 24433.
3. O.I. Aksenov, G.E. Abrosimova, A.S. Aronin, N.N. Orlova et al., Journal of Applied Physics 122 (2017) 235103.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.16

ШКОЛА

Нейтронографическое исследование процесса низкотемпературного распада мартенсита среднеуглеродистой стали

<u>Алексеев А. А.</u>
Тульский государственный университет, Тула, Россия,
ant.suv-tula@mail.ru

В настоящей работе представлены результаты нейтронографического анализа изменения параметров кристаллической решетки мартенсита закаленной среднеуглеродистой стали в ходе вылеживания при комнатной температуре и низкотемпературном отпуске.

Объектом экспериментального исследования являлась конструкционная сталь 40Х. Термическую обработку проводили по режимам, включающим закалку в минеральное масло и 10 %-ый водный раствор NaCl (далее масло и соль) и последующее вылеживание при комнатной температуре или изотермическими выдержками в температурном интервале низкого отпуска 65…150 °C. Температура нагрева под закалку – 860 °C, продолжительность изотермической выдержки – 30 мин. Для определения параметров кристаллической решетки использовали многофункциональный нейтронный спектрометр ДН-2.

В ходе исследования установлено, что уменьшение микротвердости в процессе вылеживания при комнатной температуре (рисунок) и при низкотемпературном отпуске происходит в два этапа. При этом интенсивность распада мартенсита больше на первом этапе. На втором этапе распад протекает значительно медленнее.

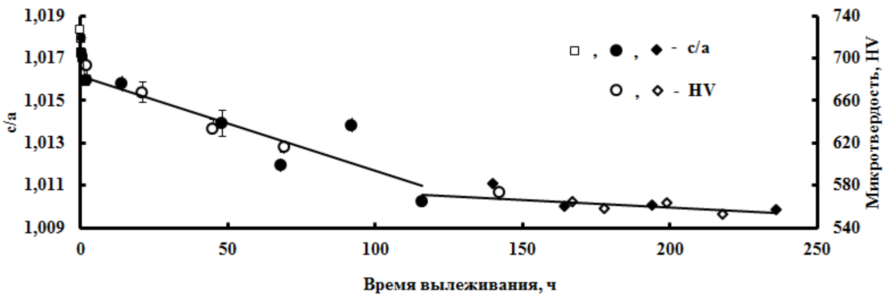


Рис. Зависимость изменения степени тетрагональности и микротвердости от времени вылеживания (закалка в соли)

Использование нейтронографического анализа позволило установить, что первый этап распада мартенсита включает в себя две последовательные стадии. Первая стадия связана с сегрегацией углерода на дефектах решетки мартенсита и образованием кластеров. Поскольку энергия связи атомов углерода со структурными несовершенствами превосходит его энергию связи в кластере (0,41 и 0,27 эв/атом), то преимущественно сегрегация углерода происходит на дефектах решетки, в большей степени на дислокациях.

Первый этап распада заканчивается при одинаковых значениях степени тетрагональности решетки и микротвердости мартенсита стали независимо от скорости охлаждения при закалке и температуры последующего отпуска. При этом лимитирующим звеном процессов, приводящих к изменению степени тетрагональности при низкотемпературном распаде мартенсита среднеуглеродистой стали, является диффузионный уход углерода из пересыщенного твердого раствора

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.17

.

ОБ ОСОБЕННОСТЯХ НЕТЕПЛОВОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ ЭЛЕКТРОМАГНИТНЫХ ИМПУЛЬСОВ НА ФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И СТРУКТУРУ МИНЕРАЛОВ КИМБЕРЛИТА

Анашкина Н.Е., Бунин И.Ж.

Институт проблем комплексного освоения недр им.академика Н.В.Мельникова РАН (ИПКОН РАН), Москва, e-mail: for_nataliya@list.ru

В целях повышения эффективности технологии обогащения алмазов рассмотрено воздействие наносекундных импульсов высокого напряжения (МЭМИ) на механические и технологические свойства кристаллов алмаза и породообразующих минералов кимберлитов (кальцита, оливина, серпентина). Методами инфракрасной Фурье-спектроскопии (ИКФС), рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС), микроскопии и микротвердометрии (метод Виккерса) изучали изменение структурно-химических свойств, и микротвердости минералов в результате импульсной обработки. Гидрофобность и флотируемость кристаллов природных алмазов исследовали методами беспенной флотации в трубке Халлимонда и методом Глембоцкого. Обработку минеральных проб высоковольтными наносекундными видеоимпульсами со следующими параметрами: τ (фронта импульса) ~ 1-5 нс, τ (длит. имп) ~ 50 нс, U (амп. имп) ~ 25 кВ, E ~ 10^7 В/м, частота повторения импульсов 100 Гц, энергия в импульсе ~0.1 Дж, диапазон изменения времени обработки $t_{обр}$ – 10 – 150 с, проводили в условиях отсутствия омического контакта минеральных частиц с источником высокого напряжения.

Обработка МЭМИ вызывала снижение микротвердости породообразующих минералов кимберлитов в целом на 40-66%, что обусловлено нарушением микроструктуры поверхности вследствие образования микротрещин, следов поверхностного пробоя и структурных дефектов. В то же время, импульсное энергетическое воздействие на природные алмазы приводило к образованию микросдвиговых дефектов кристаллической решётки B2 (плейтелетс), повышенное содержание которых, по всей видимости, увеличивало прочностные свойства кристаллов алмаза.

Методами ИК и РФЭ-спектроскопии установлено, что обработка МЭМИ вызывает изменение состава функционального покрова поверхности природных и синтетических алмазов. Кратковременное воздействие ($t_{обр}$ ~ 10 – 30 с) приводило к отслоению и частичному разрушению минеральных плёнок вторичных фаз на поверхности на поверхности природных технических алмазов, что увеличивало гидрофобность и флотируемость кристаллов. Однако при увеличении длительности обработки ($t_{обр}$ ~ 30 – 150 с) происходило гидроксилирование поверхности (установлено методом РФЭС для синтетических алмазов), вследствие окисления поверхностного слоя алмазов, что вызывало гидрофилизацию кристаллов с исходно чистой поверхностью.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.18

ОБЪЕМНЫЙ ЭФФЕКТ И СОПУТСТВУЮЩИЕ ЯВЛЕНИЯ ПРИ ОБРАЗОВАНИИ И РАСПАДЕ ГИДРИДОВ ПАЛЛАДИЯ И ЕГО СПЛАВОВ

Антонов В.Е.

Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Россия, antonov@issp.ac.ru

ГЦК сплавы на основе бинарных систем Pd-Cu, Pd-Ag и Pd-Au давно и широко применяются для диффузионной очистки водорода, разделения его изотопов и других практических целей, поэтому процессы образования и распада твердых растворов водорода (гидридов) в этих сплавах, как и в чистом палладии, активно изучаются на протяжении многих десятилетий. Практически все исследования, однако, ранее проводились при температурах от комнатной до 300–350 °C, что значительно ниже минимальной температуры порядка 500 °C, необходимой для отжига механических напряжений в палладии.

В докладе будет рассказано, что нового дало проводившееся в последние годы в ИФТТ РАН исследование массивных, однофазных, однородных и свободных от напряжений образцов Pd, Pd-Au, Pd-Cu и Pd-Ag, насыщенных водородом при температуре 600 °C и давлениях до нескольких ГПа.

Наиболее известной особенностью растворов водорода в ГЦК сплавах палладия является наличие общей, сильно нелинейной зависимости увеличения их объема ΔV от атомного отношения водород/металл x. Как было впервые обнаружено в 1971 году [B. Baranowski et al., J. Phys. F: Metal Phys. 1 (1971) 258], наклон $\beta_H = dV/dx$ этой зависимости изменяется от $\beta_H \approx 2.9$ Å^3/атом H при $1 < x < 0.6$ до $\beta_H \approx 0.7$ Å^3/атом H при максимально достижимом значении $x \approx 1$. Ни одно из предлагавшихся с тех пор объяснений этого сильного эффекта не имело, однако, экспериментального подтверждения. Наши исследования показали, что у образцов Pd и его сплавов с Au, Cu и Ag, насыщенных водородом при 600 °C, зависимости $\Delta V(x)$ с хорошей точностью линейны во всем диапазоне изученных составов. Показано также, что основной причиной нелинейности зависимости $\Delta V(x)$ у изучавшихся ранее растворов Pd-Me-H были остаточные упругие напряжения порядка предела текучести, возникавшие из-за большого скачка объема на границе гидрид/металл при движении этой границы внутрь образца в процессе гидрирования при невысоких температурах. Наши результаты подтверждают, в частности, правомерность оценки по увеличению объема металла в линейном приближении для содержания водорода в многочисленных новых гидридах, синтезированных за последние годы при высоких давлениях водорода в аппаратах с алмазными наковальнями.

Наши исследования показали также, что распад гидридов Pd-H, Pd-Au-H и Pd-Cu-H при нагреве в вакууме носит двухстадийный характер: однородное обеднение образцов водородом на начальной стадии сменяется двухфазным распадом при уменьшении содержания водорода ниже предела термодинамической устойчивости гидрида. В отличие от гидридов палладия, двухфазный распад гиридов Pd-Au-H и Pd-Cu-H начинается с выделения α-фазы, почти не содержащей водорода, на поверхности образца, и лишь при содержании α-фазы более 20% ее распределение по объему образцов становится более равномерным. Симметричность процессов образования и распада гидридов сплавов Pd-Me объясняет, почему форма мембран и других изделий, изготовленных из этих сплавов, значительно слабее изменяется в циклах гидрирование/дегидрирование, чем у чистого палладия, не приводя к их быстрому разрушению в процессе эксплуатации.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.19

РАСПРЕДЕЛЕНИЕ И РЕНТГЕНОЛЮМИНЕСЦЕНЦИЯ ИОНОВ ЦЕРИЯ В КРИСТАЛЛАХ ИАГ, ВЫРАЩЕННЫХ В ВАКУУМЕ МЕТОДОМ ГОРИЗОНТАЛЬНОЙ НАПРАВЛЕННОЙ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ

Е.В.Антонов[1], С.Х. Батыгов[2], И.Д. Веневцев[3], В.Б. Кварталов[1], Д.В. Костомаров[1], А.А. Кравцов[1], В.А. Федоров[1]

[1] ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН
[2] Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН
[3] Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого
e-mail: fedorov-metrology@yandex.ru

Монокристаллы гранатов с общей формулой $Ln_{3-x}Ce_xAl_5O_{12}$ (Ln – Y, Lu, Y-Lu), относящиеся к широкому классу примесных оксидных сцинтилляторов, характери-зуются достаточно высоким значением выхода (11000-14000 фот/МэВ) и «быстрой» кинетикой (τ=70-100 нс) сцинтилляций [1]. Данные кристаллы находят широкое применение в качестве сцинтилляционных экранов в устройствах рентгеновской томографии [2]. Хорошие оптико-механические параметры кристаллов позволяют изготавливать из них пластины толщиной 20-50 мкм, что необходимо для разработки экранов-преобразователей высокого пространственного разрешения.

В работе решалась задача выращивания крупногабаритных сцинтилляционных кристаллов методом горизонтальной направленной кристаллизации (ГНК) для изготовления из них сцинтилляционных экранов с рабочей апертурой более 80 мм. Были выращены оптически совершенные образцы кристаллов $Y_3Al_5O_{12}$:Ce (YAG:Ce) размером 250x90x25 мм^3 с исходной концентрацией церия в шихте в диапазоне от 0,1 до 0,7 ат. % замещения.

Исследовано распределение ионов Ce^{3+} по длине выращенных кристаллов по спектральной методике и общего содержания Се методом масс-спектрального анализа. Установлено, что при выращивании кристаллов YAG:Ce методом ГНК в вакууме наблюдается значительное уменьшение содержания церия (по отношению к исходной шихте), как в процессе получения расплава, так и в процессе кристаллизации. Например, в кристалле с исходной концентрацией Се 0,7 ат % замещения концентрация Се в конечной части кристалла уменьшается примерно в 3,6 раза. Такая ситуация не является типичной для кристаллов YAG, выращенных методом ГНК и активированных другими РЗ-элементами начала ряда лантаноидов, которые обладают низкими значениями коэффициента распределения. Обсуждаются возможные причины аномального уменьшения концентрации Се в процессе кристаллизации.

Рассмотрены особенности рентгенолюминесценции (РЛ) кристаллов YAG:Ce в зависимости от содержания Се. Установлено, что с ростом концентрации Се уменьшается интенсивность собственной РЛ кристаллов в диапазоне 250-380 нм, обусловленной различными дефектами структуры кристаллов, и растет интенсив-ность полосы излучения в диапазоне 500-650 нм, соответствующей 5d→4f пере-ходам ионов Ce^{3+}. В кинетике РЛ уменьшается вклад медленной компоненты (τ~1500 нс) с ростом концентрации Се. Анализируются возможности улучшения функциональных характеристик выращиваемых методом ГНК сцинтилляционных кристаллов YAG:Ce.

1. Коржик М.В. Физика сцинтилляторов на основе кислородных монокристаллов / М.В. Коржик. – Мн.: БГУ, 2003. – 263 с.
2. https://www.psi.ch/sls/tomcat/detectors.

Работа выполнена при частичной поддержке РФФИ (проект № 18-29-12099 мк).

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.20

SPS СИНТЕЗ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ СУЛЬФИДА САМАРИЯ

Асваров А.Ш.[1,2], Ахмедов А.К.[1], Муслимов А.Э.[2], Каневский В.М.[2], Буташин А.В.[2]
[1] Институт физики им. Х.И. Амирханова Дагестанского научного центра РАН, Махачкала, ул. Ярагского, 94
[2] Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Ленинский проспект, 59

В докладе будут представлены результаты исследования процесса получения керамики из моносульфида самария (SmS) методом SPS (spark plasma sintering, электроискрового плазменного спекание) с использованием созданной в Институте физики ДНЦ РАН установки SPS спекания (**рис. 1*а***). Данный метод характеризуется относительно низкой температурой и малой длительностью процесса спекания, что имеет принципиальное значение при спекании сульфидных материалов.

Оптимизация условий SPS спекания керамики SmS проводилась с использованием графитовой пресс-формы диаметром от 25.4 мм. В качестве пресс-порошка использовался дисперсный SmS (чистота 99%, содержание $Sm_2O_2S \leq 1$ мол. %, фракция 20 ÷ 50 мкм), полученный по традиционной ампульной методике из металлического самария и серы. Синтез керамики проводился в условиях вакуума (0.5 Па) и максимальном давлении 50 МПа. Диапазон температур синтеза варьировался от 900 до 1200°C. Исследования синтезированных образцов методами гидростатического взвешивания, сканирующей электронной микроскопии, энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии и порошковой рентгеновской дифракции (**рис. 1 *б-г***) показали, что увеличением температуры синтеза до 1200°C приводит к формированию прочной беспористой керамики, состоящей из кристаллических фаз сульфида самария, находящихся в «полупродниковом» и «металлическом» состояниях (s-SmS и m-SmS, соответственно). При этом наблюдается уменьшение содержания оксисульфидной фазы из-за интенсификации газофазных микроплазменных восстановительных реакций в условиях вакуума на границах зерен спекаемой керамики.

На основании выполненной оптимизации была синтезирована однородная керамическая мишень SmS в виде диска диаметром 76 мм и толщиной 4 мм (**рис. 1*д***).

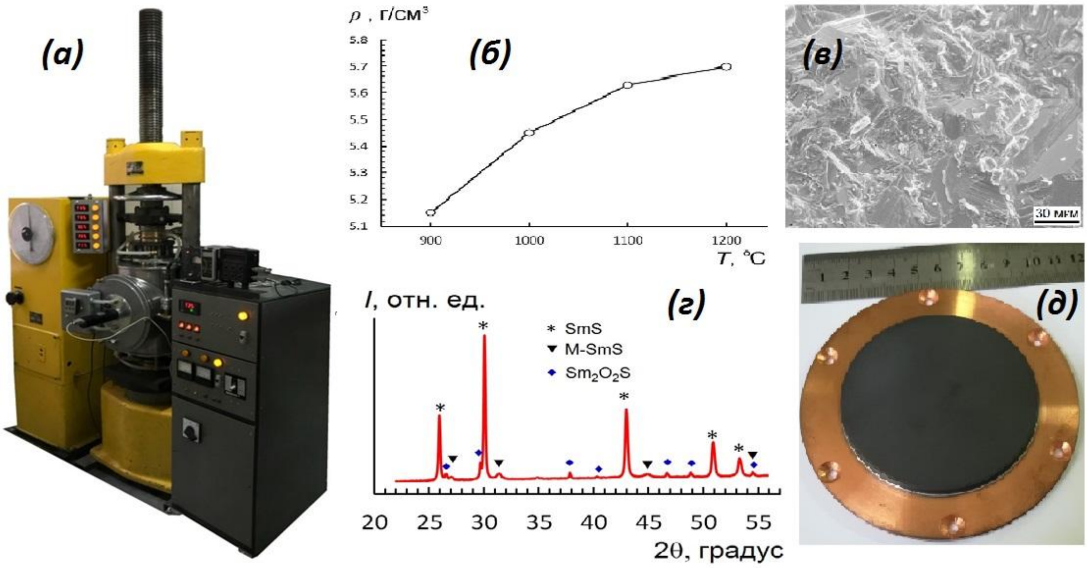


Рисунок 1.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках выполнения работ по Государственным заданиям Института физики ДНЦ РАН и ФНИЦ «Кристаллография и фотоника».

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.21

ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ КАНАЛОВ НА ПОВЕРХНОСТИ САПФИРА, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ТЕРМОПЛАЗМОННОГО ЛАЗЕРНО-ИНДУЦИРОВАННОГО ЖИДКОСТНОГО ТРАВЛЕНИЯ

А.В. Атанова, О.М. Жигалина, Д.Н. Хмеленин, А.П. Свиридов, М.Ю. Цветков
ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия
atanova.a@crys.ras.ru

Метод термоплазмонного лазерно-индуцированного жидкостного травления основан на локализации энергии в высокопоглощающей жидкости, прилегающей к обрабатываемой поверхности, при этом усиление лазерного излучения в приграничной области происходит за счет образования плазмонных частиц. Такой метод позволяет осуществлять высокоскоростное (до нескольких мкм/сек) травление таких труднообрабатываемых материалов, как сапфир и алмаз [1, 2]. В работе приведены результаты электронно-микроскопического исследования каналов на поверхности сапфира, полученных методом лазерно-индуцированного жидкостного травления (ЛИЖТ).

Процесс ЛИЖТ осуществляли на сапфировой подложке базисной ориентации диаметром 50,8 мм и толщиной ~0,45 мм. В качестве источника лазерного излучения использовали твердотельный лазер с диодной накачкой TECH-527 Basic (Лазер-компакт, Россия) с длиной волны $\lambda = 527$ нм и максимальной энергией в импульсе $E = 250$ мкДж. Роль рабочей жидкости выполнял насыщенный 5-молярный водный раствор нитрата серебра ($AgNO_3$). Образцы для исследования представляли собой поперечные срезы протравленного канала, полученные с помощью фокусированного ионного пучка на двухлучевой системе FEI Scios. Исследования проводили на просвечивающем электронном микроскопе FEI Tecnai Osiris (200 кВ), оснащенном системой кремниевых детекторов для сверхбыстрого элементного картирования.

Исследования показали, что на поверхности канала образуется тонкий слой наночастиц серебра (пространственная группа Fm3m) размером от 1 до 50 нм. Данные частицы были образованы в процессе ЛИЖТ в жидкости и играли ключевую роль в локализации энергии. На входе в канал обнаружено скопление наночастиц серебра в алюминиево-кислородной матрице. Наночастицы имеют округлую форму и характеризуются высокой концентрацией двойников. Размер кристаллитов варьируется в диапазоне $23{,}2 \pm 11{,}5$ нм. Кроме того, в скоплении обнаружено присутствие кристаллической фазы типа $AgNO_x$ ($x = 2$–3).

Поверхность сапфира внутри канала характеризуется наличием нестабильного аморфного слоя неоднородной толщины, образованного в процессе жесткого (абляционного) структурирования. Аморфизация сапфира, согласно литературным данным, ранее достигалась только воздействием фемтосекундного лазерного излучения и не обнаруживалась при использовании наносекундных лазеров.
Исследования выполнены при поддержке гранта РФФИ №18-02-00420.

1. M.Yu. Tsvetkov, V.I. Yusupov, N.V. Minaev, P.S. Timashev, K.M. Golant, and V.N. Bagratashvili, “Effects of thermo-plasmonics on laser-induced backside wet etching of silicate glass,” Laser Physics Letters 13, 106001 (2016).
2. М.Ю. Цветков, Н.В. Минаев, А.А. Акованцева, П.С. Тимашев, А.Э. Муслимов и В.М. Каневский, “Термоплазмонное лазерно-индуцированное жидкостное травление сапфира,” Квантовая электроника 49, 133-140 (2019).

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.22

ВКЛАД АППАРАТНОЙ ФУНКЦИИ В КАРТЫ ОБРАТНОГО ПРОСТРАНСТА ТРЕХКРИСТАЛЬНОЙ ГЕОМЕТРИИ ДИФРАКЦИОННОГО ЭКСПЕРИМЕНТА

И. И. Аткнин[1,2], Н. В. Марченков[1,2], А. Г. Куликов[1,2]

[1]*Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН, Москва*

[2]*НИЦ "Курчатовский институт", Москва*

E-mail: ivan@atknin.ru

В работе рассматривается подход к моделированию карт обратного пространства в методе трехкристальной рентгеновской дифрактометрии. Особенностью подхода является использование спектрально-угловых диаграмм распределения рентгеновского излучения, что позволяет визуализировать двумерную диаграмму спектрально-углового "состава" рентгеновского пучка после взаимодействия с каждым из элементов схемы и обеспечивает учет вклада аппаратной функции экспериментальной установки. Разработанные алгоритмы позволяют проводить расчеты для широкого класса источников излучения (от рентгеновской трубки с любым материалом анода до источника синхротронного излучения) и рентгенооптических элементов (щелей и монохроматоров). Проведено сравнение результатов моделирования и эксперимента для дисперсионной геометрии дифракции, которое подтверждает адекватность предлагаемого подхода и его применимость для моделирования картины дифракции, отвечающей реальному эксперименту трехкристальной дифрактометрии.

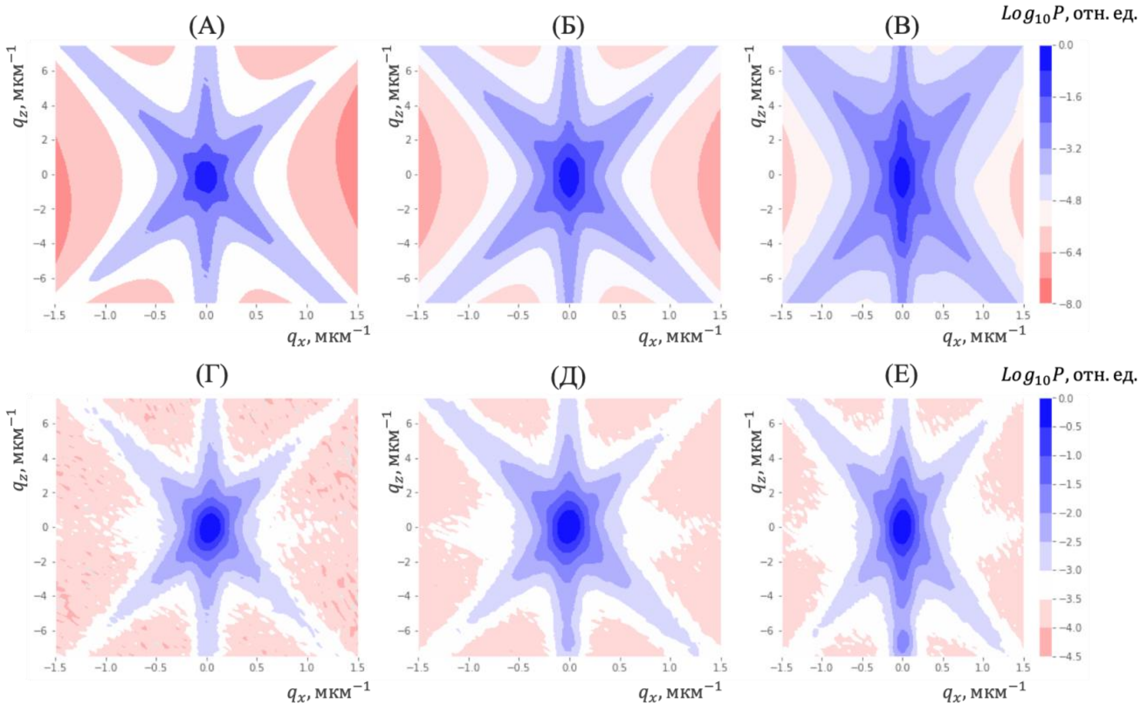


Рис. 1. Трехкристальные кривые дифракционного отражения в обратном пространстве для разных размеров коллимационной щели: S = 0.03 мм (А, Г), S = 0.3 мм (Б,Д), S = 0.8 мм (В,Е). Теоретические (А, Б, В) и экспериментальные (Г, Д, Е)

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке РФФИ (грант № 18-32-00410 мол_а).

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.23

ПРОСТЫЕ МЕТАЛЛЫ С БАЗОВОЙ ГПУ СТРУКТУРОЙ: ЭЛЕКТРОННАЯ ПРИРОДА ИСКАЖЕНИЙ И СВЕРХСТРУКТУР

Афоникова Н.С., Дегтярева В.Ф.
Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Московская область, Россия

Гексагональная плотноупакованная структура (ГПУ) является одной из основных металлических структур, наряду с ГЦК и ОЦК ячейками. Эти структуры имеют высокосимметричное и плотноупакованное расположение атомов в соответствии с электростатическим вкладом в энергию структуры. Энергия кристалла оценивается расположением плоскостей зон Бриллюэна-Джонса в модели почти свободных электронов. Другой важный вклад в структурную энергию связан с валентными электронами, энергетический вклад которых понижается при условии близости уровня Ферми (FS) и плоскостей зоны Бриллюэна (BZ) [1]. Была разработана специальная программа (BRIZ [2]) для построения конфигурации FS-BZ и оценки некоторых параметров, таких как радиус сферы Ферми (k_F), волновых векторов плоскостей BZ (q_{hkl}) и объемов BZ и FS.

В работе рассматриваются наглядные примеры сложных бинарных фаз, полученных из ГПУ структуры при различных искажениях. Выбраны фазы простых металлических элементов (Cu и Au) с соседними поливалентными металлами, так что вклад валентных электронов компонентов определяется номером их группы в Периодической таблице.

В сплавах на основе Cu и Au образуется ряд сверхструктур, причиной устойчивости которых является образование дополнительных плоскостей в обратном пространстве вблизи уровня Ферми. Рассмотрены фазы:

-*ζ–hcp* Au_3Hg - *hP*2 с аксиальным искажением (c/a = 1.65);

-классическая фаза Юм-Розери $Cu_{20}Zn_{80}$ - *hP*2 (c/a = 1.57);

-двойная гексагональная плотноупакованная структура $Au_{87}In_{13}$ – *dhcp* или *hP*4 (основанная на дополнительных плоскостях типа (101), близких к FS);

-длиннопериодные сверхрешетки, основанные на *hcp*: Au_2Cd - *hP*98 и $Au_{11}In_3$ - *hP*4 (с параметрами $a = 7a_0$ и $a = 15\sqrt{3}\,a_0$, соответственно);

-орторомбические сверхструктуры, связанные с параметрами гексагональной решетки: Cu_3Sn- *oC*80 ($a = 2a_0$, $b = 10b_0$), Cu_3Ge-*oP*8 ($a = c_h$, $b = 2a_h$, $c = a_h\sqrt{3}$), $Cu_{10}Sb_3$- *hP*26 ($a = c_h$, $b = 2a_h$, $c = a_h\sqrt{3}$), $Cu_{11}Sb_3$-*oC*28 ($a = c_h$, $b = 7a_h$, $c = a_h\sqrt{3}$).

В конструкции BZ полиэдров используются плоскости, дифракционные линии которых имеют волновые вектора, близкие к $2k_F$. Как правило, большое количество плоскостей, принимающих участие в построении BZ, находятся в близком контакте с FS и обеспечивают высокое заполнение электронными состояниями.

Подобное рассмотрение проведено также для устойчивости фаз в сплавах с базовыми структурами ОЦК и ГЦК, а также многочисленных сложных фаз в сплавах Au – Cd [3, 4, 5].

[1] V.F. Degtyareva, Phys.-Usp., 49 (2006) 369-388.
[2] V.F. Degtyareva, I.S. Smirnova, Z. Kristallogr., 222 (2007) 718-721.
[3] V.F. Degtyareva, N.S. Afonikova, J. Phys. Chem. Solids, 74 (2013) 18.
[4] V.F. Degtyareva, N.S.Afonikova, Crystals, 7 (2017) 34.
[5] V.F. Degtyareva, N.S. Afonikova, Solid State Sci., 49 (2015) 61-67.
DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.24

СВЯЗЬ МЕЖДУ ЭНТАЛЬПИЯМИ СТРУКТУРНОЙ РЕЛАКСАЦИИ, КРИСТАЛЛИЗАЦИИ И ПЛАВЛЕНИЯ В СТЕКЛООБРАЗУЮЩИХ СИСТЕМАХ

Афонин Г.В.[1], Митрофанов Ю.П.[1], Кобелев Н.П.[2], Da Silva Pinto M.V.[3],Wilde G.[3], Хоник В.А.[1]

[1]Воронежский государственный педагогический университет, Воронеж, РФ,
v.a.khonik@vspu.ac.ru

[2]Институт физики твердого тела Российской академии наук, Черноголовка, РФ

[3]Institute of Materials Physics, University of Münster, Münster, Germany

Структурная релаксация (СР), кристаллизация и плавление связаны с определенными изменениями энтальпии. Известно, что релаксация МС приводит к уменьшению энтальпии (тепловыделению) на $\Delta H_{rel} \approx 0.7-1.2 kJ/mol$ в зависимости от химического состава [1]. Полная кристаллизация приводит к гораздо большему тепловыделению $\Delta H_{cr} \approx 3-8.3 kJ/mol$ для разных стекол. Давно было замечено, что теплота плавления больше, чем теплота кристаллизации $\Delta H_m > |\Delta H_{cr}|$ [2]. Величины ΔH_{rel}, ΔH_{cr} и ΔH_m должны быть взаимосвязаны через правило Кирхгофа [3], которое может быть записано для высоких скоростей закалки расплава как

$$\Delta H_m \approx -(\Delta H_{rel} + \Delta H_{cr}). \qquad (1)$$

Насколько нам известно, современная литература не дает информации, подтверждающей ур. (1). В этой работе мы провели тщательное изучение тепловых эффектов в одиннадцати МС и определили значения ΔH_{rel}, ΔH_{cr} и ΔH_m (см. табл.1). Обнаружено, что общее тепловыделение при СР и кристаллизации равно теплопоглощению при плавлении с точностью около 10% [4]. Это соотношение можно интерпретировать в рамках межузельной теории Гранато [5], которая предполагает, что плавление кристаллов происходит вследствие лавинообразной генерации межузельных гантелей, часть которых при закалке расплава вмораживается в структуру твердого стекла. При этом в результате структурной релаксации и кристаллизации их концентрация уменьшается до нуля, в то время как их упругая энергия рассеивается в виде тепла.

Табл.1. Изменения энтальпии (kJ/mol) при релаксации, кристаллизации и плавлении вместе с величиной $\delta = |(\Delta H_{rel} + \Delta H_{cr})/\Delta H_m|$.

№	Хим.состав (ат. %)	ΔH_{rel}	ΔH_{cr}	ΔH_m	δ
1	$Pd_{40}Cu_{30}Ni_{10}P_{20}$	-0.64	-6.17	6.88	0.99
2	$Pd_{40}Ni_{40}P_{20}$	-0.99	-7.37	8.96	0.93
3	$Pd_{41.25}Cu_{41.25}P_{17.5}$	-0.64	-5.21	5.93	0.99
4	$Pd_{43.2}Cu_{28}Ni_{18.8}P_{20}$	-0.89	-4.41	5.44	0.97
5	$La_{55}Al_{25}Co_{20}$	-0.68	-6.74	7.90	0.94
6	$La_{55}Al_{35}Ni_{10}$	-0.69	-6.26	6.81	1.02
7	$Zr_{46}Cu_{45}Al_7Ti_2$	-0.90	-5.92	6.73	1.01
8	$Zr_{46}Cu_{46}Al_8$	-0.79	-6.21	6.94	1.00
9	$Zr_{47}Cu_{45}Al_7Fe_1$	-0.83	-6.02	7.02	0.98
10	$Zr_{55}Co_{25}Al_{20}$	-1.11	-6.26	7.67	0.96
11	$Zr_{65}Cu_{15}Ni_{10}Al_{10}$	-1.01	-8.88	10.22	0.97

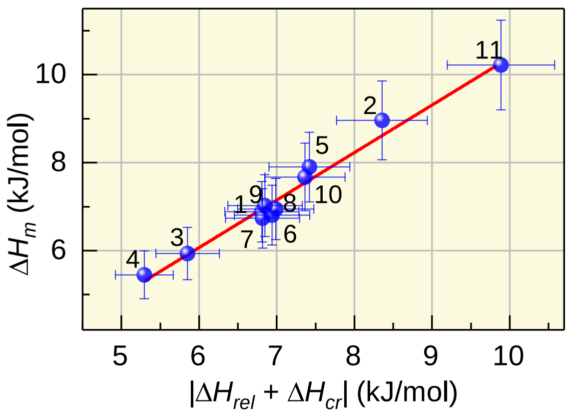


Рис.1 – Энтальпии плавления и абсолютное значение суммы энтальпий структурной релаксации и кристаллизации [4].

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (проект №3.1310.2017/4.6).

Литература

1. H.S. Chen, Rep. Prog. Phys.–1980.–Vol.43.–P. 353–432.
2. C. Suryanarayana,A.Inoue. Bulk Metallic Glasses. Boca Raton London New York, 2011.
3. K.J. Laidler, J.H. Meiser, Phys. Chem. Benjamin/Cummings, 1982.
4. G.V. Afonin et al. Scr. Mater. – 2019. – Vol.166. – P. 6–9.
5. A.V. Granato, Phys. Rev. Lett.–1992.–Vol.68.–P. 974–977.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.25

СОЗДАНИЕ И СВОЙСТВА АЛМАЗНОЙ ОПТИКИ ДЛЯ ДИАГНОСТИКИ И МОНИТОРИНГА ФОТОДИНАМИЧЕСКОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ

Ашкинази Е.Е., Карасев В.Ю., Савельева Т.А., Рябова Н.В., Лощенов В.Б.
Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН, 119991, Москва, Россия.
jane50@list.ru

Ультракомпактные микрооптические элементы для эндоскопических инструментов и миниатюрных микроскопов позволяют проводить неинвазивное и неразрушающее исследование микроструктур живых клеток и тканей. Критическим моментом является корректность результатов исследований при непосредственном контакте линзы со злокачественной и доброкачественной тканью, связанной с химической активностью применяемого материала. Общепризнано, что минимальной биологической активностью обладают алмазные материалы. Использование алмазов может обеспечить немедленную диагностику, которая позволит дифференцировать границы между злокачественной и доброкачественной тканью, а также возможность мониторинга эволюции живых клеток на данном этапе их развития. В настоящее время современные технологии микроскопических и эндоскопических исследований ограничиваются бесконтактными оптическими инструментами, не отвечающие требованиям сохранения биологической ювенильности живой культуры ткани.

Основным препятствием для использования кристаллов алмазной фазы углерода в качестве линзового материала, является сложность ее обработки: такое уникальное аллотропическое состояние углерода демонстрирует химическую инертность одновременно с рекордной твердостью, которая не присуща другим элементам периодической системы Д.И. Менделеева. Известны попытки изготовления планарных алмазных линз для нано-фокусирующих целей, в основном с использованием поликристаллического алмаза [1], однако их низкая разрешающая способность в оптическом диапазоне делает невозможным их применение для микродетекции клеток опухоли и ее окружения [2].

Перспективным методом изготовления полированных алмазных линз (14 класс шероховатости) является метод периодического (волнового) механического воздействия [3]. В данной работе разработан новый алгоритм обрабатывающей системы с ЧПУ, управляющий давлением, скоростными и частотными параметрами воздействия на кристалл. Реализовано двухосевое движение обрабатывающей поверхности инструмента, которое активирует поля упругих деформаций в кристалле алмаза с когерентными частотами. Из кристалла алмаза HPHT приготовлены опытные образцы линзы размером d2 и d3 мм. Методом Рамановской спектроскопии и Лазерной микроскопии исследован фазовый состав и изучены оптические свойства алмазных линз.

1.Fox, O.J., L. Alianelli, A.M. Malik, I. Pape, P.W. May, and K.J. Sawhney. Nanofocusing optics for synchrotron radiation made from polycrystalline diamond // Opt Express. 2014. Vol. 22(7). P. 7657-68.
2.Su, S., J. Li, G.C.B. Lee, K. Sugden, D. Webb, and H. Ye. Femtosecond laser-induced microstructures on diamond for microfluidic sensing device applications // Applied Physics Letters. 2013. Vol. 102(23). P. 231913.
3.Карасев В.Ю. Эффекты механического вихревого воздействия на кристаллы алмаза. РЭНСИТ, 2014, 6(1):80-98.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.26

ОСАЖДЕНИЕ В СВЧ ПЛАЗМЕ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО АЛМАЗНОГО ПОКРЫТИЯ НА ТВЕРДОСПЛАВНЫЕ ИНСТРУМЕНТЫ С ТОНКИМ ЛЕЗВИЕМ

Е.Е. Ашкинази[1,2], А.Ф. Попович[1,3], В.Ю. Юров[1,2], В.С. Седов[1,2], Д.Н. Совык[1,2], К.Ф. Сергейчев[1], А.П. Большаков[1,2], В.Е. Рогалин[4], В.Г. Ральченко[1,2], В.И. Конов[1,2]

[1]Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН, Москва, Россия

[2]Национальный исследовательский ядерный университет МИФИ, Москва, Россия

[3]ФИРЭ им. В.А. Котельникова РАН, Фрязино, Московская область, Россия

[4] Институт электрофизики и электроэнергетики РАН, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: jane50@list.ru

Химическое осаждение из микроволновой плазмы (метод MPCVD) позволяет получать однородные CVD алмазные покрытия. При использовании открытого подложкодержателя, вследствие неоднородностей концентрации плазмы и тепловых явлений возле краев образца, проявляются аномальные эффекты, в том числе, так называемый «краевой эффект». Градиент размера зерна, устанавливаемый вблизи открытой поверхности, резко увеличивается у горячей кромки. Экстремальный эффект возникает на самом острие клина, препятствуя росту алмаза из-за его перегрева.

Предложена технология нанесения упрочняющих алмазных покрытий (АП) на твердосплавный инструмент для обработки минерального стеклопластика на основе кварцевой ткани и хромалюмофасфатного связующего (СКТХС). Цель разработки – повышение прочности кромки резца. Технология основана на изменении конфигурации сверхвысокочастотного (СВЧ) поля при нанесении алмазного покрытия на твердосплавные подложки в микроволновой плазме реактора АРДИС – 100 путем использования специально разработанных кольцевых подложкодержателей. Метод позволяет групповое нанесение алмаза на несколько подложек в одном процессе. Температура подложки контролировалась с помощью двухдиапазонного ИК пирометра («Williamson», модель PRO-81-35-C). Нанокристаллическая плёнка состоит из обтекаемых глобул с размером собственно единичных алмазных зёрен менее 0,4 мкм. Преимущества нанокристаллического алмазного покрытия перед микрокристаллическим – низкая шероховатость, слабо зависящая от толщины плёнки, – а, следовательно, низкий коэффициент трения и большая длина резания (точения).

Режущая кромка пластины состава WC-3%Co с алмазным покрытием имеет толщину около 14 мкм. Проведены сравнительные испытания концевой фрезы 16 мм, оснащенной твердосплавными пластинами с CVD-алмазным покрытием толщиной 12 мкм на операции фрезерования КМ СКТХС на 3-х координатном станке с ЧПУ ВМ 12-500. Использование данной технологии позволило, по сравнению с резцом без алмазного покрытия, увеличить производительность обработки в 11,5 раз, по скорости резания в 2,3 раза, а по минутной подаче в 5,0 раз.

Построена упрощённая математическая модель для расчёта температуры вершины резца в процессе роста CVD алмазной плёнки, учитывающая теплопередачу через теплопроводность и излучение. Построены температурные поля на поверхности резца из карбида вольфрама в области температур, оптимальных для роста алмаза. Разница между средней (экспериментальной) и максимальной (расчетной) температурой в таком резце составила от 80 до 138^{o}C, увеличиваясь с ростом подведённой к исследуемой модели мощности.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ, соглашение №14.604.21.0206, уникальный идентификатор научных исследований RFMEFI60418X0206. Исследования методом РЭМ проведены на оборудовании Центра коллективного пользования РХТУ им. Д.И. Менделеева.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.27

ДЕФОРМАЦИОННО СТИМУЛИРОВАННАЯ ЛЮМИНЕСЦЕНЦИЯ КОМПОЗИЦИОННОГО МАТЕРИАЛА НА ОСНОВЕ ПОЛИМЕТИЛ-МЕТАКРИЛАТА И МЕЛКОДИСПЕРСНОГО ПОРОШКА ЛЮМИНОФОРА

Банишев А.А., Шубный А.Г., Банишев А.Ф.
Института проблем лазерных и информационных технологий – филиал Федерального государственного учреждения «Федеральный научно-исследовательский центр «Кристаллография и фотоника» Российской академии наук, 140700, Московская обл. г.Шатура, ул.Святоозерская-1, Россия, E-mail: banishev@mail.ru

В последние годы наблюдается возросший интерес к работам направленным на разработку элементной базы нано-микро-электроники и оптоэлектроники на основе материалов, в которых электрическими, излучательными и оптическими свойствами можно управлять деформированием материала при механическом воздействии. Формируется новое направление исследований – стрейтроника.

В частности значительный интерес представляют материалы, в которых зонная структура, положение примесных уровней и дефектов чувствительны к деформациям материала и могут значительно смещаться в результате деформации, что приводит к изменению оптических и электрических свойств материала. Как правило, такие материалы одновременно обладают пьезоэлектрическими, фосфоресцентными и механолюминесцентными свойствами и способны эффективно преобразовывать механические воздействия (деформации) в оптическое излучение.

В данной работе исследованы фото- и механолюминесценция композиционного материала на основе полиметилметакрилата и мелкодисперсного порошка люминофора $SrAl_2O_4$:(Eu^{2+}, Dy^{3+}). Получен механолюминесцирующий композиционный слой в поверхностном слое твердого прозрачного в видимой области спектра материала полиметилметакрилата обладающий высокой эффективностью “механо-оптического” преобразования. Для возбуждения фотолюминесценции использовался набор лазеров с длинами волн λ=355нм, 405нм, 440нм, 530нм. Возбуждение механолюминесценции проводилось воздействием коротких акустических импульсов.

Исследованны спектры и кинетика фотолюминесценции и механолюминесценции композиционного слоя. Показано, что неоднородно уширенная полоса фотолюминесценции микрочастиц $SrAl_2O_4$:(Eu^{2+}, Dy^{3+}) с максимумом λ=525нм при повышении мощности возбуждающего лазерного излучения расщепляется на несколько спектральных полос: 573нм, 693нм, 755нм. Предложена схема электронных уровней люминесцирующего центра Eu2+ и “ловушек” в люминофоре $SrAl_2O_4$:(Eu^{2+}, Dy^{3+}) согласующаяся с наблюдаемыми линиями фотолюминесценции. Показано, что полученный механолюминесцирующий слой обладает высокой чувствительностью к импульсным акустическим и динамическим механическим воздействиям и может быть использован в качестве сенсорного элемента для регистрации и визуализации акустических и механических воздействий.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН в части «получения новых наноматериалов и наноструктур для решения актуальных задач микро- и наноэлектроники и нанофотоники», Российского фонда фундаментальных исследований Проект №16-29-14003 офи_м в части «исследования деформационно-стимулированной светогенерации нано-микро- частиц люминофора в матрице полимера»
DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.28

ИЗМЕНЕНИЕ ТИПА ПРОВОДИМОСТИ В $Rb_{0.8}Fe_{1.6}S_2$, ИНДУЦИРОВАННОЕ ВЫСОКИМ ДАВЛЕНИЕМ

Баскаков А. О.[1], Огаркова Ю. Л.[1], Любутин И. С.[1], Старчиков С. С.[1], Ксенофонтов В.[2], Шилин С. И.[2], Кроиторь Д.[3], Цуркан В.[3,4], Медведев С. А.[5], Наумов П. Г.[1,5]

Институт кристаллографии им. А. В. Шубникова, ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН, 119333 Москва, Россия

Institute for Inorganic and Analytical Chemistry, Johannes Gutenberg University Mainz, 55128 Mainz, Germany

Institute of Applied Physics, Chisinau, MD2028, Republic of Moldova

Experimental Physics V, Center for Electronic Correlations and Magnetism, University of Augsburg, D-86135 Augsburg, Germany

Max-Planck-Institute for Chemical Physics of Solids, 01187 Dresden, Germany

Семейство высокотемпературных сверхпроводников на основе железа вызывает широкий научный интерес благодаря необычному взаимодействию между сверхпроводимостью и магнетизмом [1]. Халькогениды железа как правило имеют слоистую кристаллическую структуру и проявляют сверхпроводящие свойства [2]. При этом, на особенности транспортных свойств таких материалов существенное влияние оказывает внешнее давление [3].

Железосодержащий селенид состава $Rb_{0.8}Fe_{1.6}Se_2$ состоит из слоев диселенида железа, разделенных анионами рубидия, и проявляет при нормальном давлении сверхпроводящие свойства с критической температурой T_c = 32.4 К. При этом сверхпроводник демонстрирует антиферромагнитное упорядочение [4].

В данной работе были исследованы транспортные и магнитные свойства кристалла $Rb_{0.8}Fe_{1.6}S_2$ в условиях квазигидростатического сжатия до давлений 40.5 ГПа, создаваемых в камерах с алмазными наковальнями. При давлении около 15 ГПа обнаружен электронный переход “полупроводник–полуметалл”. Кроме того, при давлении 24 ГПа обнаружено исчезновение магнитного упорядочения вплоть до температуры 3 К. Показано, что в отличии от аналогичного соединения с селеном $Rb_{0.8}Fe_{1.6}Se_2$, сверхпроводимость в сульфиде $Rb_{0.8}Fe_{1.6}S_2$ не возникает вплоть до самых низких температур даже под воздействием внешнего давления до 40.5 ГПа.

Работа выполнена при поддержке Российского Научного Фонда (проект # 17-72-20200) в части подготовки образцов и камер высокого давления, зарядки камер высокого давления, проведения мессбауэровских и транспортных измерений при высоких давлениях, анализа и обработки результатов этих измерений, подготовки материалов к публикации. Проведение мессбауэровских измерений при атмосферном давлении, анализ и обработка полученных результатов выполнены при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках работы по Государственному заданию ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН. Вадим Ксенофонтов выражает благодарность фонду Carl-Zeiss.

1. *Nekrasov I.A., Pavlov N.S., Sadovskii M. V.* // JETP Lett. 2017. Vol. 105, № 6. 370.
2. *Si Q., Yu R., Abrahams E.* // Nat. Rev. Mater. 2016. Vol. 1, № 4. 16017.
3. *Medvedev S., McQueen T.M., Troyan I.A., et al.* // Nat. Mater. 2009. Vol. 8, № 8. 630.
4. *Ksenofontov V., Medvedev S.A., Schoop L.M., et al.* // Phys. Rev. B - Condens. Matter Mater. Phys. 2012. Vol. 85, № 21. 214519.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.29

Влияние параметров СЛС на микроструктуру и свойства никелевого жаропрочного сплава ЭП741НП

Басков Ф.А.[1,2], Сентюрина Ж.А.[1,2], Логачев И.А.[1,2], Логачева А.И.[1],
Левашов Е.А.[2], Бакланов И.О.[1]
[1]АО «Композит», Королев, Россия
[2]НИТУ МИСиС, Москва, Россия
E-mail: info@kompozit-mv.ru

На сегодняшний день селективное лазерное сплавление (СЛС) является одной из наиболее перспективных технологий для создания элементов авиационной и ракетно-космической техники. Технология СЛС позволяет изготавливать изделия сложной формы путем послойного синтеза порошковых материалов различного состава (сплавы на основе никеля, титана, алюминия и др.). Однако промышленное применение данной технологии затруднено, так как в российской промышленности имеется незначительное количество материалов, адаптированных под требования установок СЛС, а также отсутствуют технологические параметры их «выращивания».

Крайне актуальной задачей является разработка режимов СЛС для перспективных отечественных жаропрочных никелевых сплавов, наиболее распространенных в современном двигателестроении. К таким материалам относится сплав ЭП741НП, предназначенный для изготовления дисков и других элементов газотурбинных двигателей методами порошковой металлургии. Целью данной работы являлось исследование влияния параметров промышленной СЛС-установки на микроструктуру и свойства сплава ЭП741НП.

В качестве исходного материала использовали порошок фракцией 20-64 мкм, полученный методом плазменного центробежного распыления на установке УЦР-9И в АО «Композит». Процесс СЛС проводили на установке с габаритами зоны построения 400 × 400 мм, оснащенной иттербиевым волоконным лазером с максимальной выходной мощностью 1000 Вт. Основными варьируемыми параметрами являлись мощность лазера, скорость сканирования и ширина лазерного трека. По результатам предварительных исследований выбрано четыре режима, по которым получены образцы с наименьшим количеством структурных дефектов. В таблице 1 представлены результаты механических испытаний на растяжение экспериментальных образцов, полученных по отобранным режимам.

Таблица 1 – Механические свойства выращенных образцов после СЛС

Режим СЛС	$\sigma_в$, МПа	$\sigma_{0,2}$,МПа	δ, %	ψ, %
A25	1083	853	10,5	11,9
B16	1015	827	7,8	8,1
B17	1051	844	8,2	12,2
C05	1036	840	8,2	11,4

Из представленных результатов можно сделать вывод, что наилучшими механическими характеристиками обладают образцы, полученные по режиму A25. В дальнейшем планируется проведение исследований по влиянию горячего изостатического прессования и термической обработки на структуру и свойства образцов, полученных методом СЛС.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.30

Определение компонент тензора при измерении остаточных напряжений методом фотоупругости в монокристаллах сапфира в форме пластин.

С.И. Бахолдин, В.М. Крымов, Ю.Г Носов

ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН, С-Петербург, Политехническая, 26 , Россия
E-mail: v.krymov@mail.ioffe.ru

Одним из основных типов дефектной структуры в кристаллах, выращиваемых из расплава, являются остаточные напряжения. Они возникают из-за несовместных деформаций под действием термических напряжений в нелинейном температурном поле при выращивании кристаллов. Целенаправленно изменяя конфигурацию тепловых экранов в ростовой зоне можно понижать уровень термопластических напряжений в кристаллах. Особенно актуальна проблема измерения и снижения уровня остаточных напряжений при выращивании тонкостенных изделий, выращиваемых из расплава способом Степанова.

Наиболее часто для измерений остаточных напряжений применяется метод коноскопии, - измерение в сходящемся поляризованном свете. Он позволяет экспериментально определить в каждой точке сечения кристалла разность главных напряжений и угол изоклины. По ним можно рассчитать разность нормальных напряжений и касательное напряжение. Методика измерения приведена в[1].

В большинстве работ этими данными и ограничиваются. Но для более полной оценки распределения остаточных напряжений желательно знать распределение отдельных компонент тензора напряжений. Разделение компонент может быть выполнено несколькими способами. Для кристаллов средних сингоний, к которым относится сапфир характерно наличия естественного двулучепреломления в направлениях, не параллельных оптической оси. Поэтому наиболее эффективным подходом является разделение напряжений путём численного интегрирования с использованием уравнений равновесия.

В данной работе разработан алгоритм и приведены примеры разделения тензора остаточных напряжений для случая выращивания базисноограненных лент сапфира (плоскость ленты перпендикулярна оптической оси) и пластин, вырезанных как поперечные сечения прямоугольных стержней, выращенных в направлении оптической оси.

Разделение напряжений σ_x и σ_y проводилось численным методом с использованием граничных условий и уравнений равновесия [2]. Напряжения в точке с координатами (x_i, y_j) определялись по итерационным формулам:

$$\sigma_{x,i,j} = \sigma_{x,i-1,j} - (\tau_{xy,i,j} - \tau_{xy,i,j-1}),$$
$$\sigma_{y,i,j} = \sigma_{y,i.j-1} - (\tau_{xy,i,j} - \tau_{xy,i-1,j}).$$

[1] А.В. Денисов, Ю.О. Пунин В.М.Крымов// Физика твердого тела, 2007, Т.49, вып.3.С. 454.
[2] А.Я. Александров, М.Х. Ахметзянов // Поляризационно-оптические методы механики деформируемого тела, М, 1973.с.576.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.31

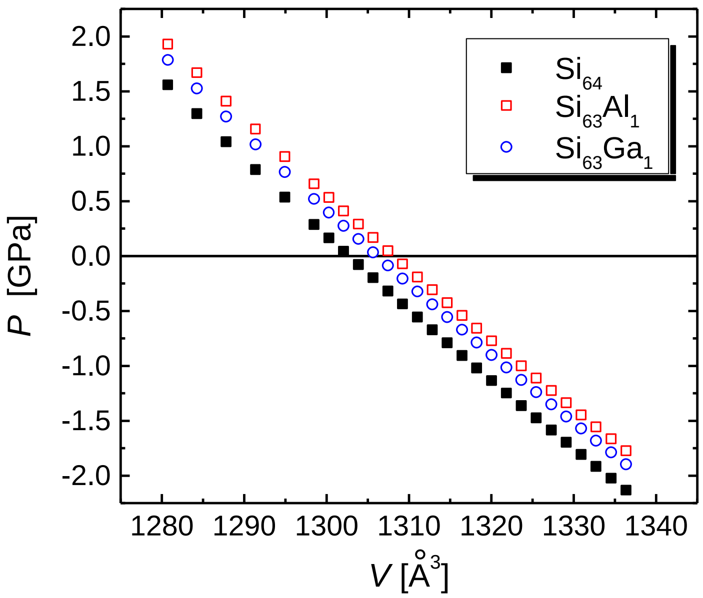
АНОМАЛИИ РЕЛАКСАЦИОННОГО ОБЪЕМА ПРИМЕСНЫХ ДЕФЕКТОВ В КРЕМНИИ: РАСЧЕТЫ ИЗ ПЕРВЫХ ПРИНЦИПОВ ДЛЯ Al И Ga

Белов А.Ю.

Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН, Москва, Россия, belov@crys.ras.ru

Релаксационный объем является важнейшей характеристикой атома примеси, знание которой позволяет с высокой точностью определять содержание легирующей примеси в кристалле дифракционными методами. В данной работе представлены результаты расчета релаксационного объема из *первых принципов* для атомов гетеровалентной примеси в кремнии в позиции замещения. Для расчета полной энергии валентных электронов использовался метод функционала плотности. Расчеты проводились с помощью программы ABINIT [1], в которой реализован итерационный метод самосогласованного решения системы одночастичных уравнений Кона-Шэма с разложением блоховских функций валентных электронов по плосковолновому базису. Для обменно-корреляционной энергии использовалось обобщенное градиентное приближение, а влияние электронов ионного остова учитывалось с помощью нормосохраняющего псевдопотенциала, построенного для свободных атомов на основе того же обменно-корреляционного функционала.

Проведенные расчеты показывают аномальное поведение релаксационного объема для некоторых атомов примеси в позиции замещения в кристалле кремния. Так оказалось, что атом примеси Al, имеющий всего на один электрон меньше, чем атом Si, значительно сильнее искажает решетку свободного от напряжений кристалла (и соответственно обладает большим релаксационным объемом), чем «большой» атом примеси Ga (см. Рис. 1), что не согласуется с обычными кристаллохимическими представлениями. Проведенное сопоставление с доступными дифракционными данными показало реальность выявленных квантово-механическими расчетами аномалий релаксационного объема.



Работа выполнена при финансовой поддержке Российского Фонда Фундаментальных Исследований (договор 19-07-00306\19).

Рис. 1. Зависимость давления от объема (при T = 0 К) для трех суперячеек с 64 атомами (Si_{64}, $Si_{63}Al_1$, $Si_{63}Ga_1$), рассчитанная методом функционала плотности.

1. X.Gonze, J.-M.Beuken, R.Caracas et al. // Comput. Mater. Sci. 2002. V. 25. P. 478.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.32

РАЗМЕРНЫЕ ЭФФЕКТЫ ПРИ ПЕРЕКЛЮЧЕНИИ ПОЛЯРИЗАЦИИ В СЕГНЕТОЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ПЛЕНКАХ

Белов А.Ю.

Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН, Москва, Россия, belov@crys.ras.ru

Сегнетоэлектрические тонкие пленки твердых растворов $Pb(Zr_{1-x}Ti_x)O_3$ при определенной толщине (обычно около 250 нм) имеют специфическую структуру, для которой характерна колончатая форма зерен, и демонстрируют крайне необычную частотную зависимость коэрцитивного поля E_c: $1/E_c^2 \propto \ln(\nu/\nu_0)$ [1]. Особенностью этого закона является не только существование предельной частоты ν_0 (см. Рис.1), но и ее зависимость от диаметра верхнего электрода D: $\nu_0 = \nu_0(D)$. Такие размерные эффекты не могут быть объяснены в рамках существующих моделей переключения поляризации [2]. В данной работе для анализа размерных эффектов используется предложенная в [3] модель поверхностных источников, испускающих тонкие домены с обращенной поляризацией. Эта модель позволяет объяснить необычную частотную зависимость коэрцитивного поля (закон «$1/E_c^2$») при переключении поляризации в поликристаллических тонких пленках в широком диапазоне частот.

Предложенный механизм переключения поляризации в поликристаллических пленках может объяснить зависимость предельной частоты от размера электрода. Эта зависимость связана с возрастающей ролью процессов атермического роста доменов в сильно неоднородном электрическом поле вблизи краев электрода. Показано, что атермический рост доменов становится возможным для некоторых специальных типов затухания электрического поля с удалением от края электрода. Существует аналогия между этим механизмом и моделью образования микротрещин из скоплений дислокаций в поликристаллах.

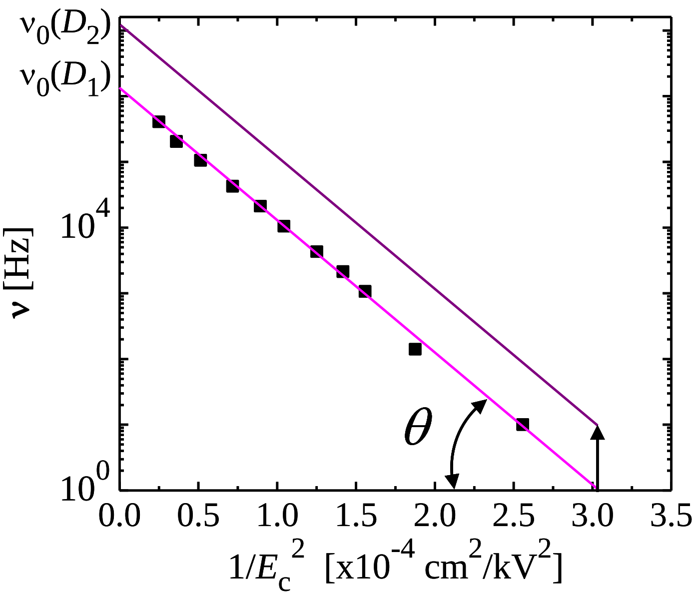


Рис. 1. Зависимость коэрцитивного поля от частоты ν, иллюстрирующая сдвиг предельной частоты $\nu_0(D)$ при изменении диаметра электрода D ($D_2 < D_1$). Экспериментальные данные отвечают комнатной температуре и D_1 = 320 μm [1].

1. S.M. Nam, Y.B. Kil, S. Wada, T. Tsurumi // Jpn. J. Appl. Phys., Vol. 42, p. L 1519-L 1522, 2003.

2. X. Du, I. W. Chen // Mat. Res. Soc. Symp. Proc., Vol. 493, p. 311-316, 1998.

3. А.Ю. Белов // Письма в ЖЭТФ, т. 108, вып. 4, с. 225-229, 2018.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.33

ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ ФУЛЛЕРЕНОВ С ПРИМЕСЯМИ ПРИ ВЫСОКИХ ДАВЛЕНИЯХ И ТЕМПЕРАТУРАХ

Блантер М.С[1]., Борисова П.А[2]., Бражкин В.В[3]., Ляпин С.Г[3]., Филоненко В.П.[3], Кукуева Е.В.[2]

[1]МИРЭА-Российский технологический университет, Москва, Россия, mike.blanter@gmail.com.
[2]Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва,Россия, borisova_PA@nrcki.ru.
[3]Институт физики высоких давлений имени Л.Ф.Верещагина РАН, Троицк, Россия, brazhkin@hppi.troitsk.ru.

Фуллерены - метастабильные модификации углерода, которые при высоких температурах и давлениях претерпевают серию фазовых превращений, включающих полимеризацию, образование аморфного и кристаллического графита, и некоторых других. Они химически активны и образуют с металлами, водородом и другими элементами химические соединения. В процессе синтеза металл-матричных композитов с фуллеренами последние также испытывают фазовые превращения, на которые влияет их взаимодействие с металлами и примесями. Из-за низкой концентрации фуллерена в композите исследование этих превращений затруднено и поэтому представляет интерес исследование влияния малых примесей на фазовые превращения фуллеренов, когда фуллерен является основным элементом образца.

В настоящей работе методами дифракции нейтронов, рамановской спектроскопии и просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения изучены фазовые превращения смеси аморфных фуллеренов C_{60}/C_{70} (50/50) с малой добавкой дейтерия (~2 ат.%) и аморфных и кристаллических фуллеренов C_{60} и C_{70}, в которые вводились по ~7 ат.% Fe или Al. Дейтерий вводился в исходный порошок смеси фуллеренов из газовой фазы , а порошки Fe и Al смешивались с порошками фуллеренов в шаровой мельнице. Фазовые превращения этих смесей осуществляли путем нагревания в тороидальной камере высокого давления при давлениях 2-8 ГПа и температурах 500-1100°C.

Было показано, что дейтерий даже в малых концентрациях ускоряет превра – щение смеси аморфных фуллеренов в аморфный и кристаллический графит. Наноструктура аморфного графита, образовавшегося из смеси аморфных фуллеренов, содержит два типа нанокластеров, которые не образуются в присутствие дейтерия. Дейтерий по-разному действует на наноструктуру аморфного графита, образующегося из смеси аморфных фуллеренов и чистого аморфного фуллерена C_{70}, но в обоих случаях усиливает его анизотропию и уменьшает уровень искажений, наследуемых аморфным графитом от аморфных фуллеренов при превращении.

Введение Fe и Al может как замедлить, так и ускорить превращение фуллерена в аморфный и кристаллический графит в зависимости от давления, типа и структуры исходного фуллерена.

М.С.Блантер и П.А.Борисова благодарят РФФИ (проекты № 19-02-00162а и №18-32-00262 мол) за финансовую поддержку.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.34

ВЛИЯНИЕ АЗОТА НА КОРРОЗИОННУЮ СТОЙКОСТЬ Ti–O–N ПЛЕНОК

Е.Л. Бойцова, Л.А. Леонова
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, 634050, г. Томск, пр. Ленина, 30.
E-mail: boi5@list.ru

Использование магнетронного напыления при различных режимах дает возможность получать тонкие пленки Ti–O–N в более неравновесных состояниях по сравнению с другими методами получения оксинитридных пленок, используемых в различных отраслях промышленности и медицине. Неравновесное состояние пленок характеризуется уникальными физико-химическими свойствами. Допинирование азотом тонкой пленки, с технологическим замещением атомов кислорода на атомы азота, изменяет морфологию и структуру покрытия [1]. Целью настоящей работы являлось исследование коррозионной стойкости, определение всех возможных параметров коррозии пленок Ti–O–N в водных растворах электролита.

Пленки толщиной 30-50 нм, сформированные методом магнетронного напыления на металлической подложке [2], подвергались электрохимическому анализу, которой проводился при помощи потенциостата ПИ-50-1, предназначенного для исследования быстро протекающих электрохимических процессов на границе электрод-электролит. Морфологию поверхности пленок исследовали на металлографическом микроскопе МИМ-8. Ускоренные коррозионные испытания соответствовали ГОСТ 9308-85 и заключались в погружении образцов в 3% раствор хлористого натрия. Определение скорости коррозии осуществляли гравиметрическим (по потере\прибыли массы покрытия). Внешний осмотр образцов производился ежедневно до появления первых признаков коррозии с оценкой по 10-ти бальной шкале по ГОСТ 9.041-74 [3].

Установлено, что пленки допинированные азотом (Ti–O–N), имеют показатели коррозионной стойкости (массовый показатель, глубинный показатель и токовый показатель) выше в среднем на 30% (потеря массы и скорость коррозионного разрушения в 3 %-ном растворе NaCI) проявляя более высокую коррозионную стойкость по сравнению с пленками диоксида титана. Ti–O–N плёнки химически- и коррозионно- стойки, с ничтожно малой растворимостью (не более 0,02%) и скоростью коррозии не превышающей 0,0088 мм/год, что соответствует второму классу стойкости.

Список литературы:

1. Pohrelyuk I., Yaskiv O., Cunha L. //Proceedings of the XI Int. Conference "Problems of Corrosion and Corrosion Protection of Structural Materials". 2012. T. 1. C. 469-474.
2. Leonova L.A., Boytsova E.L., Pustovalova A.A. The study of titanium oxynitride coatings solubility deposited by reactive magnetron sputtering // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 2016. Vol. 135 (1). P. 5.
3. Бойцова Е.Л., Леонова Л.А. // Химия в интересах устойчивого развития. 2018. № 4. С. 443-447.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.35

ВЛИЯНИЕ ПРИМЕСИ НИКЕЛЯ НА УПРУГИЕ СВОЙСТВА ФЛЮОРИТА КАЛЬЦИЯ

Бондаревская А.С.[1*], Сарычев М.Н.[1], Шутов И.С.[1], Жевстовских И.В.[2], Гудков В.В.[1]
[1)] Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, г. Екатеринбург, Россия
[2)] Институт физики металлов имени М.Н. Михеева УрО РАН, г. Екатеринбург, Россия
*E-mail: any-bondarevskaya@yandex.ru

Наличие примесных ионов Ni^{2+} в кристалле CaF_2 приводит к локальным искажениям кристаллической решетки с понижением симметрии и изменению её упругих свойств. Это явление будет интерпретировано с точки зрения эффекта Яна-Теллера.

При изовалентном замещении кальция ионами Ni^{2+} в кристалле со структурой флюорита CaF_2, ион Ni^{2+} оказывается в кубическом окружении, образованным ионами фтора, с основным трехкратно вырожденным орбитальным состоянием $^3T_1$. В этом случае энергия кристалла может понижаться за счет локальных искажений решетки, приводящих к снятию вырождения, в чем проявляется эффект Яна-Теллера (ЯТ) [1]. На температурных зависимостях поглощения ультразвука и упругих модулей эффект ЯТ проявляется в виде характерных аномалий, которые ранее были обнаружены в другом кристалле со структурой флюорита, а именно $SrF_2:Cr^{2+}$, с основным состоянием $^5T_2$ [2,3].

В работе представлены результаты ультразвуковых исследований в кристалле CaF_2, содержащем примесь никеля малой концентрации. Продольные и поперечные ультразвуковые волны распространялись вдоль кристаллографического направления [110], измерения были выполнены на частотах 20-160 МГц в интервале температур от 4 К до 140 К. На температурной зависимости поглощения поперечной волны, связанной с упругим модулем c_{44}, был обнаружен пик вблизи 55 К и аномальное смягчение упругого модуля в интервале 40-60 К. При повышении частоты ультразвука эти аномалии сдвигались в область более высоких температур, что указывало на их релаксационную природу. Для волн, связанных с упругими модулями $(c_{11}-c_{12})/2$ и $(c_{11}+c_{12}+2c_{44})/2$ также наблюдались характерные аномалии. Полученные данные свидетельствуют об орторомбических искажениях ЯТ центра Ni^{2+} в CaF_2.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (грант № 18-32-00432) и ключевого центра превосходства УрФУ “Радиационные и ядерные технологии”.

1. Bersuker I.B., The Jahn-Teller Effect, Cambridge University Press, U.K. (2006).
2. I.V., Bersuker I.B., Gudkov V.V. et al., J. Appl. Phys., 119, 225108 (2016).
3. Averkiev N.S., Bersuker I.B., Gudkov V.V. et al., J. Phys. Soc. Jpn, 86, 114604 (2017).

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.36

ПОЛУЧЕНИЕ И ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ FE-NI МЕТАЛЛ-МАТРИЧНОГО КОМПОЗИТА С ФУЛЛЕРЕНОМ С60

Борисова П.А.

НИЦ «Курчатовский институт», г. Москва, Россия, Borisova_PA@nrcki.ru

Получены металл-углеродные композиты из аустенитного сплава Fe-Ni с механически размолотыми фуллеренами (аморфной фазой) С60 малой концентрации (1,7% ат.). Исследовано взаимодействие этих компонент при спекании в камере тороидального типа под давлениями 2, 4.5 и 8 ГПа и температурами до 950 °С и без давления методами нейтронной и рентгеновской дифракции, микроструктурного анализа, термогравиометрии и дифференциальной сканирующей калориметрии.

Для металлической составляющей был выплавлен сплав Fe-33,2 масс.% Ni (содержание металлических примесей было меньше 0,1 масс.%), путем сверления он превращен в стружку, которая была размолота в активаторе (с размольными шарами из WC) планетарной мельницы типа Fritsch, в атмосфере He. Полученный порошок с размером частиц ~ 300 мкм имел ГЦК структуру. В качестве армирующей добавки использовались механически активированный фуллерен C_{60} чистотой 99.5%. Он был получен путем длительного помола исходного кристаллического C_{60} в агатовом активаторе (с размольными шарами) планетарной мельницы типа Fritsch в атмосфере He. Смесь, содержащая 1,7 ат.% C_{60}, была получена перемешиванием в активаторе из WC в атмосфере He. На каждом этапе механического воздействия структурные изменения отслеживались с помощью нейтронной дифракции.

При спекании при высоких температурах и давлениях металл-матричного композита, состоящего из аустенитного сплава Fe-Ni с малой добавкой механически активированного фуллерена С60 (1,7 ат.%) сохраняется ГЦК решетка железо-никелевого сплава, в которой растворяется часть углерода и образуются карбиды. Основной структурной составляющей в микроструктуре являются участки металлического сплава, между которыми располагаются более твердые участки с дисперсными зернами сплава вперемежку с углеродной фазой. Вероятной причиной более высокой микротведости этих структурных зон является образование при спекании из аморфного исходного фуллерена твердого аморфного (наноструктурного) графита. При низком давлении (2 ГПа) происходит локализации углеродной составляющей в металлической матрице, что приводит к уменьшению твердости такого композита.

Работа выполнена с использованием Уникальной научной установки «Нейтронный исследовательский комплекс на базе реактора ИР-8». Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-32-00262 мол_а «Исследование нанокомпозитов из железо-никелевого сплава с аморфной фазой фуллеренов».

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.37

УГЛЕРОД И УГЛЕРОДНЫЕ МАТЕРИАЛЫ

Бражкин В.В.

Институт Физики Высоких Давлений РАН, г. Троицк, г. Москва, Россия,

brazhkin@hppi.troitsk.ru

Будет рассмотрено образование атомов углерода в недрах звезд, антропный принцип и резонанс Хойла. Обсуждается распространенность углерода и его соединений во Вселенной и на Земле. Из-за уникального расположения в таблице Менделеева углерод может формировать огромное число структур, проявляя различную валентность и различную гибридизацию электронов. Объясняются причины огромного числа углеродных модификаций и уникальных механических и электронных свойств углеродных материалов. Демонстрируются необычные примеры новых состояний углерода. В заключении рассматриваются научно-технические применения углерода: радиоуглеродный анализ, сверхтвердые материалы и материалы для электроники.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.38

СТРУКТУРА И СВОЙСТВА СУБМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ЦВЕТНЫХ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ МЕТОДОМ ДИНАМИЧЕСКОГО КАНАЛЬНО-УГЛОВОГО ПРЕССОВАНИЯ

И.Г. Бродова
Институт физики металлов УрО РАН, г. Екатеринбург, Россия
e-mail: brodova@imp.uran.ru

Приведены оригинальные экспериментальные данные о закономерностях структурно-фазовых превращений в титане, алюминии, меди и их сплавах, полученных в субмикрокристаллическом и наноструктурном состояниях методом динамического канально- углового прессования. Метод динамического канально-углового прессования (ДКУП) разработан в РФЯЦ-ВНИИТФ (Патент РФ 2006 г). Отличительная особенность метода ДКУП состоит в использовании продуктов горения пороха, что позволяет деформировать материалы со скоростями ~$10^5 c^{-1}$, т.е. на шесть порядков выше, чем при РКУП. Определено, что на результирующую структуру материала при ДКУП оказывают влияние высокоскоростная деформации простого сдвига, ударно-волновая деформация сжатия и температура. Подробно, с привлечением комплексных аналитических методов изучена эволюция морфологических и размерных характеристик структуры разных материалов в зависимости от режима деформирования. Рассмотрены механизмы деформации и деформационного упрочнения металлов и сплавов в широком интервале скоростей деформации Представлены новые данные о термической устойчивости субмикрокристаллических материалов, полученных динамическим прессованиям, и об изменении их динамических характеристик при ударно-волновом сжатии. С единых позиций описаны принципы создания субмикрокристаллических и нанокристаллических разных по составу и свойствам материалов, полученных методом динамического прессования.

На примере титана предложен метод определения величины равномерной сдвиговой деформации при ДКУП, основанный на анализе геометрии сдвиговой деформации и металлографическом исследовании пространственной ориентированности структурных составляющих. Изучены закономерности формирования методом ДКУП субмикрокристаллических алюминиевых сплавов разного состава. Выделены две группы сплавов в зависимости от степени легирования матрицы: термически неупрочняемые Al-Mg–Mn и Al-Mn сплавы со слабым твёрдорастворным упрочнением (АМц и А5083) и термически упрочняемый Al-Zn-Mg-Cu сплав с дисперсионным и сильным твёрдорастворным упрочнением (В 95). Установлена взаимосвязь состава и структуры СМК алюминия, меди и их сплавов, полученных ДКУП, с механическими свойствами в широком диапазоне скоростей деформации ($3x10^{-3}$ c^{-1} - и $3x10^5$ c^{-1}).

Данные результаты представлены в монографии И.Г. Бродова, В.И.,Зельдович, И.В. Хомская, Е.В. Шорохов, А.Н. Петрова, А.Э. Хейфец, И.Г. Ширинкина , Н.Ю. Фролова «СТРУКТУРА И СВОЙСТВА СУБМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ЦВЕТНЫХ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ ПРИ ЭКСТРЕМАЛЬНЫХ ВОЗДЕЙСТВИЯХ» / под редакцией И.Г. Бродовой. - Екатеринбург: Издательство УМЦ УПИ,2018.-363с.

Работа выполнена в рамках государственного задания МИНОБРНАУКИ России (тема «Структура» №АААА-А18-118020190116-6)
DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.39

ЭПИТАКСИЯ ПЛЕНОК ZnO И $BaFe_{12}O_{19}$ НА КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ПОДЛОЖКАХ ГЕКСААЛЮМИНАТА ЛАНТАНА-МАГНИЯ $LaMgAl_{11}O_{19}$

А.В. Буташин, А.Э. Муслимов, А.Ш. Асваров,
Н.А. Архарова, В.В. Клечковская, В.М. Каневский

Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова
ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН, 119333 Москва, Россия

Монокристаллы гексаалюмината лантана-магния $LaMgAl_{11}O_{19}$ известны как лазерный материал – матрица для активных Ln^{3+}-ионов [1]. Соединение плавится конгруэнтно, и монокристаллы $LaMgAl_{11}O_{19}$ могут быть выращены из расплава. Особенность механических свойств монокристаллов $LaMgAl_{11}O_{19}$ – наличие совершенной спайности по плоскости (0001).

Сравнительный анализ метрики кристаллических решеток показал, что (0001) сколы монокристалла $LaMgAl_{11}O_{19}$ пригодны для нанесения эпитаксиальных пленок функциональных материалов ZnO и $BaFe_{12}O_{19}$ (Таблица):

Состав/ структурный тип	Пр. гр.	*a*, нм	*c*, нм
$LaMgAl_{11}O_{19}$ / магнетоплюмбит	$P6_3/mmc$	0.5581	2.198
$BaFe_{12}O_{19}$/ магнетоплюмбит	$P6_3/mmc$	0.5888	2.3189
ZnO / вюрцит	$P6_3mc$	0.3249	0.5204

Комплексная характеризация строения пленок ZnO и $BaFe_{12}O_{19}$, полученных методом магнетронного распыления на (0001) сколы $LaMgAl_{11}O_{19}$, показала, что пленки обоих соединений – эпитаксиальные. При эпитаксии ZnO/$LaMgAl_{11}O_{19}$ по плоскости (0001) решетка ZnO развернута вокруг общей с $LaMgAl_{11}O_{19}$ оси c на 30° {(0001)[$10\bar{1}0$]ZnO‖(0001)[$11\bar{2}0$] $LaMgAl_{11}O_{19}$}, также как при росте ZnO на (0001) сапфировых подложках, однако рассогласование гексагональных и тригональной решеток пленки и подложки в плоскости (0001) существенно различается: $a_{ZnO}\sqrt{3} \approx a_{LaMgAl11O19} > a_{Al2O3}$. Конкретно для системы ZnO/$LaMgAl_{11}O_{19}$ это рассогласование составляет ~0.7%, а для системы ZnO/Al_2O_3 ~18.4%, что является несомненным преимуществом монокристаллов $LaMgAl_{11}O_{19}$ как подложек для эпитаксии пленок ZnO по сравнению с сапфиром. Пленки ферримагнитного $BaFe_{12}O_{19}$ на изоструктурной подложке $LaMgAl_{11}O_{19}$ растут без разворота решетки {(0001)[$10\bar{1}0$]$BaFe_{12}O_{19}$‖(0001)[$10\bar{1}0$]$LaMgAl_{11}O_{19}$}, несколько напряжены за счет рассогласования параметров $\Delta a/a \approx 5\%$, при этом они показывают высокие значения остаточной магнитной индукции и коэрцитивной силы, «легкая ось» вдоль <0001>.

Таким образом можно сделать заключение о перспективности монокристаллов гексаалюмината лантана-магния как подложечного материала в эпитаксиальных технологиях создания элементов опто- и микроэлектроники, радиотехники.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН в части синтеза и характеризации пленок ZnO и РФФИ (грант № 18-02-00515 а) в части синтеза и характеризации пленок $BaFe_{12}O_{19}$.

1. *Х.С. Багдасаров, Л.М. Дорожкин, Л.А. Ермакова и др.* // Квантовая электроника, 1983, 10, 1645-1651.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.40

ОСОБЕННОСТИ СИНТЕЗА КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ПЛЕНОК СО СТРУКТУРОЙ ШПИНЕЛИ НА C- И R-ПОДЛОЖКАХ САПФИРА

А.В. Буташин, А.Э. Муслимов, А.Ш. Асваров, В.М. Каневский

Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН, 119333 Москва, Россия

В последнее время возрос интерес к исследованию пленок ферритов кобальта и никеля в связи с обнаружением уникальных магнитных свойств в деформированном состоянии. Так можно получить экстремально высокое значение коэрцитивного поля и конфигурацию «легкая ось» в напряженных нестехиометрических пленках $CoFe_2O_4$ ориентации (311) [1].

В данной работе на сапфировые подложки ориентации R $(10\bar{1}2)$ наносили суспензию кристаллитов ZnO субмикронных размеров в ацетоне, высушивали и отжигали на воздухе в трубчатой печи при температуре 1200°C. По данным электронной и зондовой микроскопии, рентгеновской и электронной дифракции на поверхности сапфировых пластин образовались тонкие ориентированные кристаллические пленки цинковой шпинели $ZnAl_2O_4$: $(311)ZnAl_2O_4 \| (10\bar{1}2)Al_2O_3$; $\langle 332\rangle ZnAl_2O_4 \| \langle 11\bar{2}0\rangle Al_2O_3$; $\langle 110\rangle ZnAl_2O_4 \| \langle 10\bar{1}1\rangle Al_2O_3$. Полученные пленки $ZnAl_2O_4/Al_2O_3$ предполагается использовать как «темплейты» для получения магнитных пленок $NiFe_2O_4$ и $CoFe_2O_4$ ориентации (311) с намагниченностью типа «легкая ось» вдоль направления <311>.

Также исследована кинетика твердофазных реакций в процессе синтеза пленок феррит-шпинели $NiFe_2O_4$ на сапфировой подложке ориентации C (0001), проводившегося путем нанесения на подложку чередующихся тонких слоев металлов (никеля, железа) методом магнетронного распыления и последующего отжига этого композита на воздухе со ступенчатым увеличением температуры в диапазоне 750÷850°C. По данным рентгеновской дифракции интенсивный процесс окисления металлических слоев и формирование фазы феррит-шпинели начинались при температуре 750°C. При 850°C получена однофазная по составу пленка феррит-шпинели; с увеличением длительности отжига при этой температуре наблюдался относительный рост интенсивности рефлекса (311) $NiFe_2O_4$, что свидетельствует о формировании в поликристаллической пленке феррит-шпинели преимущественной ориентации кристаллитов за счет ориентирующего действия сапфировой подложки.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН в части синтеза микро и нанокристаллов оксида цинка и РФФИ (грант № 18-02-00515 а) в части синтеза пленок со структурой шпинели и их характеризации

1. *S. Sagar E., L. Xiaoxi., Y. Yukiko., L. Sean., M. Akimitsu,* Scientific Reports, 2016, **6**, 30074.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.41

РОСТ И ИОННАЯ ПРОВОДИМОСТЬ КРИСТАЛЛОВ НЕСТЕХИОМЕТРИЧЕСКИХ ФАЗ $R_{1-y}Pb_yF_{3-y}$ (R = Pr, Nd) СО СТРУКТУРОЙ ТИПА LaF_3 (ТИСОНИТА)

Бучинская И.И., Каримов Д.Н., Сорокин Н.И., Соболев Б.П.
ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН, Москва, Россия
E-mail: buchinskayaii@gmail.com

В настоящее время активно ведутся разработки фтор-ионных источников тока, важнейшим элементом которых являются фторпроводящие твердые электролиты (ФТЭЛ). Одни из наиболее перспективных ФТЭЛ − нестехиометрические фазы $R_{1-y}M_yF_{3-y}$ (M = Ca, Sr, Ba; R = La–Nd) со структурой тисонита (LaF_3) [1, 2]. Тисонитовые фазы $R_{1-y}Pb_yF_{3-y}$ представляют интерес как ФТЭЛ, но условия их получения, составы и ионная проводимость неизвестны. Причиной этого является неизученность фазовых диаграмм систем PbF_2–RF_3 в области тугоплавких составов $R_{1-y}Pb_yF_{3-y}$. Это вызвано большой разницей в температурах плавления RF_3 цериевой подгруппы и PbF_2 и летучестью последнего. Цель работы − получение из расплава кристаллов $R_{1-y}Pb_yF_{3-y}$ (R = Pr, Nd) и исследование их фтор-ионной проводимости для характеризации как ФТЭЛ.

Кристаллы выращены из расплава методом Бриджмена с использованием тигля специальной конструкции [3]. Фазовый состав $(Pr,Nd)_{1-y}Pb_yF_{3-y}$ определен рентгенографическим методом. Концентрацию PbF_2 в кристаллах рассчитывали из весовой потери шихты. Изучены составы $Pr_{1-y}Pb_yF_{3-y}$ и $Nd_{1-y}Pb_yF_{3-y}$ при y = 0–0.21. Ионная проводимость σ_{dc} измерена методом импедансной спектроскопии. Концентрация PbF_2 (y), фазовый состав и значения $\sigma_{dc}(y)$ при 296±1 К приведены в таблице (ТФ – тисонитовая фаза, ФФ – флюоритовая фаза).

Концентрация PbF_2	σ_{dc}, См/см	Фазовый состав	Вид образца
PrF_3 + следы PbF_2	9.4×10^{-7}	ТФ	однородная структура
PrF_3 + 4.2 % PbF_2	7.3×10^{-5}	ТФ	зернистая, блочная структура
PrF_3 + 11.8 % PbF_2	3.1×10^{-5}	ТФ + ФФ	
PrF_3 + 21.4 % PbF_2	2.2×10^{-5}	ТФ + ФФ	
NdF_3 + следы PbF_2	6.8×10^{-7}	ТФ	однородная структура
PrF_3 + 5 % PbF_2	2.9×10^{-5}	ТФ	зернистая, блочная структура
PrF_3 + 11 % PbF_2	6.0×10^{-6}	ТФ + следы ФФ	
PrF_3 + 13.2 % PbF_2	6.6×10^{-6}	ТФ + ФФ	
PrF_3 + 21.6 % PbF_2	2.6×10^{-6}	ТФ + ФФ	

Максимальная ионная проводимость обнаружена у $(Ce,Nd)_{1-y}Pb_yF_{3-y}$ с y = 0.04–0.05, составы которых совпадают с максимумами $\sigma_{dc}(y)$ для тисонитовых кристаллов $(Ce,Nd)_{1-y}(Ca,Sr)_yF_{3-y}$ [1, 2]. Исследование открывает перспективы поиска новых высокопроводящих ФТЭЛ $R_{1-y}Pb_yF_{3-y}$ с ионами других РЗЭ, если будут преодолены технические проблемы роста кристаллов, содержащих высоколетучие компоненты.

[1] *Соболев Б.П., Сорокин Н.И. и др.* // Кристаллография. 2014. Т. 59. № 4. С. 609–622
[2] *Сорокин Н.И., Соболев Б.П. и др.* // Кристаллография. 2015. Т. 60. № 1. С. 123–129
[3] *Бучинская И.И., Архарова Н.А. и др.* // Кристаллография. 2019. Т. 64. № 6, в печати.

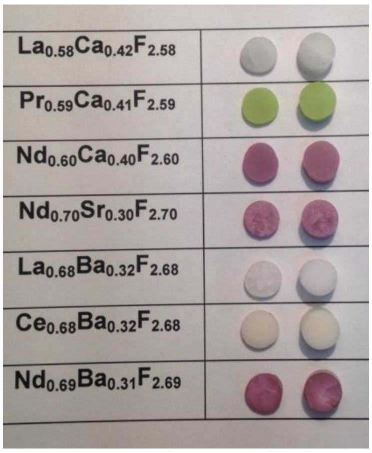
Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН.
DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.42

СИНТЕЗ И ЭЛЕКТРОПРОВОДНОСТЬ ЭВТЕКТИЧЕСКИХ КОМПОЗИТОВ В СИСТЕМАХ MF$_2$ – RF$_3$ (M = Ca, Sr, Ba; R = La – Nd)

<u>Бучинская И.И.</u>, Каримов Д.Н., Сорокин Н.И., Соболев Б.П.

ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН, Москва, Россия
E-mail: buchinskayaii@gmail.com

Разработка фундаментальных основ создания новых функциональных материалов с важными для практического использования свойствами является одним из приоритетных направлений современной науки. Таким направлением в ионике фторидных материалов является поиск новых фторидных твердых электролитов на основе эвтектических композиций и изучение особенностей механизма фтор-ионного транспорта в них [1–3].



Методом сплавления (T = 1800 K, 2 ч., атмосфера CF_4) синтезированы эвтектические композиты в системах MF$_2$ – RF$_3$ (M = Ca, Sr, Ba; R = La – Nd). По данным рентгенофазового анализа (дифрактометр *Rigaku MiniFlex 600*, излучение CuK_α) композиты состоят из насыщенных твердых растворов $M_{1-x}R_x\mathrm{F}_{2+x}$ (тип CaF_2, пр. гр. $Fm\bar{3}m$) и $R_{1-y}M_y\mathrm{F}_{3-y}$ (тип LaF_3, пр. гр. $P\bar{3}c1$).

Проведены температурные (300–700 K) измерения ионной проводимости σ_{dc} композитов методом импедансной спектроскопии (прибор *Tesla BM-508*).

Состав	T, K	A, СмК/см	ΔH_σ, эВ	σ_{500K}, См/см
$La_{0.68}Ba_{0.32}F_{2.68}$	296–535	6.95×10^4	0.49	1.6×10^{-3}
$Pr_{0.59}Ca_{0.41}F_{2.59}$	297–537	9.95×10^4	0.52	1.15×10^{-3}
$Nd_{0.70}Sr_{0.30}F_{2.70}$	298–553	6.4×10^5	0.60	1.15×10^{-3}
$Nd_{0.69}Ba_{0.31}F_{2.69}$	297–705	3.95×10^4	0.53	3.6×10^{-4}

Изученные композиты обладают высокими значениями ионной проводимости σ_{dc} (см. табл.).

Максимальная σ_{dc} наблюдается для композита состава $La_{0.68}Ba_{0.32}F_{2.68}$. Механизм ионной проводимости в композитах является вакансионным, энтальпия активации миграции вакансий фтора равна 0.5–0.6 эВ. В эвтектических композитах нет выделенных каналов проводимости, поэтому наблюдается *3D* ионный транспорт.

По кондуктометрическим характеристикам композиты относятся к среднетемпературным (450–773 K) фтор-проводящим твердым электролитам с хорошими механическими свойствами.

[1] *Медведева Л.В., Сорокин Н.И. др.* // ЖНХ. 1994. Т. 39. № 2. С. 316-318
[2] *Сорокин Н.И., Соболев Б.П.* // Кристаллография. 1996. Т. 41. № 3. С. 518-521
[3] *Сорокин Н.И., Каримов Д.Н. и др.* // Кристаллография. 2019. Т. 64. С. 457-464.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.43

ВЛИЯНИЕ КОЛЛЕКТИВНЫХ ЭФФЕКТОВ НА ВЫСОКОСКОРОСТНУЮ ДЕФОРМАЦИЮ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Варюхин В.Н.,[1] Малашенко В.В.[1,2]

[1]Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина, Донецк malashenko@fti.dn.ua

[2]Донецкий национальный университет, Донецк

Механические свойства кристаллов в значительной степени определяются зарождением и перемещением в кристалле огромных дислокационных ансамблей, а также их взаимодействием друг с другом и с неподвижными дефектами структуры. Если пластическая деформация осуществляется в результате высокоэнергетических воздействий, дислокации преодолевают препятствия динамическим образом, т.е. без помощи тепловых флуктуаций. Динамический режим дислокационного движения реализуется при воздействии лазерных импульсов, корпускулярных потоков, динамическом канально-угловом прессовании, высокоскоростной обработке, при сварке взрывом, при пробивании оболочек [1, 2]. В динамической области скоростей основным механизмом диссипации энергии движущейся дислокации становится переход энергии внешних воздействий в энергию поперечных дислокационных колебаний в плоскости скольжения. Сила динамического торможения дислокации, определяющая механические характеристики кристалла, становится при этом весьма чувствительной к виду спектра дислокационных колебаний, в частности, к наличию в нем щели [3-5]. Эта щель может возникнуть как в результате коллективного взаимодействия растворенных атомов с дислокацией, так и в результате коллективного взаимодействия остальных дислокаций ансамбля с этой дислокацией. Конкуренция этих взаимодействий определяет и формирование спектральной щели, и величину силы динамического торможения дислокаций, а, следовательно, и механические свойства кристаллов в условиях высокоскоростной деформации. Сила этих взаимодействий зависит главным образом от концентрации растворенных атомов и плотности подвижных дислокаций. Анализ дислокационного скольжения при высоких скоростях деформации обычно выполняется с помощью компьютерного моделирования на основе метода молекулярной динамики [6]. Однако этот метод не позволяет получить аналитические зависимости механических свойств от характеристик структурных дефектов. Получить такие зависимости можно с помощью теории динамического взаимодействия структурных дефектов [3-5]. Учет коллективных эффектов позволяет, в частности, получить аналитическую зависимость динамического предела текучести двухкомпонентных сплавов от концентрации второго компонента, которая является немонотонной и при выполнении определенных условий может иметь минимум и максимум. Зависимость такого типа наблюдалась в [7].

1. D. Batani. EPL. **114**, 6500 (2016).
2. Varyukhin V., Beygelzimer Y., Kulagin R., Prokof'eva O., Reshetov A..// Materials Science Forum, 667 (2011).
3. Malashenko V.V. Physica B: Phys. Cond. Mat., **404**, 3890 (2009).
4. Малашенко В.В. Письма в ЖТФ **45**, 5 (2019).
5. Малашенко В.В. Письма в ЖТФ **44**, 47 (2018).
6. Yanilkin A.V., Krasnikov V.S., Kuksin A.Yu., Mayer A.E. International J. Plasticity **55**, 94 (2014).
7. D.G. Morris, M.A. Munoz-Morris, L.M.Requejo. Materials Science and Engineering A., 163 (2007).

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.44

РОСТ И ИЗУЧЕНИЕ СВОЙСТВ СМЕШАННЫХ КРИСТАЛЛОВ $(NH_4)_2Ni_xCo_{1-x}(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$

Васильева Н.А., Баскакова С.С., Лясникова М.С., Маномерова В.Л., Руднева Е.Б., Волошин А.Э.

Институт кристаллографии им. А.В.Шубникова

ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» Российской академии наук, Москва, Россия

E-mail: rudneva.lena@inbox.ru

Для улучшения эксплуатационных и качественных характеристик приборов в различных областях науки и техники поиск новых материалов с заданными свойствами является актуальным направлением исследований. Смешанные кристаллы $(NH_4)_2Ni_xCo_{1-x}(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ (ACNSH) могут быть использованы в качестве оптических фильтров УФ диапазона. Целью работы было получение крупных оптически однородных кристаллов ACNSH различного состава, сравнение их ростовых характеристик и исследование их свойств.

Были выращены оптически однородные кристаллы ACNSH в статическом и динамическом режимах из растворов с соотношением компонентов: два кристалла ACSH:ANSH = 2:1, 1:1 и 1:2,6. Как и кристаллы твердых растворов KCNSH смешанные кристаллы ACNSH обладают ярко выраженной анизотропией скоростей роста граней (110) и (001). Исследование дефектной структуры смешанных кристаллов ACNSH с помощью оптического микроскопа показало наличие в них включений раствора, в том числе и на секториальной границе, а также дефектов, характерных для смешанных кристаллов - зонарной неоднородности и включений фаз другого состава.

Определены температуры дегидратации кристаллов, выращенных из растворов трех составов: 92, 120 и 122 °C (для растворов ACSH:ANSH = 2:1, 1:1 и 1:2,6, соответственно). Т.е. кристаллы ACNSH в сравнении с другими кристаллами солей Туттона более термически устойчивы.

Получены спектры пропускания кристаллов. Кристалл, выращенный из раствора с соотношением компонентов ACSH:ANSH = 1:2,6 в статическом режиме имеет наилучшие оптические характеристики: высокое пропускание в УФ области (61%) и небольшое в видимой области (6,8% и 11,9%).

Хотя на данный момент качество кристаллов ACNSH далеко от приемлемого для практических целей уровня, тем не менее, его свойства могут позволить использовать его в качестве оптического фильтра. Для достижения этой цели необходимо проведение работ по исследованию влияния параметров ростового процесса на качество кристаллов.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.45

РОСТ СМЕШАННЫХ КРИСТАЛЛОВ $K_2Ni_xCo_{(1-x)}(SO_4)_2{\cdot}6H_2O$ ВЫСОКОГО СТРУКТУРНОГО КАЧЕСТВА ДЛЯ УФ-ОПТИКИ.

Васильева Н.А., Руднева Е.Б., Маноменова В.Л., Масалов В.М., Жохов А.А., Емельченко Г.А., Волошин А.Э.

ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН

Материал на основе смешанного кристалла $K_2Ni_xCo_{(1-x)}(SO_4)_2{\cdot}6H_2O$ является перспективным для приборов солнечно-слепой технологии. Его использование в качестве датчиков пламени и коронного разряда позволит на порядок улучшить качественные и эксплуатационные характеристики приборов. Однако из-за различия коэффициентов распределения изоморфных компонентов для разных секторов роста граней смешанные кристаллы $K_2Ni_xCo_{(1-x)}(SO_4)_2{\cdot}6H_2O$ характеризуются повышенной неоднородностью по составу в сравнении с однокомпонентными кристаллами. Это обстоятельство не позволяет получать кристаллы пригодного для УФ оптики качества стандартным методом роста водорастворимых кристаллов – методом понижения температуры раствора.

В докладе излагается способ роста смешанных кристаллов $K_2Ni_xCo_{(1-x)}(SO_4)_2{\cdot}6H_2O$ высокого структурного совершенства методом температурного перепада. Для устранения секториальной неоднородности были выращены смешанные кристаллы $K_2Ni_xCo_{(1-x)}(SO_4)_2{\cdot}6H_2O$ в цилиндрических формообразователях. Для устранения зонарной неоднородности кристаллов рассчитана и реализована подпитка маточного раствора, учитывающая изменение состава раствора как в стационарном режиме роста из-за различных коэффициентов распределения изоморфных компонентов, так и вследствие формирования пограничного диффузионного слоя в начальный переходный момент роста. Скорость роста кристаллов определялась начальным значением переохлаждения раствора и скоростью подачи подпитывающего раствора в маточный раствор.

Методом рентгеновской топографии была изучена реальная структура смешанных кристаллов $K_2Ni_xCo_{(1-x)}(SO_4)_2{\cdot}6H_2O$, выращенных методом температурного перепада с подпиткой раствора и в формообразователях. Было обнаружено, что такие кристаллы не содержат включений и дислокаций, не имеют заметных внутренних напряжений.

Были изучены спектры пропускания полученных смешанных кристаллов $K_2Ni_xCo_{(1-x)}(SO_4)_2{\cdot}6H_2O$. У всех элементов наблюдается высокое (85 – 87 %) пропускание в УФ области, пики в видимой области практически отсутствуют, а в ИК-области пики не превышают 10%. Это делает возможным успешное применение кристаллов $K_2Ni_xCo_{(1-x)}(SO_4)_2{\cdot}6H_2O$ в качестве зонных оптических фильтров. Из выращенных кристаллов были изготовлены оптические элементы диаметром 20 мм и толщиной 10 мм.

Работа выполнена при поддержке российского научного фонда (проект № 15-12-00030).

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.46

О ВЛИЯНИИ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ В УСЛОВИЯХ ТЕРМО И ЭЛЕКТРОНАГРЕВА НА ИЗМЕНЕНИЕ ПРОЧНОСТНЫХ И ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ГЕРМАНИЯ И КРЕМНИЯ

Велиханов А.Р.

Институт физики ДФИЦ РАН, Махачкала, Россия

art677@mail.ru

Основным фактором, влияющим на надежность чувствительных элементов датчиков физических величин, являются наноразмерные и наноструктурные дефекты в полупроводнике, возникающие на различных этапах жизненного цикла приборов [1]. Поскольку приборы испытывают влияние различных внешних параметров, представляется важным исследование влияния, например, температуры и электрического поля при одновременном сжатии полупроводника на изменение его прочностных и пластических свойств, а также электрической проводимости.

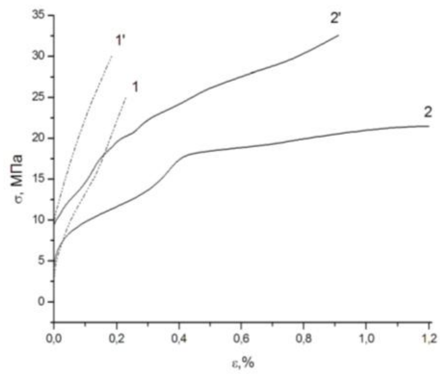


Рис.1. Кривые сжатия монокристаллов германия (1, 2) при 590°C и кремния (1', 2') при 750°C в условиях ГПД (1, 1') и КПД (2, 2').

При деформировании обычными методами начало пластичности в кремнии достигается при температурах $T = 0{,}6 \cdot T_{пл}$ и выше (горячая пластическая деформация – ГПД), где $T_{пл}$ – температура плавления. В предложенном новом способе деформирования воздействие термонагрева наряду с прохождением постоянного электрического тока через образец (комбинированная пластическая деформация – КПД) в условиях сжатия полупроводника, позволяет проводить испытания при $T = 0{,}5 \cdot T_{пл}$. В качестве объекта исследования использовались образцы монокристаллов германия и кремния p - типа с удельными сопротивлениями, соответственно, ρ = 2 Ом·см и ρ = 7 Ом·см, соответственно, в виде параллелепипедов с размерами 14×9×5 мм^3, ребра которых совпадали с кристаллографическими направлениями [101], [100], [110] соответственно. Деформация в условиях КПД проводилась в течение 30 мин. Образцы сжимались вдоль направления [110] при температурах испытания равных T = 590°C - для германия и T = 750°C –для кремния, которая достигалась одновременно за счет нагрева в печи сопротивления и проходящего через образец плотности тока равной j = 190 А/см^2 для германия и j = 50 А/см^2 для кремния. Как видно из рисунка 1, наиболее благоприятным для германия и кремния оказался метод КПД. В связи с этим дополнительной задачей исследования являлось выяснение влияния КПД, имеющего преимущества перед ГПД, на изменение электрической проводимости германия и кремния в зависимости от различных степеней деформации. Анализ результатов показывает различие в изменении удельного сопротивления в образцах кремния и германия, подвергнутых КПД, а что касается прочностных свойств – то здесь наблюдается уменьшение микротвердости с ростом степени деформации для тех же образцов. Изменения электрических и прочностных характеристик кремния и германия связывается с изменением концентрации носителей тока.

1. Электронные свойства дислокаций в полупроводниках. Под ред. Ю.А. Осипьяна, - М.: Эдиториал УРСС, 2000.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.47

О ГРАНИЦАХ ПЕРИОДИЧЕСКОГО ЗАКОНА ХИМИЧЕСКИХ ЭЛЕМЕНТОВ (ТАБЛИЦЫ) МЕНДЕЛЕЕВА

Инж. Венец Ю.С.

«ПО «ОСКАР, г. Никополь, Украина, yu.venets@ukr.net

Стремление в коррозионностойких сталях с азотом к макроструктуре без пор[1] привели к новому электронному уровню применения термодинамики для расчета максимальной растворимости в жидких и твердых макро-и микроструктурных фазах[2-4].

Возможность автоматизации расчетов позволила определить вклад по закону Кулона в пределы текучести и прочности химического состава и влияния основных структур: аустенита коррозионностойких сталей, феррита, перлита, бейнита и мартенсита в углеродистых сталях[5], термодинамически описав жаропрочные свойства первых; теплоемкость, тепло-и электропроводность железа[6].

Связи же структурных зависимостей сталей с классификацией ионов(атомов) химических элементов ищут в таблице Менделеева. При этом для s-, p-, d-и f-типов элементов применима арифметическая прогрессия числа орбиталей (1; 3; 5; 7), нарастание логарифма которого нелинейно, тогда как логарифм параметров систем в термодинамике линеен.

Для устранения этой логической нестройности число орбиталей для различных s-, p-, f-и d-типов соответственно предлагается считать по первым четырем членам геометрической прогрессии:

$$\left(2^x - 1\right)^{x=1,2,3,4} = 1;\ 3;\ 7;\ 15. \qquad (1)$$

где $\log_2 2^x$ равно «х» и является линейной зависимостью.

Тогда согласно этой последовательности, а также количества существующих 30шт. d-элементов, радиационно-стабильных в течении более суток [7], и правилу Маделунгма-Клечковского последними заполненными орбиталями логично считать 5d, 6p, 7s и 5f-оболочки, а последним элементом в химии — №102, Нобелий.

Библиография:

1. Экономнолегированная никелем азотсодержащая коррозионностойкая аустенитная сталь / Ю.С. Венец, Г.Н. Трегубенко, М.И. Тарасьев, А.В. Рабинович // Вопросы атомной науки и техники. – 2000г. – 78, №4. – С. 149-152, - URL: http://dspace.nbuv.gov.ua/handle/123456789/78211

2. Dependence of the nitrogen solubility in austenite and ferrite on alloying at the elemental level / Venets Yu.S. // High Nitrogen Steels HNS’2009 : int. conf., 6-8.07.2009, Moscow : proc. of conf. – M. : MISIS. – 2009. – P. 51-56; 57-63.

3. Модель взаимодействия компонентов расплавов металлов и шлаковых систем, учитывающая их кластерную структуру. / Ю. С. Венец // Электрометаллургия. – 2013. – №8. – С.31 – 37.

4. Проверка растворимости азота в высокохромистых сталях / Венец Ю.С. // Теория и практика металлургии - 2017. - №1,2 - С.23-26.

5. Расчетный метод оценки структуры и механических свойств аустенитных и углеродистых сталей / Ю.С. Венец // Металлофизика, механика материалов, наноструктур и процессов деформирования МЕТАЛЛДЕФОРМ-2009 : 3-я междунар. науч.-техн. конф. 3-5 июня 2009г., Самара, СГАУ : тр. конф., Т.1., – Самара: из-во учебной литературы. – 2009. – С. 21-30.

6. Функціональний опис теплоємності, тепло-і електропровідності твердого заліза / Венець Ю.С. // Теорія і практика металургії, - 2018, - №3-5, - С.6-9.

7. URL: https://ru.wikipedia.org/wiki/Таблица_нуклидов

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.48

О МАКРО-И МИКРОСТРУКТУРНОМ ФОРМИРОВАНИИ СВОЙСТВ КОРРОЗИОННОСТОЙКИХ АУСТЕНИТНЫХ СТАЛЕЙ

Инж. Венец Ю.С.

«ПО «ОСКАР, г. Никополь, Украина, yu.venets@ukr.net

В никелевых коррозионностойких аустенитных сталях рекомендуется не превышать общее содержание феритообразующих элементов (Cr, Si и Mo) более 25%ат.(1/4 доли) для недопущения уменьшения никелевых эквивалентов элементов, в том числе и никеля. Как пример — никелевый эквивалент азота 25 от стали типа Х18Н10 снижается до 18 в коррозионностойких аустенитных сталях при содержании хрома более 25%. Это сопоставляется с одинаковым количеством 4 внешних электронов в составе атомов указанных легирующих по сравнению с 6 у железа.

Еще фактором структурообразования коррозионностойких аустенитных сталей предлагается считать интервал температур кристаллизации и наличие в нем температур плавления никеля при 1455°C. Так в стали типа Х18Н10 с интервалом 1470-1430°C в твердых фазах металла и его расплаве термодинамическими расчетами предполагаются скачкообразные изменения количеств макро- и микроструктур в области затвердевания(рис.1).

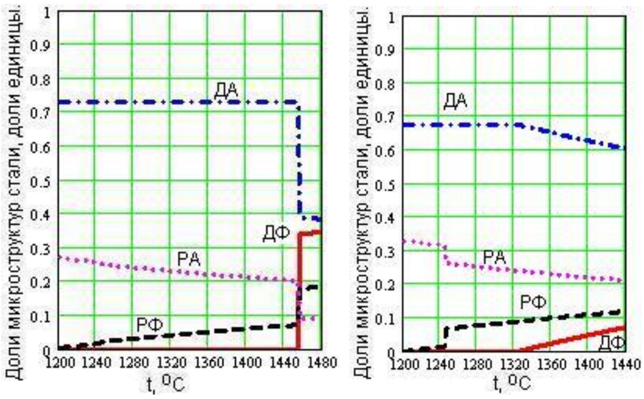


Рис. 1. Расчет долей микроструктур сталей.

а - 03Х18Н11 ([N] = 0,03% мас.); б - 06Х21Г7АН5 ([N] = 0,15% мас.).

РФ и ДФ – равноосный и дендритный феррит соответственно;

РА и ДА – равноосный и дендритный аустенит соответственно.

Также переход первичного феррита в аустенит может быть причиной образования крупных зерен и специальных малоугловых границ (двойников), характерными для сталей типа Х18Н10, с разнозернистостью 3-х номеров в металле готовых труб №№8, 6 и 4 [1] по определению ГОСТ 5639. Так в металле труб из стали 03Х17Н14М2, с интервалом температур ликвидус-солидус без преобразований никеля при 1455°C разнозернистость характеризуется наличием только 2-х номеров №№8 и 6 [1] при практическом отсутствии двойников.

В количественном выражении доля дендритных зерен(Д) предопределена значением долей феррита(Ф) и аустенита(А) при температурах кристаллизации[2]:

при Σ[Cr, Si и Mo] < 1/4: $Д = Ф + А/2$ (1)

Библиография:

1. Получение высококачественных труб из металла газокислородного рафинирования / Шепель Г. Г., Буряк Т. Н., Вахрушева В. С., Рабинович А. В., Садовник Ю. В., Нефедов Ю. А. // Металл и литье Украины. – 2009. - №3. – С.23-24. – URL: http://dspace.nbuv.gov.ua/handle/123456789/31561

2. Венец Ю.С. Проверка растворимости азота в высокохромистых сталях // Теория и практика металлургии - 2017. - №1,2 - С.23-26.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.49

ОСОБЕННОСТИ СТРОЕНИЯ ФУЛЛЕРЕНОПОДОБНЫХ МИКРОЧАСТИЦ МЕДИ

Викарчук А.А., Грызунова Н.Н., Денисова А.Г., Тюрьков М.Н.

Тольяттинский государственный университет, Тольятти, Россия
fti@tltsu.ru

Нами впервые обнаружены и исследованы [1] микрочастицы меди (15-20 мкм) в виде правильных усеченных икосаэдров (Рис.1).

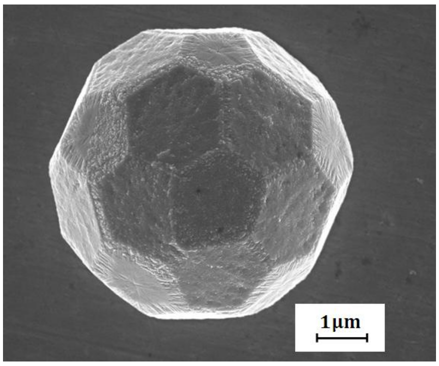


Рис. 1. Микрочастица меди в виде усеченного икосаэдра

Микрочастицы огранены 20-ю шестиугольными гранями из атомных плоскостей {111} и 12-ю пятиугольными гранями из кристаллографических плоскостей {110}. Микрочастицы имеют шесть осей симметрии пятого порядка, проходящих вдоль линий частичных клиновых дисклинаций мощностью $7^{\circ}32'$ (Рис. 1), и состоят из 32-х структурных объемных элементов (фрагментов) в виде шестигранных и пентагональных пирамид. Внешне микрочастица похожа на фуллерен C_{60} (Рис. 1). Шестигранные кристаллические пирамиды отделены друг от друга двойниковыми границами и содержат значительную концентрацию двойниковых прослоек, клиновидных вставок и дислокаций.

Пентагональные участки в виде пирамид содержат дисклинации, имеют крайне искаженную кристаллическую решетку, друг с другом не соприкасаются и отделены от шестигранных кристаллических участков малоугловыми дислокационными границами. Пентагональные участки с дисклинациями необходимы для того, чтобы микрочастица со сферической формой сохраняла кристаллическое состояние.

Микрочастица в виде усеченного икосаэдра имеет нестабильную морфологию поверхности, неравновесную структуру и в процессе роста при электрокристаллизации трансформируется в совершенный икосаэдр, находящийся в более равновесном кристаллическом состоянии.

Работа была выполнена в рамках государственного задания Министерства образования и науки Российской Федерации 16.2314.2017/4.6

Литература

1. Викарчук А.А., Грызунова Н.Н., Боргардт Т.А. Эволюция икосаэдрических частиц меди в процессе их роста при электрокристаллизации // Письма о материалах. - 2019. - Т.9. - №1. - С.124-129.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.50

ЛЮМИНЕСЦЕНТНЫЕ И СТРУКТУРНЫЕ СВОЙСТВА ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ ВАНАДАТОВ С КАТИОНАМИ Sc И Y

Возняк В.С.[1], Спасский Д. А[2].
[1]МГУ им. М.В. Ломоносова, физический факультет,
[2]НИИЯФ МГУ им. М.В. Ломоносова
Москва, Россия
E–mail: levushkina@physics.msu.ru

Использование твердого раствора является одним из возможных путей создания новых материалов с заданным набором свойств. В зависимости от относительной концентрации компонентов происходит изменение структурных, оптических и люминесцентных свойств твердого раствора. Изменения могут происходить как линейно, так и нелинейно. Так, для целого ряда твердых растворов уже было показано нелинейное увеличение светового выхода по сравнению с таковым для соединений, составляющих твердый раствор [1]. По этой причине твердые растворы представляют интерес для использования в качестве преобразователей высокоэнергетического излучения в видимый свет.

Данная работа посвящена исследованию влияния состава серии твердых растворов $Sc_xY_{1-x}VO_4$:1мол%Eu^{3+} (x=0, 0.1, 0.3, 0.5, 0.7, 0.9, 1) на их структурные и люминесцентные свойства, в частности, на процессы переноса энергии к центрам свечения. Ванадаты с типом кристаллической структуры «циркон» потенциально могут найти применение в качестве люминофоров, сцинтилляторов для регистрации высокоэнергетического излучения [2], а также в белых светодиодах [3].

В ходе работы был определен тип кристаллической структуры и изменение параметров кристаллической решетки **a**, **c** в ряду твердых растворов на основе анализа полученных рентгенодифрактограмм. Подобраны оптимальные условия отжига с точки зрения получения максимальной интенсивности люминесценции исследуемых образцов. Идентифицирована природа люминесценции и механизм переноса энергии на центры как примесного, так и собственного свечения. Измерение спектров люминесценции при азотной температуре показало, что положение полосы собственного свечения матрицы зависит от состава твердого раствора. Также установлено, что с повышением температуры происходит тушение собственного свечения матрицы. Варьирование концентрации Sc приводит к нелинейному изменению температуры тушения люминесценции. Процесс тушения сопровождается усилением интенсивности примесного свечения, что свидетельствует об термически-стимулированном переносе энергии возбуждения от $(VO_4)^{3-}$ комплексов на центры свечения Eu^{3+}.

Исследование кристаллической структуры твердых растворов ванадатов проводилось на дифрактометре Bruker D8 Advance. Исследование люминесцентных свойств было проведено с использованием лабораторной установки на основе спектрографа LOT-Oriel MS–257. Установка позволяет регистрировать спектры люминесценции в области 300 – 1050 нм и спектры возбуждения люминесценции образцов в области 220 – 500 нм в диапазоне 80-500 К.

Литература

1. Belsky A.N., Gektin A.V., Vasilev A.N. // IEEE Trans. Nucl. Sc. 2014. Vol.61. P.262-270.
2. Y. Fujimoto, T. Yanagida, Y. Yokota, et al. // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A 635 (2011) 53–56.
3. Fengwen Kang, Xiaobao Yang, et. al.. // Phys. Chem. C 2014, 118, 7515−75222.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.51

МЕХАНИЗМЫ ФОРМИРОВАНИЯ ТЕМНОВОГО ТОКА В УНИПОЛЯРНЫХ БАРЬЕРНЫХ СТРУКТУРАХ НА ОСНОВЕ КРТ, ВЫРАШЕННОГО МЕТОДОМ МОЛЕКУЛЯРНО-ЛУЧЕВОЙ ЭПТАКСИИ

Войцеховский А.В.[1], Несмелов С.Н.[1], Дзядух С.М.[1], Дворецкий С.А.[1,2], Михайлов Н.Н.[1,2], Сидоров Г.Ю.[1,2], Горн Д.И.[1], Лозовой К.А.[1], Каширский Д.Е.[1], Дирко В.В.[1]

[1]*НИ ТГУ, Томск, Россия*
[2]*ИФП им. А.В. Ржанова СО РАН, Новосибирск, Россия*
e-mail: vav43@mail.tsu.ru

В настоящее время полупроводниковый твердый раствор теллурида кадмия и ртути ($Hg_{1-x}Cd_xTe$, КРТ) широко применяется для создания высокочувствительных инфракрасных детекторов. Фундаментальные свойства КРТ позволяют создавать на основе этого материала детекторы для различных спектральных областей – например, 3–5 (MWIR) и 8–12 (LWIR) мкм [1]. Актуальные задачи повышения рабочей температуры и повышения выхода годных детекторов могут быть решены при использовании новых униполярных архитектур. Использование инфракрасных детекторов с nBn-конфигурацией [2] позволяет эффективно подавить темновые токи основных носителей заряда, а также исключить из технологического цикла процедуру ионной имплантации. Анализу возможностей использования nBn-структур посвящено много работ, но успехи в практической реализации таких структур на основе МЛЭ КРТ пока ограниченны [3–5]. В докладе представлены результаты исследований механизмов формирования темнового тока в MWIR nBn-структурах на основе МЛЭ HgCdTe с различными параметрами барьерных слоев.

Исследованные структуры создавались на основе пленок n-$Hg_{1-x}Cd_xTe$, выращенных в ИФП СО РАН методом МЛЭ на подложках из GaAs (013). В процессе роста формировались заданные профили состава x и концентрации примеси In по толщине пленок. Для изготовленных *nBn*-структур состав в барьере изменялся от 0.67 до 0.84, а толщина барьерного слоя – от 120 до 300 нм. Состав в поглощающем слое (x=0.29–0.35) обеспечивал межзонное поглощение MWIR излучения.

Измерения вольт-амперных характеристик позволили установить, что для значительного числа структур с наибольшим составом в барьерном слое (x=0.84) реализуется диффузионное ограничение темнового тока (в диапазоне температур 220–300 К). Для небольшой части структур темновой ток определялся процессами туннелирования через ловушки. Для структур с меньшими составами в барьерном слое (x=0.67 и 0.75) темновой ток ограничивался током поверхностной утечки. Изучены зависимости компонент темнового тока от напряжения, проведено сравнение полученных значений темнового тока с аналогичным параметром для детекторов на основе материалов группы III-V и с эмпирической моделью «Rule 07».

Исследования проведены при финансовой поддержке гранта Российского научного фонда в рамках проекта № 19-12-00135.

[1] Kinch M.A. // J. Electron. Mater., 2015, vol 44, p 2969-2976.
[2] Maimon S., Wicks G.W. // Appl. Phys. Lett., 2006, vol 89, p 151109.
[3] Itsuno A.M., Phillips J.D., Velicu S. // Appl. Phys. Lett., 2012, vol 100, p 161102.
[4] Itsuno A.M., Phillips J.D., Velicu S. // J. Electron. Mater., 2012, vol 41, p 2886-289.
[5] Gravrand O., Boulard F. et al. // J. Electron. Mater., 2015, vol 44, p 3069-3075.
DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.52

ИССЛЕДОВАНИЕ ПАРАМЕТРОВ ДЕФЕКТОВ В МНОГОСЛОЙНЫХ ОРГАНИЧЕСКИХ СТРУКТУРАХ ПУТЕМ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНЫХ ИЗМЕРЕНИЙ АДМИТТАНСА

Войцеховский А.В.[1], Несмелов С.Н.[1], Дзядух С.М.[1], Коханенко А.П.[1], Лозовой К.А.[1], Дирко В.В.[1], Сидоров Г.Ю.[1,2]

[1]*НИ ТГУ, Томск, Россия*
[2]*ИФП им. А.В. Ржанова СО РАН, Новосибирск, Россия*
e-mail: vav43@mail.tsu.ru

Интерес к исследованиям процессов в многослойных органо-неорганических системах связан с перспективами разработки относительно недорогих приборов электроники и фотоники (например, органических светодиодов, фотопреобразователей или тонкопленочных полевых транзисторов) с расширенными функциональными возможностями. Использование электрофизической диагностики органических многослойных систем весьма перспективно, но требует развития методик применительно к новому объекту изучения [1, 2]. В докладе представлены результаты исследований параметров дефектов в органических полупроводниковых пленках путем измерений адмиттанса многослойных органических и органо-неорганических систем, проведенных в широком диапазоне температур (9–300 К).

Исследовались электрофизические характеристики структур металл–диэлектрик–полупроводник (МДП-структур) на основе органического полупроводника (пентацена) и неорганического диэлектрика (SiO_2 или SiO_2/Ga_2O_3) [3]. Измерения проводились при помощи автоматизированной установки, в состав которой входили измеритель иммитанса Agilent E4980A, неоптический криостат Janis.

Исследования вольт-фарадных характеристик МДП-структур на основе пентацена показали, что при достаточно высоких температурах минимальное значение емкости определяется формированием инверсионного слоя. Определенные из вольт-фарадных характеристик (анализ Мотта-Шоттки) концентрации дырок для разных образцов находились в диапазоне $(1.3–1.8)\times10^{18}$ см$^{-3}$ и практически не зависели от температуры и частоты. Дифференциальная проводимость структур с SiO_2/Ga_2O_3 на высоких частотах принимает отрицательные значения, что согласуется с прогнозами [4]. Установлено, что низкотемпературные измерения адмиттанса позволяют определить параметры ловушек в объеме органической пленки. Для структур с диэлектриком SiO_2 максимум проводимости, связан с наличием объемного уровня с энергией активации 3 мэВ и концентрацией, близкой к 1.4×10^{18} см$^{-3}$. Для структур с диэлектриком SiO_2/Ga_2O_3 выявлено два уровня дефектов с концентрациями 2.3×10^{18} и 2.0×10^{18} см$^{-3}$ и энергиями 6-7 и 570-660 мэВ, соответственно.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ и Администрации Томской области в рамках научного проекта № 18-43-700005.

[1] Hirwa H., Pittner S., Wagner V. // Org. Electron., 2015, vol 24, p 303-314.
[2] Tripathi D.C., Tripathi A.K., Mohapatra Y.N. // Appl. Phys. Lett., 2011, vol 98, p 033304.
[3] Novikov V.A., Voitsekhovskii A.V., Nesmelov S.N. et al. // Russ. Phys. J., 2019, vol 62, no 1, p 90-99.
[4] Ghosh K., Singisetti U. // Appl. Phys. Lett., 2016, vol 109, p 072102.
DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.53

ОСОБЕННОСТИ ИЗМЕНЕНИЙ ТВЕРДОСТИ КРИСТАЛЛОВ CdTe:Cl,Fe ИНДУЦИРОВАННЫХ СЛАБОЙ ИМПУЛЬСНОЙ МАГНИТНОЙ ОБРАБОТКОЙ, ПРИ РАЗЛИЧНЫХ НАГРУЗКАХ

Волчков И.С., Подкур П.Л., Павлюк М.Д., Каневский В.М.

ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия, volch2862@gmail.com

Слабая магнитная обработка способна приводить к немонотонным изменениям реальной структуры и свойств немагнитных кристаллов [1]. Причем наблюдаются как эффекты долговременного изменения свойств, в том числе имеющие необратимый характер. Последнее позволяет рассматривать слабую импульсную магнитную обработку как метод модифицирования исследуемых объектов, что определяет практический интерес к данному виду воздействий.

Магнитная обработка оказывает различное воздействие на материал, в зависимости от типа и содержания примесей в нем [2]. Может наблюдаться как пластификация, так и упрочнение материала. Причинами данных изменений принято считать магнитоиндуцированные преобразования структуры примесных комплексов, непосредственно в моменте приложения слабого магнитного поля, с последующими изменениями, происходящими в диффузионные времена. В случае импульсного магнитного поля причины индуцированных изменений, как и их интенсивность и продолжительность, могут несколько отличаться, из-за имеющего место вклада вихревых электрических полей, которым принято пренебрегать. Так, при обработке слабыми импульсными магнитными полями обнаружено изменение состояние поверхности кристаллов [3]. Это определяет интерес к исследованиям состояния поверхностных и приповерхностных слоев кристалла, после его магнитной импульсной обработки.

Как известно [4] при индентировании кристаллов, для измерения их твердости, в зависимости от приложенной нагрузки и глубины погружения индентора будут несколько отличаться механизмы взаимодействия индентор-образец, а также как результат, показатели твердости измеряемых слоев кристалла. В силу этого сравнение зависимостей твердости от приложенных нагрузок для немагнитных кристаллов, до обработки слабым импульсным магнитным полем и после, представляют интерес для понимания механизмов перестроения дефектной структуры кристаллов после данного воздействия. Сравниваются и обсуждаются отличия в полученных зависимостях твердости (H) от нагрузки (P), до и после обработки магнитной обработки.

В качестве объектов исследования были выбраны полупроводниковые кристаллы CdTe, выращенные методом Обреимова-Шубникова, легированные Cl и Fe, имеющие p – тип проводимости. Исследуемые образцы обрабатывались импульсным магнитным полем, имеющим характеристики B=1,04 Тл, υ следования импульсов 12Гц и $t_{обработки}$=10 мин.

Работа проводилась с использованием оборудования ЦКП ФНИЦ ”Кристаллография и фотоника“ РАН при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по государственному заданию ФНИЦ ”Кристаллография и фотоника“ РАН.

1. *Дистлер Г.И., Каневский В.М., и др.// Доклады АН СССР. 268.С.591.(1983).*
2. *Альшиц В.И., Даринская Е.В., и др. // ФТТ.54.2.С.305.(2012).*
3. *Левин М.Н., Татаринцев А.В., и др. // ЖТФ.73.10.С.85.(2003)*
4. *Головин Ю.И. // ФТТ.50.12.С.2113.(2008).*

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.54

ПРИМЕСИ, КАК ПРИЧИНА РАЗЛИЧИЙ ДИНАМИКИ МАГНИТОИНДУЦИРОВАННЫХ ИЗМЕНЕНИЙ СВОЙСТВ КРИСТАЛЛОВ CdTe, ПОСЛЕ ИХ ИМПУЛЬСНОЙ МАГНИТНОЙ ОБРАБОТКИ

Волчков И.С., Подкур П.Л., Павлюк М.Д., Каневский В.М.

ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия, volch2862@gmail.com

Влияние слабых импульсных магнитных полей ($\mu_B B \ll kT$) на свойства и структуру немагнитных материалов [1] было обнаружено еще в 80-х годах XX века. Впоследствии данные эффекты были убедительно подтверждены на широком спектре немагнитных материалов целым рядом независимых исследователей [1-3]. Были обнаружены как эффекты, наблюдаемые непосредственно в процессе приложения слабого магнитного поля, так и эффекты последействия, в том числе эффекты необратимого изменения свойств кристаллов [4]. Последнее позволяет рассматривать слабую импульсную магнитную обработку как метод модифицирования исследуемых объектов, с целью улучшения их характеристик, что определяет практический интерес к данному виду внешних воздействий. Проводились исследования влияния слабой магнитной обработки на интенсивность магнитоиндуцированных изменений в кристаллах, обладающих различными типами и содержаниями примесей [5]. В приложении к полупроводникам данные исследования представляют особый интерес, в виду того, что легирование различными примесными элементами используется для придания полупроводниковым кристаллам необходимых характеристик.

В качестве объектов исследования были выбраны полупроводниковые кристаллы CdTe, выращенные методом Обреимова-Шубникова и легированные Cl, Fe и Ge, а также имеющие p – тип проводимости. Выбор объектов исследования обусловлен тем, что кристаллы CdTe p – типа стабильно не показывают релаксации некоторых своих свойств, в частности проводимости, до исходных значений, после импульсной магнитной обработки. Исследуемые образцы обрабатывались импульсным магнитным полем, имеющим характеристики B=1,04 Тл, υ следования импульсов 12Гц и $t_{обработки}$ 10 мин.

Было обнаружено, что зависимости изменения свойств от времени, после слабой импульсной магнитной обработки, значительно отличаются, в зависимости от типа и содержания легирующей примеси. При этом сохраняется общая динамика магнитоиндуцированных изменений: например, упрочнение кристаллов, после обработки и падение показателей проводимости. Для кристаллов, легированных Fe и Cl наблюдается общее увеличение временных периодов изменения свойств, по сравнению с кристаллами, легированными Cl. Схожие отличия наблюдаются на зависимостях изменения свойств кристаллов CdTe, легированных Ge. Все эти различия подробно обсуждаются и интерпретируются.

Работа проводилась с использованием оборудования ЦКП ФНИЦ ”Кристаллография и фотоника“ РАН при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по государственному заданию ФНИЦ ”Кристаллография и фотоника“ РАН.

1. *Г.И. Дистлер, В.М.Каневский, и др.// Доклады АН СССР. 268.С.591.(1983).*
2. *М.Н. Левин, В.В. Постников и др.// ФТТ.45.3.С. 513. (2003).*
3. *Загуляев Д.В., Коновалов С.В. и др.// Фундаментальные проблемы современного материаловедения. 7.1. С.32.(2010).*
4. *Волчков И.С., Ополченцев А.М. и др.// Кристаллография.63.5.С.765. (2018).*
5. *Альшиц В.И., Даринская Е.В. и др. // ЖЭТФ. 149. 1. С. 136. (2016).*

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.55

СИНТЕЗ ДИСПЕРСНОГО МАТЕРИАЛА TiO_2 ПЛАЗМОДИНАМИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Вымпина Ю.Н., Шаненкова Ю.Л.

Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск, Россия
E-mail: xyulyashax@mail.ru

В течение последних четырех десятилетий большое внимание привлекают полупроводниковые фотокатализаторы, среди которых − диоксид титана (TiO_2), хорошо известный своими оптическими, фотокаталитическими, антикоррозионными и антимикробными свойствами [1,2]. В настоящий момент разработка нового способа получения наноразмерного диоксида титана является актуальной задачей, поскольку существующие методы являются неудовлетворительными с точки зрения временных и энергетических затрат. В рамках данной работы предлагается синтез TiO_2 с помощью метода прямого плазмодинамического синтеза (ПДС), реализуемого на базе импульсного сильноточного коаксиального магнитоплазменного ускорителя.

Для получения TiO_2 данным способом в качестве прекурсоров используются титановый электрод-ствол, с поверхности которого осуществляется электроэрозионная наработка титана во время передвижения плазменной структуры внутри установки, и кислород, предварительно закачиваемой в камеру-реактор. Стоит отметить, что вылет плазменной структуры происходит именно в камеру-реактор, где происходит окисление частиц титана.

Порошковый материал без предварительной подготовки исследован методом рентгеновской дифрактометрии, который показал наличие 2 основных кристаллических модификаций TiO_2: анатаз и рутил с тетрагональной сингонией. Обработка рентгенограммы продукта ПДС в полнопрофильной программе «PowderCell 2.4.» с использованием базы структурных данных PDF4+ показал преобладание фазы анатаза. Область когерентного рассеяния (ОКР) составила менее 100 нм (в частности, анатаз – 75 нм, рутил – 80 нм), что вполне может свидетельствовать о наноразмерности частиц.

В работе показана возможность получения наноразмерного диоксида титана методом прямого плазмодинамического синтеза. Результаты рентгеновской дифрактометрии показали присутствие в синтезированном порошке кристаллических модификаций анатаза и рутила с тетрагональной сингонией, более того, преобладающей фазой является именно анатаз. ОКР имеет величину, меньшую 100 нм – на основании данного факта возможно предполагать о наноразмерности полученного продукта. На основании выше изложенного можно сделать вывод, что материал является перспективным для дальнейших исследований, в частности, в области фотокатализа.

Список литературы

1. G.L.Chiarello, M.V. Dozzi, E. Selli. TiO_2-based materials for photocatalytic hydrogen production // Journal of Energy Chemistry. – 2017. – Vol. 26. – P. 250-258.
2. P. Mazierski, A. Mikolajaczyk, B. Bajorowicz, A. Malankowska, A. Zaleska-Medynska, J. Nadolna. The role of lanthanides in TiO_2-based photocatalysis: A review // Applied Catalysis B: Enviromental. – 2018. – Vol. 233. – P. 301-317.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.56

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ КРУЧЕНИЯ ПОД ВЫСОКИМ ДАВЛЕНИЕМ В МАССИВНЫХ АМОРФНЫХ СПЛАВАХ НА ОСНОВЕ ZR НА СКЛОННОСТЬ К ПЛАСТИЧЕСКОМУ ТЕЧЕНИЮ

Глезер А.М., Сундеев Р.В., Хрипливец И.А.

Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия, misshriplivets@mail.ru

Одним из уникальных свойств аморфных металлических сплавов является их способность к пластическому течению при относительно низких температурах. Деформация осуществляется, как правило, сильно локализованными полосами сдвига, имеющими толщину около 20-30 нм и реализующими локальную деформацию порядка 1000 %. Предварительная деформация аморфных сплавов на основе Fe, Co и Zr может приводить как к увеличению прочности, так и к ее снижению.

В последние годы активное развитие получили методы создания мегапластических деформаций, которые заметным образом изменили наши представления о структурных и фазовых превращениях при механических воздействиях. В том случае, когда SPD-обработке подвергаются аморфные сплавы (например, кручением под высоким квазигидростатическим давлением (HPT)) пластическое течение сопровождается заметным ростом объемной плотности полос сдвига и делокализацией пластической деформации.

Измерение механических свойств аморфных сплавов после HPT-обработки обнаружило как заметное понижение, так и повышение прочности и микротвердости, что, по-видимому, связано с конкуренцией двух факторов: формирования полос сдвига, стимулирующих деформацию (понижение прочности) и воздействия квазигидростатического давления (повышение прочности). Явление пластификации аморфных сплавов после HPT остается дискуссионным и недостаточно надежно установленным явлением, которое некоторые авторы связывают с возрастанием свободного объема в полосах сдвига при SPD или с разрушением ближнего порядка, существующего в аморфных сплавах после закалки из расплава.

В данной работе мы предприняли попытку оценить влияние HPT на пластичность массивных аморфных сплавов на основе Zr, используя для этой цели метод микроиндентирования. Методом микроиндентирования по Виккерсу и с помощью прецизионного измерения относительной высоты «короны» у основания отпечатка изучена склонность к пластическому течению в объемных аморфных сплавах $Zr_{60}Cu_{18,5}Nb_2Ni_{7,5}Al_{10}Ti_2$ и $Zr_{52,5}Cu_{17,9}Ni_{14.6}Al_{10}Ti_5$ в зависимости от величины пластической деформации в процессе предварительной HPT-обработки при комнатной температуре. Установлено, что в изученных сплавах наблюдаются три стадии изменения склонности к пластическому течению в зависимости от значения числа полных оборотов подвижного бойка камеры Бриджмена.

Работа выполнена при государственной поддержке в рамках реализации программы повышения конкурентоспособности НИТУ «МИСиС» (грант № К2А-2018-055 и К2-2017-089)

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.57

ШКОЛА

РАЗМЕРНЫЕ ЭФФЕКТЫ В ФИЗИКЕ ПРОЧНОСТИ И ПЛАСТИЧНОСТИ. ТЕОРИЯ И ПРАКТИКА

Головин Ю.И.

Тамбовский государственный университет им. Г.Р. Державина, г. Тамбов, РФ
yugolovin@yandex.ru

Хорошо известно, что в наношкале механические свойства большинства материалов могут радикально отличаться от макроскопических (зачастую, на порядки величин) и не могут быть взяты из известных справочников или получены путем простой экстраполяции из макро- в наномасштабную область [1, 2]. Такие особенности поведения вещества квалифицируют как размерные эффекты (РЭ), переводящие ряд характеристик материала из категории интенсивных (т.е. не зависящих от количества вещества) в категорию экстенсивных (т.е. зависящих от размеров, формы, массы тела). Причем, для проявления РЭ достаточно уменьшения размера объекта ниже некоторого характерного R^* уже в одном измерении из трех. При уменьшении характерных размеров R объекта РЭ в механических свойствах (в отличие от электрических, магнитных, тепловых, химических) начинают проявляться очень рано – в пластичности и прочности даже не в наномасштабной области, а уже при R < 1-10 мкм. РЭ в микрометровой и субмикрометровой области R обычно удовлетворительно описывается эмпирическим соотношением Холла-Петча, в соответствии с которым пределы текучести и прочности $\sim R^{-n}$, где $n \approx 0{,}5$ [1]. Однако и в этой области R соотношение Холла-Петча выполняется далеко не всегда, а в области R< 100 нм оно и вовсе утрачивает свою применимость. Так, приближаясь к теоретической прочности с уменьшением R, механические характеристики могут выйти на насыщение или начать снижаться [1, 2].

В лекции рассмотрены закономерности двух классов РЭ - внешних (определяющихся габаритными размерами объекта) и внутренних (определяющихся размерными параметрами микроструктуры) [3]. Обсуждается их сходство и различия, вероятные причины отклонения от соотношения Холла-Петча. Анализируются возможные атомные механизмы РЭ при приближении к теоретической прочности твердых тел в области R < (20 - 50) нм.

Литература

1. Андриевский Р.А., Глезер А.М. Прочность наноструктур. УФН, 2009, Т. 179. В. 4. С. 337 – 357.

2. Головин Ю.И. Наноиндентирование и механические свойства твердых тел в субмикрообъемах, тонких приповерхностных слоях и пленках (Обзор). ФТТ. 2008, Т. 50, С. 2113-2142.

3. Greer J.R., De Hosson J. T. M. Plasticity in small-sized metallic systems: Intrinsic versus extrinsic size effect. Progress in Materials Science 56 (2011) P. 654–724.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.58

СТРЕЙНТРОНИКА ДЛЯ НАНОБИОМЕДИЦИНЫ. УПРАВЛЕНИЕ БИОХИМИЧЕСКИМИ СИСТЕМАМИ ПОСРЕДСТВОМ КОНТРОЛИРУЕМОЙ НАНОДЕФОРМАЦИИ

Головин Ю.И., Клячко Н.Л.

Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, г. Москва, РФ

Тамбовский государственный университет им. Г.Р. Державина, г. Тамбов, РФ

yugolovin@yandex.ru

Стрейнтроника (straintronics) – инновационное направление в электронике, интенсивно развивающееся последние несколько лет и подразумевающее управление свойствами твердых тел путем контролируемой упругой деформации. Деформационно-индуцируемое изменение электронного спектра, электрических, магнитных, оптических и других свойств сулит большие перспективы в сенсорной и информационной технологиях, энергосбережении и других областях. Однако потенциал концепции стрейнтроники не ограничивается этими направлениями и с успехом может быть распространен и на другие сферы деятельности. В частности, наномеханические принципы диагностики и терапии могут оказаться очень эффективными в биомедицинских приложениях [1], поскольку биоактивные макромолекулы, макромолекулярные структуры клетки (мембраны, рецепторы, ионные каналы) обладают гораздо большей механической податливостью при меньших силах, чем классические твердые тела.

В докладе излагается концепция управления макромолекулярными биоструктурами (биоактивными макромолекулами ферментов, наноконтейнерами для адресной доставки лекарств, живыми клетками здоровых и опухолевых тканей) посредством наномеханической деформации, которая создается в них магнитными наночастицами (МНЧ), активируемыми негреющими низкочастотными магнитными полями. Рассмотрена динамика МНЧ в таких полях, закономерности возникновения сил и деформаций в конъюгированных с ними макромолекулах. Обсуждаются механизмы деформационного модулирования активности макромолекул ферментов, проницаемости биомембран, метаболизма и функций живых клеток. В частности, рассмотрены механизмы индуцирования в раковых клетках апоптоза (запрограммированной смерти) посредством механотрансдукции (возбуждения различных биохимических откликов клетки путем механического стимулирования ее рецепторов или деструкции молекулярных структур цитоскелета). Описаны примеры практической реализации нано-магнито-механической активации биомолекулярных структур и перспективы применения подходов нанобиострейнтроники в терапии онкологических и нейродегенеративных болезней.

Литература

1. Golovin Yu. I., Gribanovsky S.L., Golovin D.Yu., Klyachko N.L., et al. Towards nanomedicines of the future: Remote magneto-mechanical actuation of nanomedicines by alternating magnetic fields. Journal of Controlled Release 219 (2015). P. 43–60.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.59

Атомистическое моделирование кристаллизации Si-Au и Si-Al наночастиц.

<u>Гордеев И.С.</u>, Колотова Л.Н.
Московский физико-технический институт, г.Москва, Россия.
Объединенный Институт Высоких Температур РАН

Кремниевые нанообъекты очень интересны для нанофотоники из-за уникальных оптических свойств, зависящих от атомарной структуры. Соответственно, изучение структурных особенностей этих частиц, таких как размер зерен и распределение атомов металла в кристаллических зернах и между ними представляет интерес. В работе изучено влияние скорости охлаждения на структуры наночастиц Si-Au и Si-Al (НЧ) для различных размеров НЧ и концентраций металла. Моделирование проводилось в квазидвухмерном случае: один из размеров расчетной ячейки составлял около 10 нм, использовались периодические граничные условия. В свою очередь, это может привести к меньшим размерам зерен в моделировании по сравнению с экспериментом. Поэтому было проведено дополнительное одномерное моделирование для изучения зависимости размера зерна от концентрации Au и Al в Si-Au и Si-Al НЧ.

Результаты моделирования показывают, что атомы золота и алюминия пытаются покинуть зону кристаллизации путем атомной диффузии. Таким образом, этот эффект приводит к меньшему размеру зерна для больших концентраций Au. Аналогичные результаты были получены для алюминия. Расчетах для Si-Au использовался потенциал межатомного взаимодействия формата ADP[1]. Для расчетов Si-Al был разработан новый потенциал межатомного взаимодействия.

Литература

1. S.V. Starikov et al. / Computational Materials Science 142 (2018) 303–311

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.60

Управление светом жидкокристаллическими метаповерхностями с периодическими и суперпериодическими ориентационными деформациями

Горкунов М.В., Касьянова И.В., Артемов В.В., Мамонова А.В., Палто С.П.

Институт кристаллографии им. А.В.Шубникова,
ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва
gorkunov@crys.ras.ru

Функциональные оптические материалы на основе субмикро- и наноструктурированных поверхностей и пленок – так называемые метаповерхности – активно исследуются в мире, и при сверхмалой (субволновой) толщине они способны эффективно управлять световыми сигналами, выступая в качестве спектральных и поляризационных фильтров, волновых пластин, дифракционных элементов, пропускающих и отражающих линз. В то же время практический потенциал метаповерхностей намного превосходит замену традиционных объемных оптических элементов на ультратонкие аналоги: компактный плоский дизайн открывает возможности создания гибридных систем с функциональными свойствами, выходящими за рамки разделов традиционных оптических каталогов. В частности, комбинирование неорганических (металлических и полупроводниковых) наноструктур с органической «мягкой материей» – слоями фотоактивных молекул, полимеров и жидких кристаллов (ЖК) – позволяет создавать оптические элементы, перестраиваемые под действием электрических сигналов, оптических импульсов и иных внешних воздействий.

Авторами найден удобный способ высокоточной пространственной модуляции свойств полимерных покрытий, используемых для ориентации ЖК, за счет локального облучения сфокусированным ионным пучком. Показано, что нематические ЖК на таких поверхностях самоорганизуются в периодические ориентационно деформированные текстуры, которые, несмотря на субмикронную толщину, осуществляют эффективную дифракцию света. Высокая чувствительность ЖК к внешним полям позволила осуществить высокоскоростное миллисекундное переключение метаповерхностей между пропускающим и преломляющим режимами под действием низковольтных управляющих импульсов.

Полномасштабное численное моделирование в сочетании с приближенным полуаналитическим описанием деформированных субмикро- и наноразмерных ЖК-текстур позволило провести оптимизацию конструкции ЖК-метаповерхностей с более сложным суперпериодическим дизайном, позволяющим существенно повысить эффективность дифракции в один из каналов. Экспериментальная реализация разработанных суперпериодических метаповерхностей продемонстрировала возможность переключаемого аномального преломления света, при котором до 60-70% энергии падающей по нормали световой волны может быть динамически перенаправлено в наклонном направлении.

Исследования проведены при поддержке Российского научного фонда (проект 18-12-00361) с использованием оборудования ЦКП ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, поддержанного Министерством науки и высшего образования РФ.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.61

ПОЛУЧЕНИЕ И СВОЙСТВА НЕЛИНЕЙНОГО ОПТИЧЕСКОГО КРИСТАЛЛА $LiGaTe_2$

<u>Гражданников С.А.</u>, Криницын П.Г., Коржнева К.Е., Курусь А.Ф., Исаенко Л.И., Молокеев М. С.

ИГМ СО РАН, ИНХ СО РАН, физ. ф-т НГУ, Новосибирск, Россия

ИФ СО РАН, СФУ, Красноярск, Россия

ДВГУПС, Хабаровск, Россия

grazhdannikovsa@igm.nsc.ru, pas@igm.nsc.ru, ksenia_korzhneva@mail.ru, kurusaf@igm.nsc.ru, lisa@igm.nsc.ru, msmolokeev@mail.ru

Кристалл $LiGaTe_2$ (LGT) относится к группе тройных халькогенидов лития и является перспективным преобразователем лазерного излучения. Структура кристалла отвечает структурному типу халькопирита, пр. гр. I-42d. Кристалл $LiGaTe_2$ имеет широкий диапазон прозрачности 0.52 – 21 мкм, а также высокий нелинейный коэффициент d_{36}=43 пм/В и высокий коэффициент двулучепреломления Δn=0.09. В параметрическом генераторе света с использованием кристалла LGT можно получить перестройку лазерного излучения в области до 20 мкм, благодаря совокупности его нелинейно оптических свойств.

Проведен поиск оптимальных условий для получения монокристалла $LiGaTe_2$. Синтез соединения производили из элементарных высокочистых компонентов Li (99.99%), Te (99.999%) и Ga (99.9999%). При создании схемы синтеза учитывалась высокая реакционная способность лития, и как следствие, выделение большого количества тепла. Второй сложностью стала высокая скорость окисления синтезированной шихты на воздухе, поэтому, все манипуляции с шихтой проводили в атмосфере аргона. В результате экспериментов выход полезной фазы достигал 98.5 масс. %.

Состав шихты контролировался на каждом этапе стандартными методами РФА, ICP AES и пламенной фотометрии.

Установлено, что шихту необходимо подвергать дополнительной гомогенизации при температуре чуть выше точки плавления $LiGaTe_2$ = 675±5°C. Точку плавления определяли стандартным методом ДТА.

Наконец, гомогенизированную шихту помещали в ростовую ампулу в присутствии инертного газа. После чего, производили выращивание кристалла $LiGaTe_2$ методом Бриджмена-Стокбагера в двузонной печи сопротивления.

Для оптимизации процесса выращивания монокристалла LGT, применялась САПР STR Group Crystal Growth Simulation (CGSim). В процессе математического моделирования оптимизирована геометрия теплового узла, а также подобрана конфигурация температурного профиля внутри него. Это, в свою очередь, обеспечило рост монокристалла $LiGaTe_2$ с фронтом кристаллизации, близкому к плоскому. Такая оптимизация позволила получить кристаллы $LiGaTe_2$ размером до 14x14x14 мм^3.

На полученных кристаллах были проведены исследования физических и оптических свойств.

Исследования выполнены при поддержке гранта РФФИ 18-32-00499.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.62

ПРОЦЕССЫ САМООРГАНИЗАЦИИ И ЭВОЛЮЦИИ МИКРОСТРУКТУРЫ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ ПРИ СИЛЬНОМ ВНЕШНЕМ ВОЗДЕЙСТВИИ

Гринберг Б.А., Плотников А.В., Пушкин М.С

Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН, Екатеринбург, Россия

bella@imp.uran.ru

Разнообразные процессы самоорганизации свойственны очень большому кругу термодинамически неравновесных систем, которые находятся достаточно далеко от состояния равновесия. При этом могут возникать различные новые структуры и проявляться необычные свойства материалов, которые отсутствуют при других условиях. Основными механизмами самоорганизации при сварке взрывом являются фрагментация двух типов, образование выступов и всплесков, образование квазиволновых и волновых поверхностей раздела, локальное расплавление, образование интерметаллидов [1]. Показано, в каких случаях указанные механизмы приводят к возникновению зон риска, которые, в частности, могут быть причиной потери стабильности стенки химического и нефтехимического реакторов.

Эффект автоблокировки дислокаций был предсказан теоретически на основе простой модели, в которой сверхдислокация рассматривается как маленькое скопление (Гринберг Б.А., Иванов М.А. ФММ. 2006. Т. 102. № 1. С. 68). Автоблокировкой мы назвали превращения дислокаций из скользящих конфигураций в заблокированные, происходящие без помощи внешних напряжений. Была осуществлена постановка экспериментов, включающих пластическую деформацию и последующий нагрев без нагрузки. Доказательством автоблокировки является вытягивание дислокаций вдоль выделенных направлений. Обнаружена автоблокировка сверхдислокаций во многих интерметаллидах, а также одиночных дислокаций в TiAl. Считалось, что автоблокировка является эффектом, присущим только интерметаллидам. Однако этот эффект был обнаружен и в чистых металлах, обладающих аномалией предела текучести, и в первую очередь в магнии. Для объяснения совокупности экспериментальных результатов была развита новая концепция, в рамках которой два эффекта – температурная аномалия предела текучести и автоблокировка – имеют единую природу: многодолинный потенциальный рельеф дислокации.

Исследован также ряд явлений самоорганизации при другом виде сильного внешнего воздействия, а именно при кручении под давлением. Обнаружено, что кручение подавляет эффект автоблокировки дислокаций в интерметаллидах. Причиной является превращение плоскостей поперечного скольжения в изогнутые поверхности. Однако, кручение ускоряет консолидацию керамического порошка (кварц, хрусталь, аморфное стекло). Это обусловлено ускорением таких процессов, как перенос частиц, их вращение, взаимные столкновения, (“синдром толпы”), а также таким механизмом, как слипание стёкол.

Далее формулируются процессы самоорганизации для всех рассматриваемых случаев, для которых авторами доклада ранее были получены СЭМ и ТЭМ изображения микроструктуры:

- эволюция микроструктуры при сварке взрывом;
- автоблокировка при нагреве без нагрузки и её исчезновение после кручения под давлением;
- консолидация керамического порошка при кручении под давлением.

ЛИТЕРАТУРА

1. Explosion welding: processes and structures. Greenberg B., Ivanov M., Kuzmin S., Lysak V. ed. Tailor and Francis (CRC Press, USA) 2019.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.63

Исследование микротвердости и трещиностойкости эпитаксиальных слоёв α-Ga_2O_3

Гузилова Л.И., Чикиряка А.В., Печников А.И., Николаев В.И.

ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН, г. Санкт-Петербург, Россия
guzilova@mail.ioffe.ru

Объёмные кристаллы и эпитаксиальные слои полупроводникового оксида галлия (Ga_2O_3) вызывают большой интерес у исследователей благодаря их заметной электропроводности при том, что ширина запрещенной зоны основных его политипов (α-, β- и ε-) находится в диапазоне 5,2 - 4,7 эВ [1,2], т.е. глубокого ультрафиолета. Все еще остаются малоизученными его механические свойства (микротвердость, модуль упругости, сопротивление истиранию и распространению трещин, и т.д.), которые могут быть использованы при создании электронных устройств на основе Ga_2O_3. Например, данные знания могут быть весьма полезными для оптимизации процессов роста объемных кристаллов и тонких слоев, для выбора абразивного материала и режима механической обработки (шлифование и полировка подложек и слоев для нанесения последующего покрытия).

В данной работе исследовались микротвердость поверхность (0001) эпитаксиальных слоев α-Ga_2O_3, полученных хлорид-гидридной газовой эпитаксией на сапфировую подложку базисной ориентации. Толщина слоев составляла от 2 мкм до 12 мкм [4]. Индентирование проводилось по методу Виккерса с использованием четырёхгранной пирамиды с нагрузкой от 0,2 Н до 2,0 Н. Значение микротвердости эпиксиальных слоёв α-Ga_2O_3 составило (16,7 – 20,4) ± 0,1 ГПа. Значение микротвердости для слоёв α-Ga_2O_3 оказалось значительно выше чем аналогичное для объёмных кристаллов и эпитаксиальных слоёв β-Ga_2O_3, полученное в предыдущих исследованиях [3]. Данный результат может быть связан с более плотной упаковкой структуры подобной корунду (R3m) в направлении [0001] у α-Ga_2O_3, чем это у β-Ga_2O_3 с моноклинной структурой (C2/m).

Зеркально гладкая поверхность эпитаксиального слоя α-Ga_2O_3, обусловленная его высоким структурным качеством, позволяет исследовать трещины вблизи отпечатка и оценить трещиностойкость по средствам определения величины критического коэффициента интенсивности напряжений K_{1c}, которая составила 0,3 МПа√м для слоя α-Ga_2O_3. В случае слоя β-Ga_2O_3, полученного в близких условиях, но при более высокой температуре (~1000°C), явных трещин вблизи отпечатка не обнаружено, что может быть связано большей пластичностью данного слоя.

Литература:

[1] Pearton S.J., Yang J., Cary IV P.H., Ren F., Kim J., Tadjer M.J., Mastro M.A. // Appl. Phys. Rev. 2018. V. 5. N. 1. Art.no. 011301.
[2] Stepanov S.I., Nikolaev V.I., Bougrov V.E., Romanov A.E. // Rev. Adv. Mater. Sci. 2016. V. 44. N. 1. P. 63-86.
[3] Гузилова Л.И., Гращенко А.С., Печников А.И., Маслов В.Н., Завьялов Д.В., Абдрахманов В.Л., Романов А.Е., Николаев В.И. // Materials Physics and Mechanics. 2016. Т. 29. № 2. С. 166-171.
[4] Печников А.И., Степанов С.И., Чикиряка А.В., Щеглов М.П., Одноблюдов М.А., Николаев В.И. // ФТП. 2019. Т. 53. № 6. С. 789-792.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.64

СОВМЕСТНАЯ МЕХАНОАКТИВАЦИЯ КЛИНОПТИЛОЛИТОВЫХ ПОРОД И ПОЛИАКРИЛАМИДА

Дабижа О.Н., Дербенева Т.В.

Забайкальский институт железнодорожного транспорта, Чита, Россия,
dabiga75@mail.ru

Гидрофобизация нанопористого клиноптилолита полиакриламидом посредством технологии «сверху вниз» открывает перспективы для направленного регулирования структуры поверхностного слоя и изменения в широких пределах физико-химических свойств адсорбентов, их селективности.

Цель настоящей работы заключалась в гидрофобизации природных цеолитов посредством совместной механической активации с синтетическим полимером и изучении структурных и морфологических изменений образцов.

Исходными веществами выбрали клиноптилолитовые породы Холинского и Шивыртуйского месторождений (Забайкальский край) и полиакриламид (лот № 130617, Китай). Совместную механоактивацию воздушно-сухих исходных компонентов проводили в истирателе вибрационном чашевом ИВЧ-3 в течение 3 минут. Содержание полимера в полимерцеолитной смеси составляло 5; 10 и 20 мас. %. Образцы исследовали методом инфракрасной спектроскопии на таблетках с KBr посредством инфракрасного Фурье-спектрометра SHIMADZU FTIR–8400S в области 4000 – 400 см$^{-1}$. Поверхность образцов изучали растровым электронным микроскопом JSM-6510LV·JEOL (Япония). Тонкий слой платины на непроводящий образец напыляли с применением установки JFC-1600 (Великобритания).

Выявлено, что в результате совместной механической активации минеральной породы и органического полимера изменяется морфология поверхности исследуемых образцов. Наблюдаются окатанные квазисферические агрегаты частиц, размеры которых приведены в таблице.

Таблица – Маркировка образцов и диаметры агрегатов частиц на микрофотографиях

Образцы	Содержание ПАА, мас. %	Месторождение цеолитов	N, шт	d_{min}, мкм	d_{max}, мкм
I-5	5	Холинское	10	3,202	10,277
I-10	10		13	2,059	12,980
I-20	20		11	4,161	14,545
II-5	5	Шивыртуйское	11	3,010	35,449
II-10	10		10	3,913	37,757
II-20	20		4	13,250	29,183

Сдвиг полос поглощения в областях 3600 и 3440 см$^{-1}$ в сторону более низких частот и увеличение их интенсивностей указывает на образование межмолекулярных водородных связей. Установлено, что имеет место физическая адсорбция полиакриламида на активных силанольных центрах (≡Si-OH) цеолитового каркаса. Найдено, что наиболее перспективными для дальнейших исследований образцами являются I-10 и II-5, так как максимальные относительные интенсивности полос поглощения в ИК-спектрах указанных образцов свидетельствуют о наибольшем количестве активных центров.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.65

ЭФФЕКТЫ МАГНИТНОГО ВЛИЯНИЯ НА МИКРОТВЕРДОСТЬ КРИСТАЛЛОВ KDP

Е.В. Даринская, М.В. Колдаева, В.И. Альшиц, А.Э. Волошин, И.М. Притула[+]
Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, 119333 Москва, Россия
[+]*Институт Монокристаллов НАН Украины, 61001 Харьков, Украина*

Показано, что кристаллы дигидрофосфата калия (KDP) после их экспозиции в магнитном поле B в течение времени t_m обратимо изменяют свою микротвердость. Оказалось, что при достаточно высоких полях B = 0.8 или 1.2 Тл меру магнитного воздействия можно характеризовать величиной B^2t_m, поскольку вариация параметров, сохраняющая B^2t_m = const, не меняет результат. При B^2t_m < 10 Тл^{2}мин эффекта практически нет. Выше этого порога амплитуда изменений микротвердости растет, выходя на насыщение ∼10% при $B^2t_m \approx$ 19 Тл^{2}мин. Образцы, вырезанные из секторов роста граней призмы и пирамиды кристалла по-разному реагируют на экспозицию. В первом случае они разупрочняются, во-втором – за стадией разупрочнения следует упрочнение, но в обоих случаях все заканчивается возвратом микротвердости к исходному уровню. В области B^2t_m от 19 до 37 Тл^{2}мин амплитуды и длительности эффекта не меняются, но в узком интервале 37–43 Тл^{2}мин происходит резкий рост времени жизни модифицированного состояния: “острые” пики полушириной ∼2 суток становятся трапециями с шириной полки ∼1–2 недель.

Предлагается следующая физическая схема изучаемого явления. При магнитной экспозиции спиновая эволюция в магнитоактивных примесных центрах приводит их к состоянию, в котором снимается спиновый запрет на определенный электронный переход. В результате центр переходит в долгоживущее метастабильное состояние, что возмущает систему точечных дефектов и приводит к их диффузионной перестройке, которая и определяет кинетику изменения микротвердости. Дана модельная версия, объясняющая все нетривиальные черты наблюдаемых эффектов.

Найден магнитный порог явления. Оказалось, что описание меры воздействия параметром B^2t_m утрачивает свою универсальность по мере убывания величины B в сторону порогового поля $B_{th} \approx$ 0.45 Тл, ниже которого эффекта нет даже при больших временах экспозиции. Вблизи порога подавляется как изменение микротвердости, так и время жизни метастабильного состояния кристалла. При $B > B_{th}$ эффект проявляется лишь при временах экспозиции t_m, превышающих определенное минимальное время, находимое из условия B^2t_m > 10 Тл^{2}мин.

Физическая природа порога B_{th}, по-видимому, связана с тем, что время спиновой эволюции в магнитоактивных центрах с понижением поля B увеличивается и в области пороговых значений $B \sim B_{th}$ превышает время спин-решеточной релаксации, хаотизирующей спины. Это и приводит к деградации эффекта.

Для кристаллов KDP, легированных наночастицами TiO_2, характер изменений микротвердости после их магнитной экспозиции сильно зависит от их количества. Влияние магнитной обработки на образцы, вырезанные из разных секторов роста, опять различается. Но с увеличением концентрации TiO_2 от 10^{-6}% до 10^{-3}% различие это постепенно нивелируется. Стадия разупрочнения в кристаллах из обоих секторов роста постепенно исчезает. При этом в кристаллах KDP:TiO_2 из сектора призмы, вместо разупрочнения, формируется стадия упрочнения, которой ранее не было, а в образцах из сектора пирамиды ее появление смещается на более раннее время.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.66

«АПЕРИОДИЧЕСКАЯ» ПЕРИОДИЧЕСКАЯ ТАБЛИЦА ЭЛЕМЕНТОВ ПРИ ВЫСОКОМ ДАВЛЕНИИ: РОЛЬ ЭЛЕКТРОННОГО ВКЛАДА

Дегтярева В.Ф.
Институт Физики Твердого Тела РАН, г. Черноголовка, Московская область, Россия.

Периодическое строение кристаллов, связанное с трансляционным дальним порядком нарушается в соединениях с композитными и модулированными структурами. Открытие квазикристаллов в бинарном сплаве AlMn показало возможность существования оси симметрии 5-го порядка, несовместимой с трансляционным дальним порядком, и привело к обнаружению нового семейства апериодических структур в двух- и трехкомпонентных сплавах.

Особый интерес представляет образование несоизмеримых – апериодических – структур в однокомпонентной системе – в элементе. Несоразмерная структура host-guest была обнаружена в 1999 г. в барии при высоком давлении (выше 12 ГПа). Это положило начало открытию других апериодических структур в элементах [1,2]. Структуры типа host-guest в Ba, Sr, Bi, Sb и As имеют два типа подрешетки с разными периодами вдоль оси c, отношение которых несоизмеримо. Подобные структуры с другим типом подрешетки host найдены под давлением для щелочных металлов (Na, K и Rb).

Другой тип апериодичности установлен для модулированных структур в сжатых элементах V – VII групп (йод, фосфор, теллур, селен, сера). Для этих элементов при высоком давлении (при переходе в металлическое состояние) образуются структуры с базовыми ячейками, в которых атомы имеют сдвиг в положении, описываемой модулированной волной. Длина волны модуляции несоизмерима с периодом базовой ячейки.

Рассматривается роль электронного энергетического вклада для образования в элементах апериодических структур [3,4]. Сжатие при повышении давления приводит к изменению баланса энергетических вкладов – электростатического, предпочитающего высокосимметричные, плотноупакованные структуры, и зонного (электронного), для которого важно образование плоскостей Бриллюэна вблизи поверхности (сферы) Ферми. Усиление последнего вклада при сжатии приводит к образованию в элементах под давлением сложных низкосимметричных структур, в том числе и несоразмерных.

[1] M.I. McMahon and R.J. Nelmes, High-pressure structures and phase transformations in elemental metals, *Chem. Soc. Rev.* **35**, 943–963 (2006).
[2] O. Degtyareva, Crystal structure of simple metals at high pressures, *High Press. Res.* **30**, 343–371 (2010).
[3] В.Ф. Дегтярева, Простые металлы при высоком давлении. Модель взаимодействия сферы Ферми и зоны Бриллюэна, *УФН* **174** (4), 383-402 (2006).
[4] V.F. Degtyareva, Electronic origin of the incommensurate modulation in the structure of phosphorus IV, *J. Phys.: Conf. Ser.* **226**, 012019 (2010).

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.67

ДИФРАКЦИОННЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА СТРУКТУРЫ ЖИДКОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ФОТОННЫХ КРИСТАЛЛОВ

Долганов П.В., Бакланова К.Д., Долганов В.К.

[1]*Институт физики твердого тела Российской академии наук, Черноголовка, Россия*

[2]*Национальный исследовательский университет Высшая школа экономики, Москва, Россия*

pauldol@issp.ac.ru

В докладе описывается комплекс дифракционных методов, используемых для получения всесторонней информации об особенностях структуры и формы дифракционных полос совершенных жидкокристаллических фотонных кристаллов. Описанные в докладе эксперименты проведены на одномерных киральных фотонных кристаллах и трехмерных, называемых также кристаллическими жидкостями. Кристаллические жидкости являются уникальными структурами, в элементарной ячейке которых находятся несколько миллионов молекул. Получена и описана дифракционная картина от различных кристаллографических плоскостей кристаллических жидкостей, образующих кубические структуры с различной симметрией. Исследованы образцы толщиной от 10 до 50 периодов структурного упорядочения.

Для комплексного описания структур проведены измерения дифракции, спектров пропускания, связанных с полосами селективного (дифракционного) отражения, люминесценции в спектральной области дифракционных полос. Дифракционная картина включает в себя собственно дифракционные полосы и маятниковые биения. Форма дифракционной полосы совершенных образцов определяется шириной запрещенной (в образцах конечной толщины квазизапрещенной) зоны и размером образца. Использование различных методов исследования позволило определить размеры запрещенных зон, плотности состояний электромагнитных волн в области дифракционных полос. Впервые прослежена трансформация квазизапрещенных зон и плотности фотонных состояний при изменении параметра порядка ориентационного упорядочения молекул в жидкокристаллическом фотонном кристалле. Анализ результатов проводился с использованием динамической теории дифракции, универсальных соотношений Крамерса-Кронига, адаптированных для структур с киральным упорядочением.

Работа выполнена при частичной поддержке РФФИ, грант 17-02-00246.

[1] P. V. Dolganov, G. S. Ksyonz, V. E. Dmitrienko, and V. K. Dolganov, Description of optical properties of cholesteric photonic crystals based on Maxwell equations and Kamers-Kronig relations, Phys. Rev. E 87, 032506 (2013).

[2] P.V. Dolganov, Density of photonic states in cholesteric liquid crystals. Phys. Rev. E 91, 042509 (2015).

[3] P.V. Dolganov, V.K. Dolganov, Photon Density of States in a Cholesteric Photonic Crystal, JETP Lett. 108, 170–174 (2018).

[4] P.V. Dolganov, K.D. Baklanova, V.K. Dolganov, Optical properties and photonic density of states in one-dimensional and three-dimensional liquid-crystalline photonic crystals, в печати.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.68

ТОЧЕЧНЫЕ ТОПОЛОГИЧЕСКИЕ ДЕФЕКТЫ И ДИСЛОКАЦИИ В ПОЛЯРНЫХ СМЕКТИЧЕСКИХ НАНОПЛЁНКАХ

<u>Долганов П.В.</u>, Шуравин Н.С., Долганов В.К.

[1]*Институт физики твердого тела Российской академии наук, Черноголовка, Россия*

pauldol@issp.ac.ru

В докладе представлены результаты исследования влияния точечных топологических дефектов и дислокаций на полярные и оптические характеристики смектических жидкокристаллических наноплёнок с одномерным трансляционным упорядочением. Исследовались наноплёнки толщиной от двух до двадцати молекулярных слоёв, образующие сегнетоэлектрическую, сегнетиэлектрическую и антисегнетоэлектрическую фазы. Число молекулярных слоёв определялось по спектрам отражения, можно было определять величину (число смектических слоёв) вектора Бюргерса дислокаций в плёнках с абсолютной точностью. Ориентация молекул в наноплёнках определялась с помощью высокочувствительного метода деполяризованной микроскопии в отражённом свете [1]. Изучена структура наноплёнок при фазовых переходах между антисегнетоэлектрическими и сегнетиэлектрическими структурами различного типа [2]. Обнаружено [1], что ориентирующее действие дислокаций в антисегнетоэлектрических наноплёнках кардинальным образом зависит от четности числа слоёв в векторе Бюргерса дислокации. Дислокации с четным числом слоёв в векторе Бюргерса ориентируют плоскости наклона молекул и поляризацию параллельно с двух сторон от дислокации. Дислокации с нечётным числом слоёв в векторе Бюргерса ориентируют плоскости наклона молекул перпендикулярно с двух сторон от дислокации. Приводится объяснение наблюдаемому эффекту. Конкуренция ориентирующего действия дислокации и электрического поля приводит к электрооптическим эффектам, связанным с изменением ориентации молекул в наноплёнках.

Показано, что точечные топологические дефекты с топологическими зарядами ±1, 1/2 могут локализоваться на дислокациях и изменять оптические характеристики плёнок. Изучено совместное влияние электрического поля и ориентирующего действия точечных топологических дефектов. В отличие от свободных топологических дефектов, точечные дефекты на дислокации с противоположным знаком топологического заряда стабильны по отношению к аннигиляции и могут существовать в течение длительного времени. В ограниченной геометрии смектических островов (участков большей толщины, чем плёнка) получены комбинации топологических дефектов с топологическими зарядами +2, ±1, ±1/2. Рассчитано поле молекулярного упорядочения, создаваемое дефектами и определяющее оптические свойства наноплёнок [3].

Работа выполнена при поддержке РНФ, грант 18-12-00108.

[1] P.V. Dolganov, N.S. Shuravin, V.K. Dolganov, and A. Fukuda, “Orientational action of edge dislocations on the director field in antiferroelectric smectic-C*A films”, Phys. Rev. E, 95, pp.012711-1-012711-9, 2017

[2] N.S. Shuravin, P.V. Dolganov, and V.K. Dolganov, “Phase transitions in nanofilms of polar smectic liquid crystals with multilayer periodicity”, Phys. Rev. E, 98, pp.052705-1-052705-10, 2018

[3] P.V. Dolganov, N.S. Shuravin, V.K. Dolganov, E.I. Kats, and A. Fukuda, “Topological defects in smectic islands formed in antiferroelectric freestanding nanofilms”, Surface Innovations, https://doi.org/10.1680/jsuin.18.00059

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.69

ШКОЛА

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ И ДИСЛОКАЦИОННОЙ СТРУКТУРЫ ТВЁРДЫХ ТЕЛ

Дриаев Д.Г., Галусташвили М.В., Иашвили А.А., Цакадзе С.Д.

Институт физики им.Э.Андроникашвили Тбилисского государственного университета им.И.Джавахишвили, 0186, Тбилиси, Грузия

- Акустический спектрометр [1]

представляет собой оригинальный прибор для измерения малых величин внутреннего трения (начиная с $Q^{-1}\approx10^{-6}$) и модуля упругости E твердых тел в килогерцовом диапазоне частот, в котором минимизированы потери на внешнее трение. Очень низкий уровень фоновой диссипации обеспечивается путем использования в качестве исследуемого образца-вибратора трехязычкового камертона. Новый тип камертона представляет собой плоскопараллельную пластинку с тремя язычками одинаковой длины; при этом средний язычок вдвое шире крайних. Каждый язычок является четвертьволновым вибратором на первой гармонике изгибных колебаний. Возбуждение колебаний происходит путём подачи на электрод, расположенный у поверхности среднего язычка, напряжения с частотой, равной собственной частоте колебаний образца. Регистрация колебаний осуществляется ёмкостным датчиком с частотной модуляцией.

Измерение Q^{-1}и E происходит в непрерывном режиме при 1) постоянной амплитуде колебаний образца, или 2) постоянной амплитуде возбуждающей силы. Данные эксперимента передаются в компьютер со скоростью 10 отсчетов/сек, обрабатываются, отображаются количественно и графически на мониторе и записываются в файл:

Высокая чувствительность прибора позволила впервые методом внутреннего трения наблюдать резонансную пластификацию диамагнитных кристаллов LiF при воздействии скрещенных магнитных полей в условиях ЭПР[1].

- Метод сдвиговой деформации [2]

обеспечивает деформирование образца путём чистого сдвига по одной системе кристаллографических плоскостей. Метод отличается тем, что образец не зажимается в захваты, а свободно лежит на оригинальных опорах; это исключает неконтролируемое воздействие на деформируемую зону и соседние с ней слои кристалла.

- **Метод изгибной деформации** [3]

позволяет создать в кристалле однонаправленный поток дислокаций одного механического знака. Сущность метода заключается в следующем: пластинка-образец из исследуемого кристалла скрепляется с пластинкой-держателем, толщина и модуль упругости которой подбираются таким образом, чтобы плоскость нулевых напряжений такой бипластинки сместилась на границу раздела образца и держателя. В результате при изгибе от растягиваемой грани создаётся однонаправленный поток дислокаций и в кристалле образуются дислокации одного механического знака в количестве, необходимом для аккомодации изгиба.

Литература

1. D.Driaev, L.Kankadze, A.Iashvili, S.Tsakadze. Rev.Sci. Instruments, **88,** 054904 (2017)
2. Галусташвили М.В., Дриаев Д.Г., Политов И.А., Саралидзе З.К. ФТТ, **30**, 5, 1533 (1988).
3. Galustashvili M.V., Driaev D.G., Politov I.A., Saralidze Z.K. Phys. Stat. Sol.(a), **114**, 99 (1989).

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.70

ОСОБЕННОСТИ ВЛИЯНИЯ МАГНИТНОГО ПОЛЯ НА РЕАЛЬНУЮ СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА TGS:Cr («ШКОЛА»)

А.П. Еремеев[1,2], Е.С. Иванова[2], Е.А. Петржик[2], Р.В. Гайнутдинов[2], А.К. Лашкова[2]

[1]Физический факультет МГУ им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия.
[2]Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия.

xxx8336@yandex.ru

В работе исследовано влияние постоянного магнитного поля на диэлектрические свойства сегнетоэлектрика, его доменную структуру и состояние дефектов. Изучался монокристалл триглицинсульфата со специально введенной примесью хрома (TGS:Cr). Образцы выдерживались в постоянном магнитном поле B=2 Тл в течении 20 минут. Направление вектора магнитной индукции **B** было перпендикулярно оси спонтанной поляризации **Y**. Исследовались две ориентации кристалла в магнитном поле– **B**||**X** и **B**||**Z**. Контроль диэлектрических свойств осуществлялся посредством измерения *P-E* петель диэлектрического гистерезиса и температурной зависимости диэлектрической проницаемости ε' (T) вблизи фазового перехода. Исследования доменной структуры и топографии поверхности свежих сколов (010) проводились методами пьезоэлектрического отклика (ПСМ) и атомно-силовой микроскопии (АСМ).

Обнаружено существенное изменение свойств исследуемых образцов после экспозиции в магнитном поле. Максимальное значение диэлектрической проницаемости вблизи фазового перехода возрастало на 27% через сутки после магнитного воздействия, а возврат к исходному значению происходил через 10 суток.

Аналогичные по времени изменения наблюдались и в дефектной структуре кристалла. Согласно [1], критерием дефектного состояния в TGS являются плотность и распределение характерного для этого кристалла нанорельефа (округлых выступов и ямок субмикронных латеральных размеров на свежем сколе (010)). Экспозиция TGS:Cr в постоянном магнитном поле привела к существенному изменению параметров нанорельефа - наблюдалось уменьшение среднего размера элементов нанорельефа при сохранении занимаемой ими площади. При этом максимальное изменение наблюдалось примерно через сутки после магнитного воздействия, как и для изменения диэлектрических свойств.

Также была изучена динамика изменения доменной структуры в течение трех суток после магнитной экспозиции.

Сопоставление результатов, полученных различными методами, позволяет предположить, что наблюдаемые изменения связаны с трансформацией под действием магнитного поля дефектов кристалла, являющихся центрами закрепления доменных стенок. Магнитостимулированные изменения дефектной подсистемы кристаллов подробно изучены при исследовании магнитопластического эффекта в немагнитных кристаллах (см., например, обзор [2]).

1. Н.В. Белугина и др. «Нанорельеф естественного скола кристаллов триглицинсульфата с примесями замещения и внедрения» // Кристаллография **56**, 1139 (2011).
2. V.I. Alshits et al. «Magnetoplastic effect in nonmagnetic crystals» // *Dislocations in Solids* **14**, 333 (2008).

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.71

ШКОЛА

ТЕМПЕРАТУРНАЯ ЗАВИСИМОСТЬ СВЕРХЭЛАСТИЧНОСТИ В ВЫСОКОПРОЧНЫХ МОНОКРИСТАЛЛАХ $Co_{35}Ni_{35}Al_{30}$

Ефтифеева А.С.[1], **Панченко Е.Ю.**[1], **Чумляков Ю.И.**[1], **Янушоните Э.И.**[1], Gerstein G.[2], **Maier H.J.**[2]

[1]*Национальный исследовательский Томский государственный университет, Томск, Россия*

[2]*Institut für Werkstoffkunde (Materials Science), Leibniz Universität Hannover, Garbsen, Germany*

anna_eftifeeva@rambler.ru

В настоящей работе на [001]-монокристаллах ферромагнитного сплава $Co_{35}Ni_{35}Al_{30}$ (ат. %) исследованы особенности развития сверхэластичности (СЭ) в зависимости от температуры испытания. Исследования проводили при сжатии вдоль высокопрочной ориентации [001], характеризующейся максимальной деформацией решетки -4,6 % и отсутствием раздвойникования $L1_0$-мартенсита под нагрузкой.

В исходном состоянии, после гомогенизации при 1613 К, 8,5 ч с последующей закалкой, в B2-матрице формируется пластичная γ-фаза (ГЦК-решетка, размер ≥100 мкм), которая не испытывает мартенситное превращение (МП), а деформируется упруго и/или пластически. Старение при 673 К, 0,5 ч приводит к упрочнению B2-матрицы за счет выделения нанормерных частиц со сверхструктурой типа A_5B_3 (орторомбическая решетка, размер ~3 нм) и частиц ε-Co (ГПУ-решетка, размер ~20-30 нм), которые также не испытывают МП. Общая объемная доля вторичных фаз в состаренных кристаллах составляет ~20 %.

Упрочнение высокотемпературной B2-фазы наноразмерными дисперсными частицами в состаренных кристаллах приводят к расширению температурного интервала СЭ в 2 раза по сравнению с закаленными кристаллами, для которых ΔT_{SE}=190 К (от 283 К до 473 К). Для состаренных кристаллов интервал ΔT_{SE} составляет ΔT_{SE}=370 К (от 193 К до 563 К).

Установлено, что для закаленных и состаренных кристаллах в температурном диапазоне развития МП под нагрузкой наблюдается линейный рост критических напряжений $\sigma_{кр}$ с увеличением температуры испытания. Такая зависимость описывается уравнением Клапейрона-Клаузиуса $d\sigma/dT=-\Delta H/\varepsilon_0 T_0$. Состаренные кристаллы демонстрируют более высокие критические напряжения для образования мартенсита под нагрузкой, чем закаленные. Например, в закаленных кристаллах критические напряжения при температуре начала прямого МП и температуре начала пластического течения высокотемпературной фазы равны $\sigma_{кр}(M_s)$=6 МПа и $|\sigma_{кр}(M_d)|$=736 МПа, соответственно. В то время, как в состаренных кристаллах напряжения выше и равны $\sigma_{кр}(M_s)$=100 МПа и $|\sigma_{кр}(M_d)|$=1360 МПа. Механический гистерезис не зависит от температуры испытания и для закаленных кристаллов он составляет 35 МПа, а для состаренных – 60 МПа. Максимальная величина обратимой деформации при СЭ составляет 4,0 % и 2,9 % для закаленных и состаренных кристаллов, соответственно и зависит от температуры. Обратимая деформация уменьшается почти в 2 раза с ростом температуры. Уменьшение величины СЭ после старения связано с уменьшением объема материала, испытывающего МП, за счет выделения дисперсных частиц. Физической причиной уменьшение обратимой деформации превращения с ростом температуры испытания является различие модулей упругости аустенита E_A и мартенсита E_M, причем $E_A<E_M$.

Таким образом, за счет выделения наноразмерных частиц в монокристаллах $Co_{35}Ni_{35}Al_{30}$ при старении, получено высокопрочное состояние, которое характеризуется СЭ в широком интервале температур от 193 К до 563 К и механическим гистерезисом 60 МПа, который не зависит от температуры.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.72

ВЛИЯНИЕ УГЛЕРОДА НА СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ В ТИТАНОВОМ СПЛАВЕ Ti-10V-2Fe-3Al

Желнина А.В.[1,2], Калиенко М. С.[1,2], Щетников Н.В.[1]

[1]ПАО «Корпорация ВСМПО-АВИСМА», г. Верхняя Салда, Россия

[2]Уральский федеральный университет им. первого Президента России Б.Н. Ельцина, г. Екатеринбург, Россия

Kalienko@vsmpo.ru

Титановые сплавы благодаря высокой удельной прочности, коррозионной стойкости, жаропрочности нашли широкое применение в аэрокосмической промышленности, машиностроении, судостроении.

Один из основных высокопрочных титановых сплавов Ti–10V–2Fe–3Al был разработан в начале 1970-х годов и используется в авиастроении для изготовления высокопрочных конструкционных элементов планера и узлов группы шасси. Формирование высокопрочного состояния в этом сплаве реализуется в процессе упрочняющей термической обработки, основанной на процессах распада β-твердого раствора. Для получения оптимального комплекса механических свойств сплава Ti–10V–2Fe–3Al применяют упрочняющую термическую обработку включающую закалку и старение. Прочность сплава, прежде всего, определяется вкладом от твёрдорастворного и дисперсионного упрочнения. Так изменение температуры старения позволяет варьировать прочность сплава в диапазоне от 1000 до 1350 МПа за счёт дисперсионного упрочнения. В работе представлены результаты исследования влияния повышенного содержания углерода на структурно-фазовые превращения и дисперсность продуктов распада β-твердого раствора, образующихся в процессе второй ступени упрочняющей термической обработки сплава Ti-10V-2Fe-3Al.

В ходе старения сплава Ti-10V-2Fe-3Al происходит распад β-матрицы с образованием дисперсных пластин вторичной α-фазы толщиной менее 60 нм. За счёт эффекта дисперсионного упрочнения наблюдается прирост твёрдости по сравнению с закалённым состоянием. Множественные межфазные границы между матричной фазой и вторичной α-фазой служат барьерами для движения дислокаций, затрудняют дислокационное скольжение и тем самым увеличивают прочность сплава. В работе впервые было установлено, что твёрдость сплава в частности зависит от содержания углерода, который оказывает влияние на полиморфное превращение при старении сплава. Полученные результаты подтверждаются результатами исследований на ряде других титановых сплавов. Природа наблюдаемого явления связана, вероятнее всего с тем, что повышение содержания углерода в сплаве инициирует увеличение количества центров зарождения вторичной α-фазы, что приводит к выделению более дисперсной вторичной α-фазы при старении.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.73

СТРУКТУРНЫЕ И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА СПЛАВА Co-Mn

Жихарева И.Г., Денисенко Д.В.

Тюменский индустриальный университет, Тюмень, Россия, ardiasardias@gmail.com

Аннотация. Методом высокочастотного переменного тока получены наноструктурные покрытия сплавом Co-Mn с требуемыми магнитными свойствами. Установлено, что максимальной коэрцитивной силой характеризуются покрытия Co-Mn, обладающие гексагональной плотноупакованной фазой α-Co, небольшим количеством (2.5%) фазы α-Mn и регулируемым содержанием аморфной фазы $Co(OH)_2$. Высокие ферромагнитные свойства обеспечивает Mn, за счет доменных структур. Наноструктурные размеры кристаллов получены вследствие регулируемого количества аморфной фазы $Co(OH)_2$.

Актуальность. Известно, что магнитные свойства сплавов Co (Co-Ni, Co-Fe, Co-Mn)определяютмя фазовым и химическим составом, поверхностной структурой, наноструктурой, дефектами структуры, чистотой осадка.

Цель работы получить пленки сплавом Co-Mn из электролита с оптимальным содержанием ионов металлов в растворе осаждения, спрогнозированным фазовым составом и заданными магнитными свойствами.

Основные требования к получаемым покрытиям:

1) химическое содержание компонентов в сплаве Co >> Mn;
2) преобладающая фаза твердого раствора α-Co, минимальная α-Mn;
3) наличие наноструктуры;
4) оптимальное значение коэрцитивной силы (Hc).

Для решения поставленных задач использованы:

1) Предварительный прогноз соотношения ионов металлов в электролите осаждения: $Co^{2+} : Mn^{2+} = 0.3 : 0.7$;
2) Прогноз химического содержания металлов в сплаве Co = 94 ÷ 98 масс. %, Mn = 2 ÷ 6 масс. %;
3) Введение специальных органических добавок для получения наноструктруры; Потенциалы ионизации (ПИ) должны быть близки к ПИ металлов сплава;
4) Управление pH электролита осаждения за счет аморфных соединений $Co(OH)_2$;
5) Для выполнения пп. 1-4 предложен новый нестационарный метод высокочастотного переменного тока (ВПТ).

Методы исследования: рентгенографический анализ (ДРОН-7, Co-Kα-излучение, Ni-фильтр); зондовая атомно-силовая микроскопия (АСМ) для исследования нанострктуры; растровый электронный микроскоп Philips SEM 515 для построения спектра и карт распределения элементов и элементного состава; вибрационный магнитометр для определения коэрцитивной силы. Осаждение проводилось из простых сульфатных электролитов в присутствии добавок о-АСК и п-АСК.

Результаты исследования. Использование метода ВПТ позволяет получать пленки Co-Mn, с заданным фазовым составом, нанострутурой (α-Co >> α-Mn, $Co(OH)_2$), нанострутурой, размерными эффектами (d=12-15 нм) за счет регулируемого содержания аморфной фазы $Co(OH)_2$. Показано, что основное влияние на ферромагнитные свойства оказывает текстурированная фаза α-Co (рост Hc). Доменная структура характерна для кристаллов α-Co и более мелких частиц α-Mn. На основании результатов исследования магнитных свойств ферромагнитные пленки Co-Mn можно рекомендовать для получения пространственно-модулированных систем и карт памяти.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.74

Получение кристаллов водорастворимых солей кобальта и никеля.

О. Б. Зайнуллин, В. А. Коморников, И. С. Тимаков

ФНИЦ «Кристаллография и фотоника», ИК РАН им. А. В. Шубникова, Москва, Россия, OlegBZainul@yandex.ru

В современном приборостроении оптические фильтры являются важной составляющей. В Институте кристаллографии разрабатываются методики выращивания кристаллов с узкой полосой оптического пропускания в различных областях оптического спектра.

Фильтры с узкой полосой пропускания в УФ диапазоне применяют в приборах "солнечно-слепой технологии" [1]. Данные работы ведутся с использованием двойных сульфатов переходных элементов, так называемых солей Туттона [2]. При этом оптические фильтры, полученные из кристаллов данных веществ, имеют оптическую область пропускания в видимой зоне, что негативно сказывается на технических характеристиках произведенных с их использованием приборов.

Настоящая работа посвящена определению условий получения кристаллов водорастворимых солей кобальта и никеля с необходимыми спектральными характеристиками. Хлориды кобальта и никеля привлекают внимание схожими оптическими свойствами и перспективами увеличения температурного диапазона эксплуатации.

В работе исследованы фазовые равновесия водно-солевых систем $NiCl_2$-$CoCl_2$-H_2O, $NiCl_2$-HCl-H_2O, определены области кристаллизации твердых растворов. Исследованы оптические спектры пропускание растворов данных соединений с близкой к насыщенным растворам концентрацией.

Полученные результаты позволили оптимизировать условия получения кристаллических образцов соединений $NiCl_2 \cdot 6H_2O$, $NiCl_2 \cdot 4H_2O$, $Ni_xCo_{(1-x)}Cl_2 \cdot 6H_2O$.

Полученные кристаллические образцы исследованы методами РФА, ДСК/ТГА, получены спектральные характеристики.

Данные, полученные в результате исследований, позволяют разработать методики выращивания крупных монокристаллов из водных растворов, пригодных для практического применения в оптике.

1. А.Э. Волошин, Е.Б. Руднева и др. Патент на изобретение RU 2417388 от 24.11.2006
2. В.Л. Маноменова, Е.Б. Руднева и др. *Ж. Кристаллография*, 2005, **50**, 937-942.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.75

IN-SITU ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ДЕФОРМАЦИИ ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ МЕТОДОМ ПРОСВЕЧИВАЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

А.А. Зайцев[1], П.А. Логинов[1], Д.А. Сидоренко[1], И.Ю. Коняшин[1],
Е.А. Левашов[1], А.С. Орехов[2]
[1]–НИТУ МИСиС Москва, Российская Федерация; [2]–ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Российская Федерация
aazaitsev@bk.ru

Спеченные твердые сплавы WC-Co обладают уникальной комбинацией высокой твердости, прочности, трещиностойкости и стойкости к абразивному износу. Высокие механические свойства твердых сплавов обусловлены особой микроструктурой, а также непосредственно свойствами структурных составляющих этого материала. Известно, что карбид вольфрама это единственный тугоплавкий карбид, который обладает существенной пластичностью, о чем свидетельствует формирование полос сдвига в карбиде вольфрама при приложении нагрузок. Деформация в кристалле карбида вольфрама происходит по призматическим {10-10} <-12-13>, {10-10} <0001> и {10-10} <11-20> и пирамидальным {0-111} <11-23>, {0-111} <0-110> и {11-22} <11-23> системам скольжения. Пластическая деформация связующей кобальтовой фазы твердых сплавов WC-Co происходит за счет двойникования, образования и движения дислокаций. Целью настоящей работы являлось *in-situ* исследование процесса деформации твердых сплавов методом просвечивающей электронной микроскопии

Объектом исследования являлись ламели толщиной около 15 нм из крупнозернистого твердого сплава WC-6%Co, вырезанные с помощью установки FEI Quanta 200 3D FIB. Каждая ламель содержала как зерна карбидной, так и связующей фазы. Для проведения *in-situ* механических испытаний применяли держатель Hysitron PI 95 Picoindenter, позволяющий подвергать ламели растягивающим и изгибающим нагрузкам непосредственно в колонне просвечивающего электронного микроскопа Jeol JEM 2100.

Результаты испытания ламелей на изгиб показали, что отдельные дислокации начинают формироваться в зернах карбида вольфрама при сравнительно низких удельных нагрузках. С ростом нагрузки дислокации начинают двигаться к границам зерен «WC-WC» и «WC-Co», где происходит их частичная аннигиляция, при этом внутри зерен карбида вольфрама формируются сетки дислокаций, а также наблюдаются дефекты упаковки.

По результатам испытаний ламелей на растяжение установлено, что под воздействием нагрузки наблюдается интенсивное образование и движение дефектов кристаллической решетки во всех структурных составляющих, что приводит к значительной пластической деформации образца без разрушения. При достижении критической деформации происходит разрушение образца посредством образования и распространения трещины на межфазной границе «WC-Co». Обнаружено, что после разрушения образцов некоторое количество кобальта присутствует на поверхности зерен WC, таким образом, трещина распространяется не полностью по межфазной границе «WC-Co», но и частично внутри связующей фазы.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014–2020 годы», уникальный идентификатор проекта RFMEFI57517X0156, соглашение № 14.575.21.0156.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.76

НОВЫЙ ВАРИАНТ КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКОЙ ТЕОРИИ МАРТЕНСИТНОГО ПРЕВРАЩЕНИЯ В СПЛАВАХ ЖЕЛЕЗА

Зельдович В.И., Гундырев В.М.

Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН, Екатеринбург, Россия

zeldovich@imp.uran.ru

Деформация формы (макросдвиг) при мартенситном превращении складывается из деформации решётки и деформации при инвариантной решётке. Деформация решётки в общепринятой феноменологической теории мартенситного превращения (ФТМП) описывается деформацией Бейна, которая в сплавах железа переводит кристаллическую решётку аустенита в решётку мартенсита. При этом для получения экспериментально наблюдаемых ориентационных соотношений между решётками требуется поворот мартенситного кристалла на ~10 градусов. Такой большой поворот и большие деформации сжатия и растяжения (~20 и ~12%) при деформации Бейна делают такой механизм деформации решётки нереальным.

Поскольку образование кристалла мартенсита происходит сдвиговым механизмом и имеет сходство с двойникованием, мы выбираем в качестве основного элемента деформации решётки сдвиг по плоскости (111)γ в направлении [11-2]γ. Этот сдвиг является первым сдвигом в двухсдвиговом механизме превращения Курдюмова-Закса [1]. Заметим, что такая система сдвига является системой двойникования ГЦК кристаллов. Для получения решетки мартенсита и ориентационных соотношений данный сдвиг необходимо дополнить небольшим изменением размеров в трёх взаимно перпендикулярных направлениях [11-2]γ, [111]γ и [1-10]γ. В новом варианте ФТМП эти операции заменяют деформацию Бейна и поворот на ~10 градусов. Деформация при инвариантной решётке, которая необходима для получения габитусной плоскости, происходит двойникованием или скольжением, как в общепринятой ФТМП. Эта деформация осуществляется по системе (112)α[-1-11]α, при этом уменьшается также общая деформация формы. Данный вариант ФТМП лучше описывает реальный механизм мартенситного превращения в сплавах железа.

Используя общепринятый и новый вариант ФТМП, были рассчитаны кристаллографические характеристики мартенситного превращения для двойникованного мартенсита в сплаве Fe-31%Ni [2] и стали Fe-1.75 вес.%C [3]. В новом варианте ФТМП ориентационные соотношения, макросдвиг и плоскость габитуса получились такими же, как и при деформации Бейна, но углы поворота были малыми: 1.75 град для сплава Fe-31%Ni, 1.56 град для стали Fe-1.75%C и 1.85 град для стали 37ХН3А с пакетным мартенситом [4]. Такие углы поворота вполне реальны в процессе деформации мартенсита при инвариантной решетке.

Таким образом, реальный механизм мартенситного превращения включает деформацию решётки сдвигом по плоскости (111)γ в направлении [11-2]γ плюс изменение размеров в трёх направлениях [11-2]γ, [111]γ, [1-10]γ и деформацию при инвариантной решётке двойникованием или скольжением по системе (112)α[-1-11]α плюс небольшой поворот на ~1.5 градуса.

Работа выполнена по теме «Структура» (№ АААА-А18-118020190116-6).

1.Курдюмов Г.В., Утевский Л.М., Энтин Р.И. Превращения в железе и стали. М. Наука. 1977. 238 с.

2.Гундырев В.М., Зельдович В.И. Изв. РАН, сер. физ. 2013. Т.77. № 11, С.1638-1643.

3.Гундырев В.М., Зельдович В.И. ФММ. 2014. Т.115. №10. С.1035-1042.

4.Гундырев В.М., Зельдович В.И., Счастливцев В.М. ФММ. 2016. Т.117. №10. С.1052-1062.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.77

ВЛИЯНИЕ ЭТАПОВ ПРОБОПОДГОТОВКИ КВАРЦЕВОГО СЫРЬЯ НА РСА ИНДЕКС КРИСТАЛЛИЧНОСТИ СТРУКТУРЫ КВАРЦА.

Зимин М.Д., Жабоедов А.П., Паклин А.С., Непомнящих А.И.

Институт геохимии им. А.П.Виноградова СО РАН, г. Иркутск, Российская Федерация, zima.dom@mail.ru

С начала XXI века активно идут исследования альтернативных источников кварцевого сырья, в частности кварцитов, исходная чистота которых меньше 50 ppm, условно названных высокочистыми. На территории Восточных Саян существует Гарганская кварцитоносная провинция, с рядом месторождений высокочистых кварцитов. Одно из этих месторождений Бурал-Сардык заметно отличается от остальных высокой мономинеральностью кварцитов и их химической чистотой. Эти кварциты легко обогащаются до кварцевого сырья с суммарным количеством примесей по основным элементам менее 15 ppm, за что получили название «суперкварциты» [1].

Для того чтобы оценить перспективность месторождения, требуется проведение высокоточного химического анализа (от 0,01 ppm), этапы подготовки и обогащения сырья, а также создание опытных образцов конечного продукта, что не всегда возможно сделать для всех участков месторождений. Поэтому рядом исследователей предложен менее трудозатратный метод: сравнение индексов кристалличности кварца из кварцитов по данным рентгеновской дифракции квинтуплета в диапазоне углов 2θ: 67-69°. Этот метод подвергся критике за свою низкую точность и заметное влияние на его значение этапов пробоподготовки [2].

В данной работе рассмотрено влияние различных этапов пробоподготовки: термодробление, химическое обогащение, высокотемпературная прокалка на индекс кристалличности кварца различных фракций «суперкварцита». Показано, что химическое обогащение всегда увеличивает значение индекса кристалличности. Также предложен метод измерения индекса кристалличности по данным самого интенсивного пика кварца в диапазоне углов 2θ: 26-27,5°

Список литературы:

1. Воробьев Е. И. и др. Сверхчистые кварциты Восточного Саяна (Республика Бурятия, Россия) //Доклады Академии наук. – Федеральное государственное бюджетное учреждение" Российская академия наук", 2003. – Т. 390. – №. 2. – С. 219-223.
2. Marinoni N., Broekmans M. A. T. M. Microstructure of selected aggregate quartz by XRD, and a critical review of the crystallinity index //Cement and Concrete Research. – 2013. – Т. 54. – С. 215-225.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.78

3D-РЕКОНСТРУКЦИЯ РЕНТГЕНОВСКИХ ДИФРАКЦИОННЫХ ИЗОБРАЖЕНИЙ ДЕФЕКТОВ В МОНОКРИСТАЛЛАХ КРЕМНИЯ

Золотов Д.А., Бузмаков А.В., Волков В.В., Дьячкова И.Г., Конарев П.В., Крюкова А.Е., Чуховский Ф.Н.

Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия, zolotovden@crys.ras.ru

Данное исследование продолжает цикл работ по развитию метода рентгеновской топо-томографии с применением лабораторного оборудования [1-3]. В порядке тестирования повышения чувствительности нового рентгеновского дифрактометра «ДИТОМ-М», разработанного в ИК РАН, получены изображения пространственного расположения одиночной полигональной дислокационной полупетли в монокристалле кремния Si(111), введенной методом четырех-опорного изгиба. Проведено сравнение с соответствующими экспериментальными данными, полученными на синхротронном источнике излучения с высоким пространственным разрешением. Это позволило усовершенствовать методики эксперимента и программно-аппаратного обеспечения для трехмерной реконструкции исследуемого единичного дефекта, полигональной дислокационной полупетли.

Вместо с тем, отмечается, что интерпретация результатов 3D-реконструкции по экспериментальным данным топо-томографии связана с теми же трудностями, что и анализ картин изображения дефектов на двумерных проекциях (топограммах) из-за сложного механизма формирования дифракционного контраста в различных областях вокруг дефектов в кристаллах. При этом важно использование приближенных аналитических решений уравнений Такаги–Топена, которые позволили бы с достаточной точностью описать особенности контраста дефектов на полученных топограммах. В докладе обсуждается теоретический подход к решению обратной задачи рентгеновской дифракционной томографии на основе полукинематического решения этих урвнений. Рассматривается пример точечного дефекта кулоновского типа в кристаллической пластине Si(111) в условиях симметричной Лауэ-дифракции и набора наклонных двумерных топографических проекций, отвечающих вращению плоскопараллельного кристалла-образца вокруг вектора дифракции h = [2-20]. Для компьютерной реконструкции трехмерной функции поля смещений вокруг точечного дефекта использована комбинация итерационных алгоритмов отжига и квазиньютоновского градиентного спуска. Приводятся результаты компьютерного моделирования функции поля смещений по данным нескольких 2D-проекций, отвечающей изображению точечного дефекта на рентгеновской топограмме [4].

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, проект № 19-02-00556 А.

1. Золотов Д. А., Бузмаков А. В., Елфимов и др. // Кристаллография. 2017. Т.62. № 1. С. 24–28.
2. Asadchikov V., Buzmakov A., Chukhovskii F., Zolotov D. et al. // J. Appl. Cryst. V.51. № 6. 2018. P. 1616–1622.
3. Золотов Д.А., Асадчиков В.Е., Бузмаков А.В. и др. // Автометрия. 2019. Т.55. №2. С. 28-35.
4. Конарев П.В., Чуховский Ф.Н., Волков В.В. // Кристаллография. 2019. Т. 64. № 2. С. 173–183.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.79

ПЛАСТИЧНОСТЬ МЕТАЛЛОВ И ЗАКОН Д. И. МЕНДЕЛЕЕВА

Зуев Л.Б.
Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск, Россия
lbz@ispms.tsc.ru

В работе установлена связь между положением металлов в Периодической системе элементов и показателями их пластичности. В качестве последних использована автоволновая характеристика пластичности, введенная в [1], – произведение длины автоволны локализованной деформации λ на скорость ее распространения V_{aw}, то есть, (λV_{aw}). Исследована деформация металлов 3-го (Mg, Al), 4-го (Ti, V, Fe, Co, Ni, Cu, Zn), 5-го (Zr, Nb, Mo, Cd, In, Sn) и 6-го (Hf, Ta, Pb) периодов Периодической системы элементов Д.И. Менделеева. В качестве характеристики автоволнового механизма развития пластичности был использован упругопластический инвариант деформации [1]. Установлено, что его величина для всех металлов распределена по нормальному закону, а среднее значение составляет $\hat{Z} = 0{,}49 \pm 0{,}04 \approx ½$.

В то же время характеристика пластичности (λV_{aw}), оказывается зависящей от номера группы *n* и номера периода *N* в котором находится металл в Периодической таблице. Так в пределах периода величина $(\lambda V_{aw})^{-1}$ зависит линейно от номера группы, в которой расположен элемент

$$(\lambda V_{aw})^{-1} \approx C + Dn. \tag{1}$$

В то же время зависимость этой величины от номера периода имеет вид

$$(\lambda V_{aw})^{-1} \sim \exp\left(\chi / \chi_N^*\right), \tag{2}$$

где $\chi -$ межплоскостное расстояние, а $\chi_N^* -$ межплоскостное расстояние для щелочного металла, с которого начинается соответствующий период в Периодической системе элементов.

В работе также установлена связь параметра пластичности с решеточными характеристиками деформируемого металла, имеющая форму

$$\lambda V_{aw} = \hat{Z}\chi V_t \approx \hat{Z}\chi^2 \frac{\omega_D}{2\pi} \approx \hat{Z} \cdot \frac{k_B}{h} \cdot \left(\chi^2 \theta_D\right). \tag{3}$$

Здесь $k_B -$ постоянная Больцмана, h – постоянная Планка, $\theta_D -$ параметр Дебая.

Таким образом, установлено, что пластичность металлов в значительной степени определяется их положением в Периодической системе элементов Д.И. Менделеева. Результаты экспериментального исследования комплексных характеристик развития локализованной пластической деформации, проведенного для девятнадцати металлов, принадлежащих к 3-6-му периодам Периодической системы, показали, что

Комплексные характеристики пластичности (параметры пластичности) металлов коррелируют с номерами периодов и групп в Периодической системе элементов для деформируемых металлических материалов.

Параметр пластичности металлов может быть непосредственно выражен через решеточные характеристики соответствующих металлов, что позволяет прогнозировать их механические свойства.

Литература

1. Зуев Л.Б. Автоволновая пластичность. Локализация и коллективные моды. М.: Физматлит, 2018. 207 с.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23.
DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.80

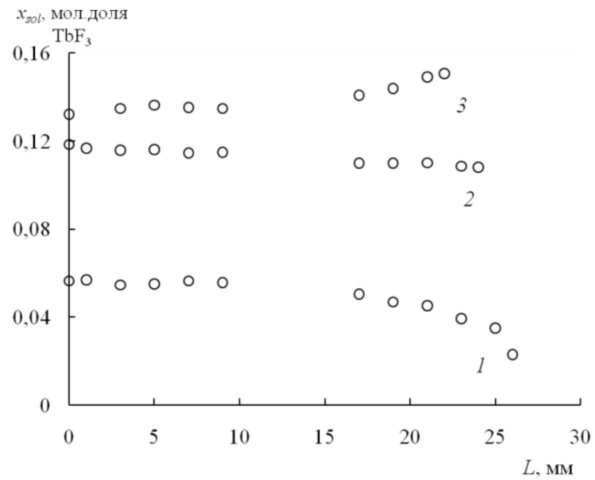
РАСПРЕДЕЛЕНИЕ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ КАТИОНОВ ПО ДЛИНЕ МОНОКРИСТАЛЛОВ $Sr_{1-x}Tb_xF_{2+x}$ (ТИП CaF_2) ПРИ НАПРАВЛЕННОЙ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ ИЗ РАСПЛАВА

Ивановская Н.А., Каримов Д.Н., Сорокин Н.И.

ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН, Москва, Россия
E-mail: knopa001@mail.ru

Монокристаллы твердых растворов $M_{1-x}R_xF_{2+x}$ ($x > 0.01$, M = ЩЗЭ, R = РЗЭ) со структурой флюорита (CaF_2) используются как модельные кристаллы для изучения сильного структурного разупорядочения и для исследования их свойств, в качестве функциональных фторидных материалов для ионики твердого тела и конструкционной оптики. Нахождение реального (зависящего от условий роста) распределения компонента RF_3 в монокристаллах $M_{1-x}R_xF_{2+x}$ с $x > 0.01$ и сопоставление его с теоретическим распределением является актуальной задачей.

В продолжение [1, 2] методом срезов с использованием денситометрических и рентгенографических измерений изучено распределение катионов Tb^{3+} по длине монокристаллов $Sr_{1-x}Tb_xF_{2+x}$, обладающих конгруэнтным ($x = 0.12$) и инконгруэнтным (x = 0.05 и 0.15) плавлением. Монокристаллы выращены из расплава методом направленной кристаллизации Бриджмена в графитовых тиглях во фторирующей атмосфере (Т.М. Туркина, ИК РАН). На рисунке показаны концентрационные профили распределения примеси в монокристаллах $Sr_{1-x}Tb_xF_{2+x}$.



Распределение Tb^{3+} по длине монокристаллов $Sr_{1-x}Tb_xF_{2+x}$: *1* – x=0.05, *2* – x=0.12 и *3* – x=0.15.

В рамках модели Пфанна [3] рассчитаны эффективные коэффициенты распределения примеси в выращенных твердых растворах $Sr_{1-x}Tb_xF_{2+x}$. Установлены участки монокристаллов $Sr_{1-x}Tb_xF_{2+x}$, в которых их состав практически совпадает с составом исходного расплава. Образцы с известной концентрацией примесного компонента, вырезанные из этих участков, могут быть использованы в прецизионных исследованиях концентрационных зависимостей их свойств.

[1] *Туркина Т.М.* // Дис…канд. физ.-мат. наук. М.: ИК РАН. 1990. 160 с.
[2] *Кривандина Е.А., Жмурова З.И. и др.* //Кристаллография. 1996. Т. 41. № 5. С. 958-959.
[3] *Пфанн В.* Зонная плавка. М.: Мир. 1970. 367 с.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН.

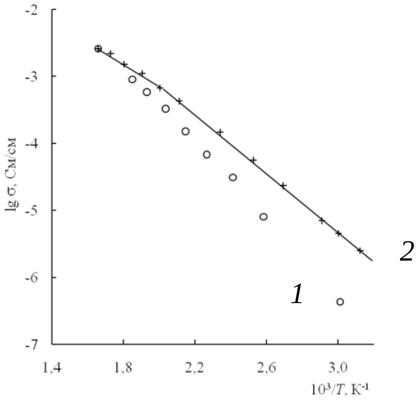
DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.81

ИОННАЯ ПРОВОДИМОСТЬ МИКРО-И НАНОКЕРАМИКИ ХОЛОДНОГО ПРЕССОВАНИЯ ИЗ ПОМОЛА ТВЕРДОГО ЭЛЕКТРОЛИТА $Pr_{0.95}Sr_{0.05}F_{2.95}$

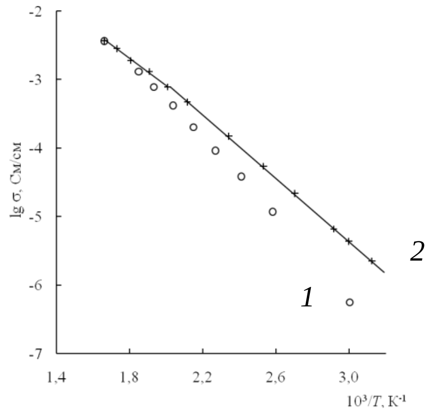
<u>Ивановская Н.А.</u>, Каримов Д.Н., Сорокин Н.И., Соболев Б.П.

ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН, Москва, Россия
E-mail: knopa001@mail.ru

Нестехиометрические фазы $R_{1-y}M_yF_{3-y}$ (R = La–Nd, M = Ca, Sr, Ba) со структурой тисонита (LaF_3) относятся к лучшим фтор-проводящим твердым электролитам (ФТЭЛ). Во фтор-ионных химических источниках тока используется керамическая форма тисонитовых ФТЭЛ. Работа продолжает исследования [1, 2] фтор-ионной проводимости разных технологических форм ФТЭЛ $R_{1-y}M_yF_{3-y}$. Целью работы являлось получение керамик холодного прессования $Pr_{0.95}Sr_{0.05}F_{2.95}$, синтезированного из PrF_3 и SrF_2 в расплаве и измельченного в ступке и шаровой мельнице, сравнение их ионной проводимости и выяснение влияния на их проводимость предварительной термической обработки. Выбор ФТЭЛ $Pr_{0.95}Sr_{0.05}F_{2.95}$ основан на проведенной в [3] оптимизации по $\sigma_{293\ K}$ составов монокристаллов $R_{1-y}M_yF_{3-y}$.



Помол в ступке



Помол в шаровой мельнице (1 ч.)

Помол монокристалла $Pr_{0.95}Sr_{0.05}F_{2.95}$ проводился в ступке (15 мин) и шаровой планетарной мельнице Retch PM-200 (60 и 240 мин) в защитной атмосфере Ar. Соотношение масс шаров к массе вещества 12:1. Керамика холодного прессования получена при комнатной температуре на прессе Carl Zeiss в течение 10 мин при давлении 0.5 ГПа. Плотность керамик составляет ~ 80 % от рентгенографической. Электропроводность σ_{dc} измерялась методом импедансной спектроскопии (прибор Tesla BM-507) в интервале 320–600 K. Кондуктометрические характеристики всех керамик совпадают (рис., *1* и *2* - керамика до и после отжига соответственно). Приготовленные керамики $Pr_{0.95}Sr_{0.05}F_{2.95}$ холодного прессования требуют отжига, в процессе которого уменьшается пористость и достигается повышение проводимости. Экстраполированные значения σ_{dc} при 293 K керамик равны 3×10^{-8} См/см (до нагрева) и 5×10^{-7} См/см (после нагрева).

[1] *Сорокин Н.И., Ивановская Н.А. и др.* // Кристаллография. 2014. Т. 59. № 2. С. 286–289.
[2] *Сорокин Н.И., Соболев Б.П.* // Кристаллография. 2016. Т. 61. № 2. С. 468–474
[3] *Сорокин Н.И., Соболев Б.П. и др.* // Кристаллография. 2015. Т. 60. № 1. С. 123–129.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН.
DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.82

МЕХАНИЗМ, КИНЕТИКА $\alpha \rightleftharpoons \beta$ ПРЕВРАЩЕНИЙ И ВОДОРОДОПРОНИЦАЕМОСТЬ ТВЕРДОГО РАСТВОРА PdCu

Иевлев В.М.

ФГБОУ ВО «Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова»
ФГБУН «Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН»
ФГБОУ ВО «Воронежский государственный университет»
E-mail: rnileme@mail.ru

Представлены результаты исследований методами рентгеновской дифрактометрии, просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения и молекулярной динамики фольги твердого раствора системы Pd-Cu состава, близкого к эквиатомному, полученной методами магнетронного распыления и прокатки.

Дано обоснование состава, обеспечивающего обратимость процессов упорядочения ($\alpha \rightarrow \beta$) и разупорядочения ($\beta \rightarrow \alpha$).

Установлен механизм $\alpha \rightarrow \beta$ превращения и структура межфазной границы, показана неизбежность высокодисперсной зеренной субструктуры упорядоченного раствора.

Установлен эффект быстрой фотонной обработки в процессе рекристаллизации с изменением текстуры, в ускорении в 400 раз процесса $\beta \rightarrow \alpha$ превращения и в создании неравновесного состояния, стабилизирующего α-фазу до температуры 400°C с последующим восстановлением обратимости $\alpha \rightleftharpoons \beta$ превращения во всех последующих циклах. Скорость первого процесса упорядочения в два раза меньше, чем в последующих циклах.

Показано, что в среде водорода температура начала процесса разупорядочения смещается до 750°C.

Методом молекулярной динамики установлено, что процесс диффузии атомов водорода задерживается в границах зерен на время $\sim 10^{-12}$ с, что коррелирует с соотношением водородопроницаемости α и β-фаз с учетом величины энергии активации.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект №19-19-00232).

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.83

КОМПЬЮТЕРНОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ АТОМНЫХ КОМПЛЕКСОВ В ГРАНИЦАХ ЗЕРЕН

Ицкович А.А. *, Менделев М.И.**, Родин А.О.*, Бокштейн Б.С.*

* Национальный исследовательский технологический университет "МИСиС", Москва, Россия

** Лаборатория Эймса. Эймс, ИА, США

alexey84.box@gmail.com

Для молекулярно-динамического моделирования зернограничной самодиффузии (ЗГСД) в Cu использовали потенциал метода погруженного атома (EAM), полученный в [1]. Расчеты проводили для специальной границы зерна (ГЗ) Σ5 (012) [100]. Были рассчитаны среднеквадратичное смещение (MSD) и коэффициенты ЗГД. Результаты находятся в хорошем согласии с экспериментальными результатами [2] и другими результатами компьютерного моделирования [3].

Для описания зернограничной гетеродиффузии (ЗГГД) был предложен следующий метод [4,5]. В модель включили ГЗ, близкие к плоскости симметрии выбранной ГЗ, и искусственно добавляли М-атомы гипотетической примеси. Эти М-атомы полностью идентичны другим атомам Cu, но взаимодействуют с энергией парного взаимодействия Ea. После этого модель отжигали при температуре от 900 до 1200 К. в течение 100 нс.

Показано, что для Ea = 0,0 эВ / атом значения MSD и коэффициенты ЗГГД совпадают со значениями ЗГСД. Для Ea = -0,2 и -0,5 эВ / атом наблюдали уменьшение значений MSD и коэффициентов зггд. Предполагается, что такой эффект связан с двумя причинами: уходом части атомов из границы зерна в объем, где их подвижность пренебрежимо мала по сравнению с атомами, находящимися в плоскости симметрии границы, и образованием комплексов из двух и более атомов, подвижность которых существенно ниже подвижности свободных атомов.

«Свободные» атомы движутся как в чистой Cu. Следовательно, уменьшение коэффициента диффузии связано с уменьшением числа подвижных атомов, но не с их подвижностью.

Список литературы.

[1] M.I.Mendelev, A.H.King. Phil.Mag. 93 (2013) p.1268
[2] S.Divinski, Chr. Herzig. J.Mater. Sci. 43(2008) p.3900
[3] Suzuki, Yu.Mishin. J.Mater.Sci. 40(2005) p.3155
[4] A.A. Itckovich, M.I. Mendelev, A.O. Rodin, B.S. Bokstein. Computer Modeling of Atomic Clusters Formation in Grain Boundaries, Rev. Adv. Mat. Sci. 52 (2017) 1-7.
[5] A.A. Itckovich, M.I. Mendelev, A.O. Rodin, B.S. Bokstein. Effect of Atomic Complexes Formation in Grain Boundaries on Grain Boundary Diffusion", Def. and Dif. Forum 383 (2018) 103-111.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.84

КРИТЕРИИ ОЦЕНКИ ЖАРОСТОЙКОСТИ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ

Калиенко М. С.[1,2], Волков А. В.[1], Ледер М. О.[1],
Желнина А. В.[1], Панфилов П. Е.[2]
[1]ПАО «Корпорация ВСМПО-АВИСМА», г. Верхняя Салда, Россия
[2]Уральский федеральный университет им. первого Президента России Б.Н. Ельцина, г. Екатеринбург, Россия
Kalienko@vsmpo.ru

Титановые сплавы с момента их активного промышленного освоения сразу нашли применение для изготовления узлов и агрегатов с рабочими температурами до 600˚С благодаря их уникальной удельной прочности и коррозионной стойкости. Однако существуют ограничения по температуре, длительности эксплуатации и рабочим нагрузкам. При повышенных температурах титан начинает активно взаимодействовать с кислородом, металл окисляется, образуется газонасыщенный слой. Образовавшийся газонасыщенный слой представляет собой твердый раствор внедрения кислорода в титане, имеет высокую твердость и хрупкость, пониженную пластичность и вязкость. Поэтому оценка стойкости к окислению и исследование поведения механических свойств титановых сплавов в свете тренда повышения рабочих температур турбореактивных двигателей имеет актуальное значение. Для этих целей был проведен длительный изотермический отжиг при максимальных температурах эксплуатации основных жаропрочных титановых сплавов. Методами электронной микроскопии, рентгеноструктурного анализа, измерения твердости и прироста массы проведено исследование окисленных образцов. Для оценки механических свойств испытаны на растяжение при комнатной температуре образцы в исходном состоянии, после отжига в окисленном состоянии и с полированной поверхностью. Получены новые данные о структурных и фазовых превращениях в жаропрочных титановых сплавах и взаимосвязях структурных параметров с механизмами разрушения. Полученные данные можно использовать для оценки кинетики процессов окисления и газонасыщения, прогнозирования изменения механических свойств жаропрочных титановых сплавов в условиях работы приближенных к эксплуатационным.

Результаты проведенной работы могут быть рекомендованы в научно-исследовательской и производственной деятельности предприятий и учреждений, занимающихся производством, разработкой и усовершенствованием газотурбинных двигателей, изделий авиационной и космической отрасли.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.85

МОДЕЛИРОВАНИЕ ЯВЛЕНИЙ ТЕПЛОМАССОПЕРЕНОСА, ОБУСЛОВЛЕННЫХ ВЗАИМОДЕЙСТВИЕМ ЭЛЕКТРОННЫХ ПУЧКОВ С МНОГОСЛОЙНЫМИ ПЛАНАРНЫМИ ПОЛУПРОВОДНИКОВЫМИ СТРУКТУРАМИ

Калманович В.В[1], Серегина Е.В.[2], Степович М.А.[1]
[1]*Калужский государственный университет им. К.Э. Циолковского, Калуга, Россия, v572264@yandex.ru, m.stepovich@rambler.ru*
[2]*Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана (национальный исследовательский университет), Калужский филиал, Калуга, Россия, evfs@yandex.ru*

Рассмотрены некоторые возможности аналитического матричного метода моделирования стационарных явлений тепломассопереноса в многослойных планарных полупроводниковых структурах. В отличие от методов, описанных ранее, такой подход позволяет проводить расчёты для планарных структур с произвольным числом слоёв. В наших работах аналитический матричный метод, предложенный в [1], был применён совместно с аппаратом обобщённых степеней Берса [2, 3], что позволило успешно описать в единой форме процесс тепломассопереноса в многослойных средах с различной геометрией: плоских, осесимметричных или слоёв с центральной симметрией [4, 5, 6].

В настоящей работе описан общий подход к аналитическому решению рассматриваемого класса задач, а некоторые возможности использования такого подхода проиллюстрированы при моделировании двухслойных полупроводниковых структур конечной толщины. Модельные расчёты проведены для электрофизических параметров, характерных для двухслойных структур типа Si-Ge, арсенида галлия и структур CdHgTe-CdTe, широко используемых в полупроводниковой микро- и наноэлектронике.

Исследования проведены при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 19-03-00271), а также РФФИ и правительства Калужской области (проект № 18-41-400001).

1. Carslaw H.S. and Jaeger J.C. Conducion of Heat in Solids. – Oxford: Oxford University Press, 1959. 517 p.
2. Bers L., Gelbart A. On a Class of Function Defined by Partial Differential Equations // Transactions of the American Mathematical Society. 1944. Vol. 56. P. 67-93.
3. Гладышев Ю.А. О последовательности обобщенных степеней Берса с внутренней структурой // Математические заметки. 1994. Том. 55, вып. 3. С. 21-34.
4. Gladyshev Yu.A., Kalmanovich V.V., Stepovich M.A. On the Possibility of Applying the Bers Apparatus to Modeling the Processes of Heat and Mass Transfer Caused by Electrons in a Planar Multilayer Medium // J. of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques, 2017, vol. 11, no. 5. P.1096-1100.
5. В.В. Калманович, М.А. Степович. О совместном применении матричного метода и аппарата обобщенных степеней Берса для математического моделирования процессов тепломассопереноса в полупроводниковых материалах электронной техники // Проблемы разработки перспективных микро- и наноэлектронных систем – 2018. Сборник трудов. – М.: ИППМ РАН, 2018. Вып. III. – С. 194 – 201.
6. Гладышев Ю.А., Калманович В.В., Серегина Е.В., Степович М.А. О возможности совместного применения матричного метода и аппарата обобщенных степеней Берса для математического моделирования процесса теплопереноса в объектах, обладающих цилиндрической симметрией // Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Ядерно-реакторные константы. 2018. № 3. С. 158-167.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.86

Выращивание и некоторые свойства кристалла гидрофосфитгуанилмочевины (GUHP)

А. А. Каминский[1], В. Л. Маноменова[1], Е. Б. Руднева[1], Н. И. Сорокина[1], В. В. Гребенев[1], Н. Н. Козлова[1], А. А. Ангелуц[2], И. А. Ожередов[2,3], П. М. Солянкин[2,3], И. Ю. Денисюк[4], М. И. Фокина[4], Н. А. Зулина[4], А. П. Шкуринов[2,3], А. Э. Волошин[1]

[1]*Институт кристаллографии им. А.В.Шубникова ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия, 79647099102@yandex.ru*

[2]*Физический факультет и Международный лазерный центр МГУ имени М.В.Ломоносова, Москва, Россия*

[3]*Институт проблем лазерных информационных технологий РАН – филиал ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Московская область, Шатура, Россия*

[4] *Университет ИТМО, Санкт-Петербург, Россия*

В настоящее время потребность в материалах с заданными нелинейно-оптическими (НЛО) свойствами привела к интенсивным исследованиям в данной области. Такие материалы могут быть использованы в физических, биологических и медицинских приборах (конфокальная микроскопия, эндоскопические приборы). Поскольку требования для каждого конкретного приложения различны, возникает необходимость разработки новых материалов с необычным сочетанием физических и химических свойств. Весьма перспективными группами кристаллических соединений для НЛО являются водородсвязанные соли органических оснований и неорганических кислот [1]. Новый многообещающий НЛО кристалл гидрофосфитгуанилмочевины $(NH_2)_2CNHCO(NH_2)H_2PO_3$ (GUHP), который принадлежит к пространственной группе симметрии *Cc*, может быть успешно использован для нелинейно-оптического преобразования через генерацию второй и третьей оптических гармоник ИК-лазерного излучения [2-5], преобразования фемтосекундного излучения в терагерцовый диапазон частот. Полуорганический кристалл GUHP обладает высокой механической и лазерной прочностью, по величине порога лазерного разрушения он не уступает кристаллу LBO, а по эффективности нелинейно-оптического преобразования лазерного излучения превосходит широко известный кристалл KDP.

В настоящей работе получена температурная зависимость равновесной концентрации гидрофосфитгуанилмочевины в водных растворах. Исследовано изменение плотности водных растворов GUHP при изменении их концентрации. Полученные результаты позволили вырастить кристаллы GUHP в различных температурных и гидродинамических режимах. Изучено влияние pH растворов на габитус выращенных кристаллов. Выявлено, что при уменьшении кислотности исходного раствора до pH=4,6 ($pH_{исх.}$=3,6) наблюдается относительное снижение скорости роста грани (010). При увеличении кислотности до pH=2,6 изменения соотношения скоростей роста граней кристалла GUHP не наблюдалось.

Уточнена кристаллическая структура и исследованы нелинейные свойства второго порядка выращенных кристаллов. Также были получены спектры поглощения и генерации в видимом и ближнем ИК диапазоне полученных монокристаллических образцов.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 18-29-20104).

1. Matulkova´, I. Neˇmec, I. Cı´sarˇova´, P. Neˇmec, and Z. Micˇka, Inorganicsalts ofbiguanide – Searching for new materials for second harmonicgeneration, J. Mol. Struct. 886(2008), pp. 103–120.
2. Kroupa J. // J. Opt. 2010. V. 12. 045706 (3pp).
3. Kroupa J., Fridrichova M. // J. Opt. 2011. V. 13. 035204 (7pp).
4. Fridrichova M., Kroupa J., Nemec I. et al. // Phase Transitions. 2010. V. 83, №. 10–11, P. 761.
5. Kaminskii A.A., Becker P, Rhee H. et al. // Phys. StatusSolidi. 2013. V. B 250. № 9. P. 1837.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.87

АНИЗОТРОПИЯ МИКРОТВЕРДОСТИ КРИСТАЛЛОВ CeF_3

Каримов Д.Н., Сизова Н.Л., Косова Т.Б., Лисовенко Д.С.*

Федеральный научно-исследовательский центр «Кристаллография и фотоника» Российской академии наук, Москва, Россия, dnkarimov@gmail.com
** ФГБУН Институт проблем механики им. А.Ю. Ишлинского РАН, Москва, Россия, dslisov@yandex.ru*

Кристаллы CeF_3 принадлежат к группе трифторидов редкоземельных элементов RF_3 (R = La, Ce, Pr, Nd) со структурой тисонита (пр. гр. $P\bar{3}c1$). Они находят применение как быстрые сцинтилляторы, электролиты для ионики твердого тела, конструкционные оптические, магнитооптические и лазерные материалы.
В работе впервые изучена анизотропия механических характеристик кристаллов CeF_3, выращенных из расплава методом Бриджмена, проанализированы изменчивость модуля Юнга, модуля сдвига и коэффициента Пуассона, измерена микротвердость кристаллов по Виккерсу H_V основных плоскостей (0001), $(10\bar{1}0)$ и $(11\bar{2}0)$ при комнатной температуре.

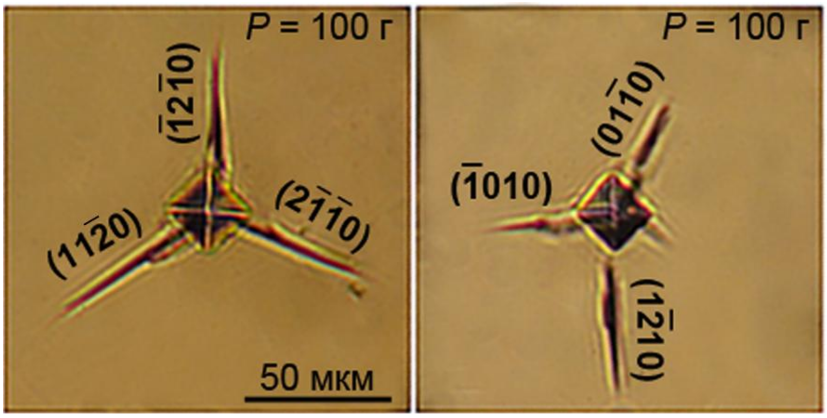


Рис. 1. Картины индентирования базисной плоскости (1000) кристалла CeF_3.
Диагонали индентора ориентированы параллельно направлениям $[\bar{1}010]$ и $[\bar{1}2\bar{1}0]$.

Значения микротвердости H_V кристалла CeF_3 при нагрузке P = 60 г составляют 2.9 и 2.3 ГПа для плоскостей (0001) и $(10\bar{1}0)$ соответственно с коэффициентом анизотропии II-ого рода K_{II} = 1.26. Плоскость (0001) является плоскостью изотропии, где модуль Юнга принимает постоянное значение E = 131 ГПа. В плоскости $(10\bar{1}0)$ $E_{[0001]} = 195$ и $E_{[01\bar{1}0]} = 131$ ГПа. Наличие сильной анизотропии модуля Юнга на плоскости $(10\bar{1}0)$ приводит к искажению формы восстановленного отпечатка на этой плоскости с коэффициентом анизотропии микротвердости I-ого рода K_I = 1.33.

Разрушение кристалла при индентировании происходит только по плоскостям спайности и произвольные трещины отсутствуют. Определены плоскости первичной спайности $\{11\bar{2}0\}$, которые являются плоскостями скольжения, и плоскости вторичной спайности $\{10\bar{1}0\}$, $\{0001\}$ кристалла CeF_3. Найдена корреляция формы восстановленных отпечатков индентора с анизотропией величины модуля Юнга.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.88

СИНТЕЗ ИЗ РАСПЛАВА ЭВТЕКТИЧЕСКОГО КОМПОЗИТА В СИСТЕМЕ NaF – SmF_3 И ИССЛЕДОВАНИЕ ЕГО ЭЛЕКТРОПРОВОДНОСТИ

Каримов Д.Н., Сорокин Н.И., Соболев Б.П.

ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН, Москва, Россия
E-mail: dnkarimov@gmail.com

В продолжении работ по поиску и исследованию свойств эвтектических фторидных композитов [1–4] проведен синтез нового эвтектического композита в системе NaF – SmF_3. Координаты эвтектики в системе: состав 75 NaF+ 25 SmF_3 (±2 мол. %) и температура 725±5 °C. Композит получен сплавлением предварительно фторированных NaF и SmF_3, взятых в соотношении 1:3, в графитовом тигле. Гомогенизация расплава проводилась при 800 °C в течение 3 ч. во фторирующей атмосфере CF_4 с последующим инерционным охлаждением со скоростью ~15 °C/мин.

Рентгенофазовый анализ проводили методом полнопрофильного анализа Ритвельда с использованием программного обеспечения *X'Pert HighScore Plus* (PANanalytical, Нидерланды) на порошковом рентгеновском дифрактометре *RigakuMiniFlex 600* (излучение CuK_{α}). Идентификацию фаз осуществляли с использования базы данных ICDD PDF-2 (2014). Фазовый состав композитного сплава содержит фазу $NaSmF_4$ (тип $NaCaYF_6$ (гагаринита), a = 6.064, c = 3.658 Å) и фазу NaF (тип NaCl, a = 4.780 Å).

Измерения электропроводности σ_{dc} проводили методом импедансной спектроскопии (5–5 × 10^5 Гц, прибор *Tesla BM-507*) в вакууме ~ 10^{-1} Па в интервале температур 723–827 К. Электрофизические измерения выполнены на образце диаметром 9 мм и толщиной 2.7 мм. В качестве электродов использовали графитовую пасту Dag-580. Измерения проведены по стабилизированным температурным точкам, время стабилизации составляло 30 мин.

Объемное сопротивление R_b композита находили из частотных зависимостей комплексного импеданса по пересечению годографа импеданса с осью активных сопротивлений. Относительная погрешность измерений импеданса составляла менее 5%. Статическую объемную электропроводность σ_{dc} рассчитывали по формуле $\sigma_{dc} = h/(R_b \times S)$, где h – толщина образца, S – площадь электрода.

Зависимость $\sigma_{dc}(T)$ композита описывается уравнением типа Аррениуса-Френкеля $\sigma_{dc}T = A\exp(-\Delta H_{\sigma}/kT)$, где предэкспоненциальный множитель электропроводности $A = 8.5 \times 10^4$ СмК/см и энтальпия активации ионного переноса ΔH_{σ} = 0.91±0.05 эВ. Величина σ_{dc} равна 1.1 × 10^{-7} См/см при 500 К (экстраполированное значение) и достигает 3.2 × 10^{-4} См/см при 827 К. Кондуктометрические характеристики изученного композита 75 NaF+25 SmF_3 уступают литий – редкоземельным композитам 82 LiF+18 RF_3 (R = La, Nd) ($\sigma_{500\ K} = 4\times10^{-5}$ См/см [5]) и LiF + RF_3 (R = Gd, Er, Y) ($\sigma_{500\ K} = 2\times10^{-6}$ См/см [5]).

[1] *Медведева Л.В., Сорокин Н.И. и др.* // ЖНХ. 1994. Т. 39. №2. С. 316-318.
[2] *Сорокин Н.И., Соболев Б.П.* // Кристаллография. 1996. Т. 41. №3. С. 518-521.
[3] *Сорокин Н.И., Бучинская И.И. и др.* // Неорган. матер. 2008. Т. 44. №2. С. 234-237.
[4] *Сорокин Н.И., Каримов Д.Н. и др.* // Кристаллография. 2019. Т.64. №3. С. 457-464.
[5] *Trnovcova V. et al.* // Abst. 7 Inter. Conf. on Solid State Ionics. Tokyo. 1989. P.379.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.89

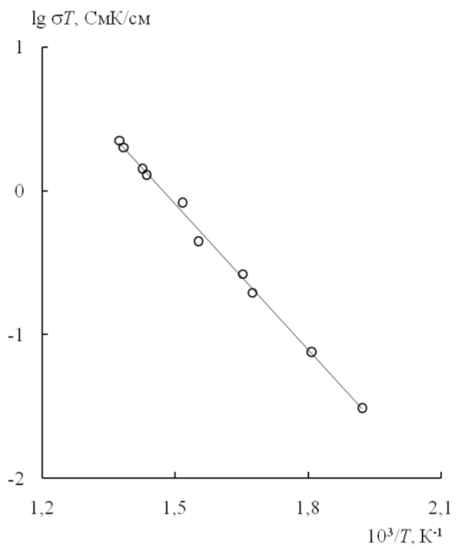
РОСТ КРИСТАЛЛОВ И ИОННАЯ ПРОВОДИМОСТЬ ТВЕРДОГО РАСТВОРА $Sr_{0.7}La_{0.15}Lu_{0.15}F_{2.3}$ (ТИП CaF_2)

Каримов Д.Н., **Сорокин Н.И., Сульянова Е.А., Соболев Б.П.**

ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН, Москва, Россия
E-mail: dnkarimov@gmail.com

В системах $SrF_2 – RF_3$ (R – РЗЭ) образуются протяженные области нестехиометрических фаз $Sr_{1-x}R_xF_{2+x}$ ($0 \le x \le 0.5$) со структурой типа флюорита (CaF_2). Максимальное различие в ионных радиусах редкоземельных катионов La^{3+} (1.216 Å для к. ч. = 9) и Lu^{3+} (1.032 Å) приводит к разному типу дефектной (кластерной) структуры и большой разнице в величине ионной проводимости (σ_{dc}) фаз $Sr_{1-x}La_xF_{2+x}$ и $Sr_{1-x}Lu_xF_{2+x}$ [1]. Флюоритовая фаза в системе $SrF_2 – LaF_3$ обладает наиболее высокой σ_{dc} среди фаз $Sr_{1-x}R_xF_{2+x}$. В [2] изучена эволюция проводимости σ_{dc} у кристаллов трехкомпонентного состава $Sr_{0.8}La_{0.2-x}Lu_xF_{2.2}$ по сравнению с двухкомпонентными $Sr_{0.8}R_{0.2}F_{2.2}$ с R = La, Lu. С ростом содержания LaF_3 значения σ_{dc} кристаллов $Sr_{1-x}La_xF_{2+x}$ существенно возрастают, достигая максимальных значений при x = 0.3–0.5. Кристалл $Sr_{0.7}La_{0.3}F_{2.3}$ обладает конгруэнтным плавлением и характеризуется пространственно однородным распределением примеси в объеме твердого раствора. Поставлена задача получения трехкомпонентного кристалла $Sr_{0.7}La_{0.15}Lu_{0.15}F_{2.3}$ и изучение особенностей его механизма ионной проводимости по сравнению с $Sr_{0.7}La_{0.3}F_{2.3}$.

Кристалл $Sr_{0.7}La_{0.15}Lu_{0.15}F_{2.3}$ выращен из расплава методом Бриджмена во фторирующей атмосфере CF_4. Электропроводность кристалла измеряли методом импедансной спектроскопии в вакууме (~ 1 Па) в интервале температур 520–730 К. Наличие в спектрах импеданса блокирующего эффекта от инертных (Ag) электродов указывает на преимущественный ионный характер электропроводности, обусловленной интенсивной миграцией ионов F^-.



Температурная зависимость σ_{dc} кристалла $Sr_{0.7}La_{0.15}Lu_{0.15}F_{2.3}$ показана на рис. Величина σ_{dc} при 500 К равна 3.5×10^{-5} См/см, энтальпия активации ионного транспорта составляет 0.67 эВ. По сравнению с $Sr_{0.7}La_{0.3}F_{2.3}$ проводимость изученного кристалла уменьшается в 12 раз, а энтальпия ее активации не претерпевает изменений. Уменьшение σ_{dc} связано с тем, что при введении LuF_3 во флюоритовой матрице SrF_2 образуются плохо проводящие области, содержащие октаэдро-кубические кластеры $\{Sr_8Lu_6F_{69}\}$ по сравнению с хорошо проводящими областями с тетраэдрическими кластерами $\{La_4F_{26}\}$, образующимися при введении LaF_3.

[1] *Ivanov-Shits A.K., Sorokin N.I. et al.* // Solid State Ionics. 1989. V. 31. P. 253–268.
[2] *Sorokin N.I., Breiter M.W.* // Solid State Ionics. 1997. V. 104. P. 325–333.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН.
DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.90

ВЫРАЩИВАНИЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ КРИСТАЛЛОВ $Ca_{1-x}Y_xF_{2+x}$ ($0 \le x \le 0.16$) И ИССЛЕДОВАНИЕ ИХ ТВЕРДОСТИ МЕТОДОМ МИКРО- И НАНОИНДЕНТИРОВАНИЯ

<u>Каримов Д.Н.</u>[1], Сульянова Е.А.[1], Шотин С.В.[2], Марычев М.О.[2], Сорокин Н.И.[1], Соболев Б.П.[1]

[1] ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН, Москва
[2] Нижегородский государственный университет, Нижний Новгород
E-mail: dnkarimov@gmail.com

Кристаллы твердого раствора $Ca_{1-x}Y_xF_{2+x}$ (пр. гр. $Fm\bar{3}m$) принадлежат к новому классу наноструктурированных фторидных материалов и являются перспективными оптическими материалами для широкого спектрального диапазона [1]. Механофизические свойства кристаллов $Ca_{1-x}Y_xF_{2+x}$, связанные с их атомной и реальной структурой, относятся к важнейшим характеристикам этих материалов.

В работе изучено влияние гетеровалентного изоморфизма на твердость кристаллов $Ca_{1-x}Y_xF_{2+x}$ ($0 \le x \le 0.16$) “*as grown*”, полученных из расплава методом Бриджмена во фторирирующей атмосфере [2]. Кубическая структура кристаллов подтверждена рентгенофазовым анализом. Измерения твердости кристаллов проведены на микротвердометре Duramin-5 с индентором Виккерса при нагрузке P = 1Н и нанотвердометре непрерывного вдавливания Nano Indentor G200 при P = 2×10^{-3}– 1.6 Н.

По мере увеличения содержания компонента YF_3 (x) наблюдается монотонное возрастание микро- (H_{micro}) и нанотвердости (H_{nano}) изучаемых кристаллов. Для кристалла состава $Ca_{0.84}Y_{0.16}F_{2.16}$ значения $H_{micro} = 3.70 \pm 0.06$ ГПа и $H_{nano} = 5.20 \pm 0.16$ ГПа превышают механофизические характеристики матрицы CaF_2 более чем в два раза. При изменении состава твердого раствора в диапазоне $0 \le x \le 0.16$ обнаружено:

1) трещинностойкость кристаллов уменьшается от 0.45 до 0.30 МПа×м$^{1/2}$,
2) хрупкость возрастает от 3.6×10^3 до 12.3×10^3 м$^{-1/2}$,
3) практически отсутствует изменение модуля Юнга $E = 138 \pm 2$ ГПа,
4) в углах отпечатка преобладают радиальные трещины длиной 44–52 мкм (при микроиндентировании).

Эффект значительного возрастания твердости кристаллов твердого раствора $Ca_{1-x}Y_xF_{2+x}$ объясняется “композитным” характером их атомного строения. При образовании кристаллов $Ca_{1-x}Y_xF_{2+x}$ в их структуре возникают октаэдро-кубические кластеры точечных дефектов $\{Ca_8Y_6F_{68-69}\}$ [3], замещающие матричные фрагменты $\{Ca_{14}F_{64}\}$ (блочный тип изоморфизма), которые приводят к увеличению их твердости по сравнению с матрицей CaF_2.

[1] *Соболев Б.П., Голубев А.М., Эрреро П.* // Кристаллография. 2003. Т. 48. № 1. С. 148–169
[2] *Каримов Д.Н., Кривандина Е.А. и др.* // Кристаллография. 2006. Т. 51. № 6. С. 1075–1081
[3] *Губаль Н.А., Сульянова Е.А. и др.* // Тез. докл. РСНЭ-НБИК. 14-18 ноября. 2011. Москва. С. 295.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН.
DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.91

НЕЙТРОННО-ДИФРАКЦИОННОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОСТРАНСТВЕННОГО РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ОСТАТОЧНЫХ НАПРЯЖЕНИЙ В СТАЛЬНЫХ ПРЯМОУГОЛЬНЫХ ПРИЗМАХ, ИЗГОТОВЛЕННЫХ МЕТОДОМ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО СПЛАВЛЕНИЯ (SLM).

Карпов И.Д., Рылов С.А., Эм В.Т.

НИЦ «Курчатовский институт», Москва, Россия, karpov_id@nrcki.ru

Остаточные напряжения в металлических изделиях часто возникают ещё на этапе производства. Дальнейшее накопление внутренних напряжений, происходящее в процессе эксплуатации детали, может приводить к её преждевременному выходу из строя. В то же время, целенаправленное внесение внутренних напряжений может положительно влиять на эксплуатационные характеристики изделия повышая поверхностную прочность, коррозионную стойкость и т.д. Таким образом, информация о пространственном распределении остаточных напряжений в металлических образцах является необходимой для правильной организации производственных процессов и постпроизводственной обработки, проверки и оптимизации расчётных моделей внутренних напряжений.

Аддитивные технологии производства, в отличии от традиционных технологий металлообработки, за один этап позволяют получать образцы, требующие минимальной финальной доработки. Однако, для изделий, произведённым по аддитивным технологиям, характерной особенностью является наличие существенных остаточных напряжений. В некоторых случаях внутренние напряжения могут быть настолько велики, что возможен отрыв заготовки от подложки в процессе изготовления.

Для исследования распределения остаточных напряжений в деталях, изготовленных методом селективного лазерного сплавления (SLM), в ФГУП «ВИАМ» были изготовлены два тестовых образца в виде прямоугольных призм с квадратным основанием 20x20 (мм) и высотой 70 мм из стали марки AISI 316L. Внешне идентичные образцы отличались направлением выращивания: рост одной из призм происходил от нижнего основания к верхнему, другой – от боковой грани к противоположной боковой грани.

Работы по исследованию внутренних деформаций/напряжений проводились на нейтронном дифрактометре СТРЕСС, установленном на исследовательском реакторе ИР-8, НИЦ «Курчатовский институт». Размеры пробного объёма, от которого наблюдалась дифракция нейтронов, составляли 1.5x1.5x2.0 (мм). Для каждой экспериментальной точки измерялись три взаимно перпендикулярные компоненты тензора деформации – продольная, нормальная и поперечная, ориентированные вдоль главных направлений в образце. На основе экспериментальных данных были получены карты пространственных распределений остаточных напряжений в ортогональных сечениях призм вблизи основания, на высоте 17 и 35 мм. Также были измерены внутренние напряжения вдоль трёх «вертикальных» линий, параллельных боковым граням призм, первая из которых проходила через центр образца, вторая находилась вблизи середины боковой грани, а третья, в одном из образцов – вблизи середины противоположной боковой грани, а в другом – вблизи бокового ребра призмы.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.92

ФУНДАМЕНТАЛЬНЫЕ ПАРАМЕТРЫ $Gd_3Al_2Ga_3O_{12}$:Ce

Касимова В.М.[1,2], Козлова Н.С.[1], Бузанов О.А.[3], Забелина Е.В.[1], Козлова А.П.[1]
[1]*Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия*
[2]*Федеральный научно-исследовательский центр «Кристаллография и фотоника» Российской академии наук, Москва, Россия*
[3]*ОАО «Фомос-Материас», Москва, Россия*
kasimovavalya@mail.ru

Функциональный смешанный кристалл на основе сложных оксидов $Gd_3Al_2Ga_3O_{12}$:Ce (GAGG:Ce) выступает в качестве перспективного материала для преобразования высокоэнергетических частиц в фотоны видимого диапазона излучения для применения в физике высоких энергий, медицине, безопасности и др. Сцинтиллятор обладает рядом уникальных свойств: негигроскопичность, химическая стабильность, высокая плотность (6,63 г/см^3), высокий световыход (40 – 60) × 10^3 фотон/МэВ, прозрачность к собственному излучению, высокая радиационная стойкость [1, 2].

Тем не менее, проведенный анализ литературных источников показал, что наибольшее внимание уделяется исследованию сцинтилляционных свойств, в то время как работы по исследованию оптических свойств $Gd_3Al_2Ga_3O_{12}$:Ce практически отсутствуют и ограничиваются в основном спектрами пропускания/поглощения [3]. Работ, представляющих исследования механических свойств и электрофизических параметров, не обнаружено вовсе. В настоящее время существует единственная работа, содержащая значение твердости по Моосу для $Gd_3Al_2Ga_3O_{12}$:Ce [4]. В связи с этим целью данной работы является исследование оптических, механических и электрофизических параметров сцинтилляционного кристалла $Gd_3Al_2Ga_3O_{12}$:Ce

В работе исследовались кристаллы GAGG:Ce, выращенные методом Чохральского в компании ОАО «Фомос-Материалс». Спектрофотометрическими методами на спектрофотометре Cary-5000 с универсальной измерительной приставкой UMA исследованы оптические параметры: коэффициенты пропускания и отражения, показатели поглощения и преломления. Показатели преломления оценены с использованием уникальных спектрофотометрических методов измерений: метода Брюстера и метода отражения при малом угле падения света.

Измерения температурных зависимостей электропроводности и токовой термоактивационной спектроскопии осуществлено на установке для измерения электрофизических параметров с использованием электрометра Keithley.

Микротвердость измерена с использованием микротвердомеров Aaffri и Tukon 2100 методами Виккерса и Кнупа.

В данной работе приводятся результаты таких исследований.

1. Physical and Scintillation Properties // Furukawa Co. – URL: http://furukawa-denshi.co.jp/cgi-bin/pdfdata/20140428162950.pdf (дата обращения: 20.06.2019).
2. Irradiation studies of a multi-doped Gd3Al2Ga3O12 scintillator/ V. Alenkov, O. Buzanov, G.Dosovitskiy e.a. // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment. – 2019. – Vol. 916. – P. 226-229.
3. Effect of codoping on scintillation and optical properties of a Ce-doped $Gd_3Ga_3Al_2O_{12}$ scintillator/ M.Tyagi, F.Meng, M.Koschan e.a.// Journal of Physics D: Applied Physics. –2013. – Vol. 46. – № 47. – P. 475302.
4. Parametric study on the production of the GAGG: Ce and LSO: Ce multicomponent oxide scintillator materials through use of a planetary ball mill / K.A. McDonald, M.R. McDonald, M.N. Bailey e.a. // Dalton Transactions. – 2018. – Vol. 47. – №. 37. – P. 13190-13203.
DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.93

РАЗРАБОТКА СИСТЕМЫ ОБЕСПЕЧЕНИЯ КАЧЕСТВА ИСПЫТАНИЙ МАТЕРИАЛОВ ЭЛЕКТРОННОЙ ТЕХНИКИ

Касимова В.М.[1,2], Козлова Н.С.[1], Гореева Ж.А.[1], Быкова М.Б.[1]

[1]*Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия*

[2]*Федеральный научно-исследовательский центр «Кристаллография и фотоника» Российской академии наук, Москва, Россия*

kasimovavalya@mail.ru

Повышение качества продукции в современных условиях является одной из ключевых экономических и политических задач, так как именно качество является залогом успеха и основным условием, предопределяющим увеличение объема продукции, поставляемой на национальные и международные рынки.

Среди мероприятий, обеспечивающих качество монокристаллических материалов для приборов и устройств радиоэлектроники, электронной техники, квантовой и оптоэлектроники, одним из важнейших является совершенствование методологии и практики контроля и оценки их важнейших, для соответствующего применения, характеристик. Все виды оценки и контроля основаны на измерении параметров материалов, а достоверность контроля, метрологические характеристики методов и средств измерения определяют эффективность контроля и, в конечном счете, качество материалов.

Однако, существуют большие сложности с метрологическим обеспечением измерений для оценки качества монокристаллических материалов. Практически не существует аккредитованных испытательных лабораторий, проводящих испытания указанной продукции. Методики измерения важнейших параметров монокристаллов и заготовок из них в большинстве не аттестованы. В данной области измерений существует дефицит промышленно производимых стандартных образцов. Все это создает проблемы с проведением достоверных измерений и сертификации кристаллических элементов.

В связи с этим разработка системы обеспечения качества испытаний и контроля параметров оптических монокристаллических материалов и изделий из них, является весьма актуальной задачей.

Для решения указанной задачи в испытательной лаборатории «Монокристаллы и заготовки на их основе» НИТУ «МИСиС» разработан и внедрен комплекс мероприятий по обеспечению качества процесса проведения испытаний монокристаллических материалов, включающий экспериментальное, нормативно-методическое и метрологическое обеспечение испытаний, а также систему менеджмента качества испытательной лаборатории (компетентность в проведении работ по испытаниям указанных объектов подтверждена международной аккредитацией в ААЦ «Аналитика», аттестат № AAC.A.00038).

Достижение поставленной цели имеет существенное значение для развития отечественной микроэлектроники, так как позволяет удовлетворить потребности производителей оптических монокристаллов, а также научно-исследовательских институтов и центров, занимающихся их производством и изучением, в получении достоверной информации о параметрах и характеристиках оптических монокристаллических материалов и изделий из них, что в свою очередь позволяет принимать обоснованные решения по совершенствованию технологии их получения, производства и, в конечном итоге, способствует повышению качества указанной продукции и эффективности ее применения.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.94

ПОЛУЧЕНИЕ И ОПТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КРИСТАЛЛОВ $TlGa_{1-x}Tm_xS_2$

Керимова Е.М., Гасанов Н.З., Гусейнова К.М.
Институт Физики НАН Азербайджана, Баку
e-mail: ekerimova@physics.science.az

Синтезированы полупроводниковые соединения $TlGa_{1-x}Tm_xS_2$ (x=0; 0,001; 0,005; 0,01; 0,02) и методом Бриджмена выращены их монокристаллы. Рентгенофазовый анализ показал, что для всех изученных составов $TlGa_{1-x}Tm_xS_2$ кристаллическая структура оказалась аналогичной структуре $TlGaS_2$, т.е. моноклинной (симметрия C2/c). Ввиду малой концентрации тулия параметры моноклинной решетки практически совпадают с таковыми у $TlGaS_2$ (a=10,299Å; b=10,284Å; c=15,175Å; β=99,603°; z=16; d=5,670г/см^3).

Для изучения спектров оптического пропускания твердых растворов $TlGa_{1-x}Tm_xS_2$ их образцы скалывались от монокристаллического слитка и имели форму тонких пластинок с толщиной от 20 до 140мкм. Свет направлялся на образцы параллельно кристаллографической оси **c**. Исследования спектров оптического пропускания проводились при помощи установки на основе монохроматора МДР-23 и криостата «УТРЕКС» с автоматической стабилизацией температуры. Приемником излучения служил ФЭУ-100. Разрешение установки составило 2Å.

В результате проведенных экспериментов установлено, что в структуре края поглощения монокристаллов твердых растворов $TlGa_{1-x}Tm_xS_2$ (x = 0,001; 0,005; 0,01 и 0,02) при низких температурах не удается обнаружить наблюдаемую в соединении $TlGaS_2$ полосу поглощения, связанную с образованием экситона вблизи прямого края.

Энергетическое положение края поглощения в твердых растворах $TlGa_{1-x}Tm_xS_2$ зависит от концентрации тулия. Тройное соединение $TlGaS_2$ является материалом с прямым межзонным переходом, поэтому ширину запрещенной зоны E_g для кристаллов твердых растворов $TlGa_{1-x}Tm_xS_2$ с небольшой концентрацией тулия определяли экстраполяцией прямолинейного участка зависимости $(\alpha h\nu)^2$ от энергии фотона $h\nu$ до пересечения с осью абсцисс (α - коэффициент поглощения). Указанные зависимости имеют ярко выраженные прямолинейные участки, что (как и рентгеновские данные) свидетельствует о равновесности выращенных кристаллов. Проведенный анализ спектров пропускания позволил проследить температурную зависимость ширины запрещенной зоны твердых растворов $TlGa_{1-x}Tm_xS_2$ в интервале температур от 160 до 300К.

Для всех указанных составов наблюдается положительный знак температурного коэффициента ширины запрещенной зоны. К примеру, при температуре 160К значение ширины запрещенной зоны твердого раствора $TlGa_{0,98}Tm_{0,02}S_2$ на 34мэВ меньше, чем при комнатной температуре.

По мере увеличения концентрации тулия в твердых растворах происходит низкоэнергетическое смещение края оптического пропускания. При этом немного уменьшается средний температурный коэффициент ширины запрещенной зоны — (с $2,9\cdot10^{-4}$ эВ/К для $TlGaS_2$ до $2,4\cdot10^{-4}$эВ/К для $TlGa_{0,98}Tm_{0,02}S_2$) в интервале температур 160-300К.

Получена концентрационная зависимость ширины запрещенной зоны твердых растворов $TlGa_{1-x}Tm_xS_2$. Изменение E_g с составом x при температуре 300К имеет вид, близкий к линейному.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.95

ПРОЧНОСТЬ КОМПОЗИТНЫХ ВОЛОКОН, СОДЕРЖАЩИХ ОКСИД АЛЮМИНИЯ И ГЕКСААЛЮМИНАТ ЛАНТАНА

Кийко В.М.

Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Россия, kiiko@issp.ac.ru

В работе представлены результаты испытаний [1] оксидных композитных волокон (рис. 1), полученных методом внутренней кристаллизации [2] и разработанных для армирования хрупких матриц. В структуре волокон оксид алюминия обеспечивает необходимую прочность, а гексаалюминат лантана – торможение трещин.

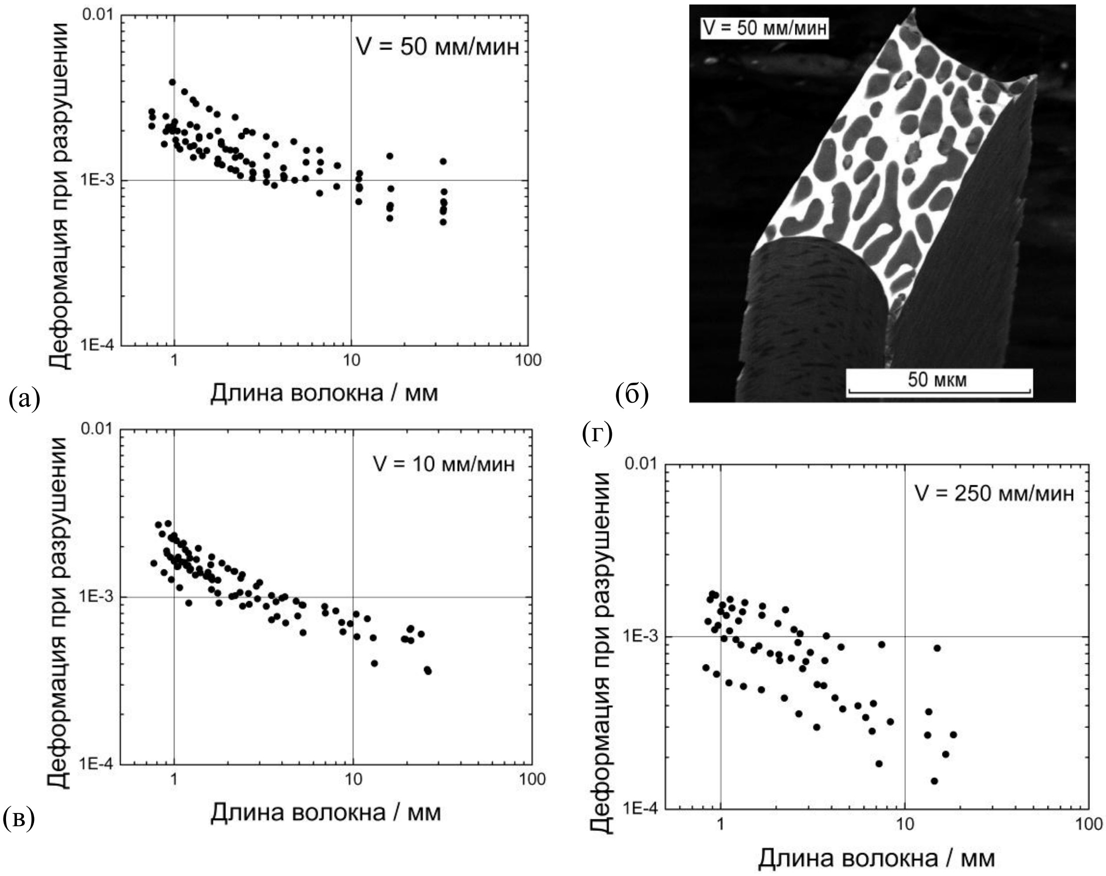


Рис. 1. Зависимости деформации при разрушении от длины волокон, полученных при различных режимах кристаллизации расплава материала волокон (а, в, г), V – скорость вытягивания волокон в холодную зону при кристаллизации расплава; (б) – участок поверхности одного из волокон после испытаний: светлого – содержит гексаалюминат лантана, темного цвета – оксид алюминия.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 17-03-01136 а).

1. Kiiko V.M., Mileiko S.T. Evaluation of room temperature strength of oxide fibres produced by the internal crystallization method. Compos Sci. Technol, 1999, 59(13), pp. 1977–1981.
2. Милейко С.Т., Казьмин В.И. Получение композитов методом внутренней кристаллизации. Механика композитных материалов, 1991, 5, с. 898–908.

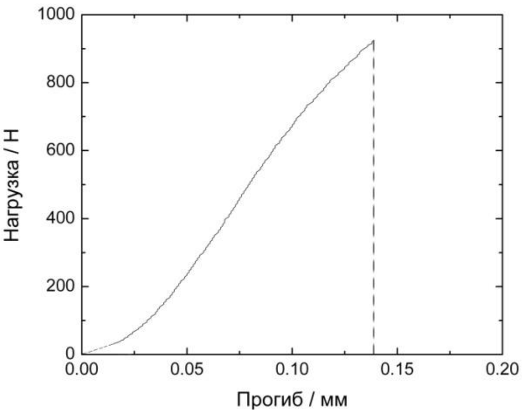
DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.96

ТРЕЩИНОСТОЙКОСТЬ И ПРОЧНОСТЬ КОМПОЗИТА С МОЛИБДЕНОВОЙ МАТРИЦЕЙ И ВОЛОКНАМИ НА ОСНОВЕ Al_2O_3-$LaAl_{11}O_{18}$

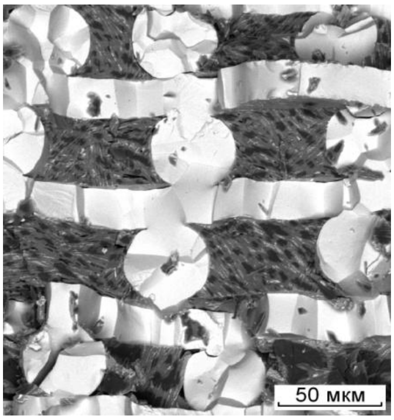
Кийко В.М.

Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Россия, kiiko@issp.ac.ru

Представлены результаты испытаний полумодельного композитного материала с хрупкой матрицей, нацеленного на разработку жаропрочных нехрупких волокнистых композитов, получаемых из хрупких компонентов. Композит изготавливался методом внутренней кристаллизации [1], вкратце состоящем в том, что изготавливается молибденовый каркас с однонаправленными каналами, заполняемыми расплавом смеси оксидов с последующей кристаллизацией расплава в каналах. В результате технологической процедуры происходит рекристаллизация и охрупчивание молибдена и формируется композитная структура с хрупкой молибденовой матрицей и оксидными волокнами, в данном случае получаемыми из исходной смеси оксидов алюминия и лантана. Сапфир Al_2O_3 обеспечивает прочность, а гексаалюминат лантана $LaAl_{11}O_{18}$ – трещиностойкость композита благодаря особенностям слоистой структуры последнего.



(а)



(б)

Рис. 1. Зависимость нагрузка – прогиб композитного образца при испытаниях на трещиностойкость при трехточечном изгибе при комнатной температуре (а); (б) – участок поверхности разрушения образца: белого цвета – молибденовая матрица, а компоненты волокон – серого – гексаалюминат лантана и черного – сапфир.

Деформационнная кривая (рис. 1а) и поверхность разрушения одного из композитных образцов (рис. 1б) имеют вид, характерный для нехрупкого материала. В результате испытаний материала данного образца получены значения: критического коэффициента интенсивности напряжений 20 МПа·м$^{1/2}$, эффективной поверхностной энергии $15 \cdot 10^3$ Дж/м^2, прочности гладкого образца 910 МПа, образца с надрезом 370 МПа.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 17-03-01136 а).

1. Mileiko S.T., Kazmin V.I. Crystallization of fibres inside a matrix: a new way of fabrication of composites. J. Mater. Sci., 1992, 27, pp. 2165–2172.

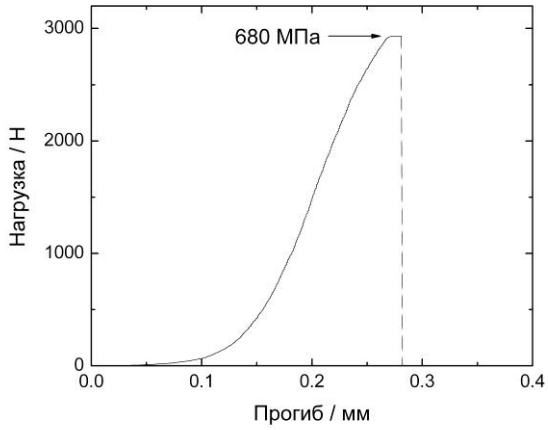
DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.97

ПРОЧНОСТЬ И СТРУКТУРА КОМПОЗИТА СО СЛОИСТОЙ МАТРИЦЕЙ НА ОСНОВЕ НИОБИЯ, АРМИРОВАННОЙ ВОЛОКНАМИ САПФИРА

Кийко В.М., Коржов В.П., Курлов В.Н.

Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Россия, kiiko@issp.ac.ru

Композиты изготавливались горячим прессованием в вакууме пакета ниобиевых и алюминиевых фольг, содержащего также порошок ниобия и однонаправленные сапфировые волокна. Процедура изготовления подобна описанной в работе [1]. Изготовление волокон выполнялось по модифицированному методу Степанова, представленного в работе [2]. После изготовления на основе результатов испытаний композитные образцы могли подвергаться дополнительной термоообработке с целью дальнейшего формирования структуры и улучшения механических свойств.



(а)

(б)

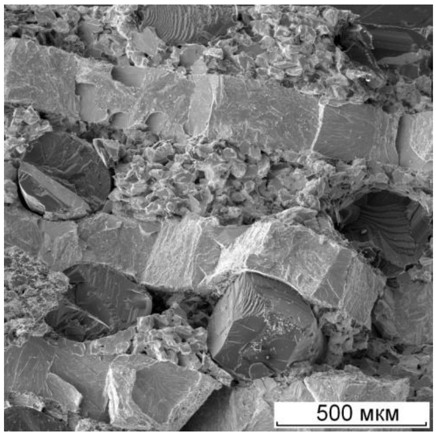


Рис. 1. Зависимость нагрузка – прогиб композитного образца при испытаниях на трехточечный изгиб при комнатной температуре (а), в поле графика указана прочность образца; (б) – участок поверхности разрушения образца после испытаний, объекты круглой формы – изломы сапфировых волокон.

На рис. 1а показана зависимость нагрузка – прогиб композитного образца с итоговой структурой. Поскольку материал образца содержит хрупкие компоненты (волокна сапфира, интерметаллиды Nb-Al матрицы), одна из задач разработки композита – обеспечение его нехрупкого поведения. Показанная деформационнная зависимость (рис. 1а) имеет вид, характерный для нехрупкого материала. А развитая поверхность разрушения (рис. 1б) с наблюдаемыми выдергиваниями волокон из матрицы, расслоениями по границам раздела компонентов, рельефностью структуры матрицы подтверждает это.

1. Коржов В.П., Кийко В.М. Жаропрочные композиты из тугоплавких металлов и сплавов, изготовленные твердофазным методом: структура и механические свойства. Актуальные проблемы прочности, т. 1, Национальная академия наук Беларуси, Витебский государственный технологический университет, Витебск, 2018, с. 344-372.
2. Kurlov V.N., Stryukov D.O., Shikunova I.A. Growth of sapphire and oxide eutectic fibers by the EFG technique. Journal of Physics: Conference Series 673, 2016, 012017.
DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.98

ВЛИЯНИЕ ПАРАМЕТРОВ ОСАЖДЕНИЯ НА СТРУКТУРУ И ОПТИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОКРЫТИЙ ZrB(N)

Ф.В. Кирюханцев-Корнеев, Ж. Аманкелдина, А.П. Козлова, Н.С. Козлова, Е.А. Левашов

Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», 119049, г. Москва, Россия, kiruhancev-korneev@yandex.ru

Покрытия на основе диборида циркония представляют значительный интерес для использования их в качестве защитных для повышения срока службы и рабочих характеристик оптических компонентов авиационной и космической техники, а также перспективны для микроэлектроники благодаря своим высоким механическим свойствам, износо- и жаростойкости, диффузионно-барьерным свойствам и оптическим характеристикам. Работа посвящена установлению взаимосвязей между параметрами осаждения, структурой и физическими свойствами покрытий ZrB(N).

Для осаждения покрытий применялся метод магнетронного распыления. Распыляемые мишени ZrB_2 были изготовлены путём самораспространяющегося высокотемпературного синтеза. В качестве модельных подложек использовались поликристаллический оксида алюминия, кварц, стекло, монокристаллический кремний. Осаждение проводилось при варьировании следующих параметров: общего давления, парциального давления N_2, напряжения смещения, времени нанесения, электрической мощности. Структура, химический и фазовый состав покрытий были изучены с помощью сканирующей электронной микроскопии, рентгенофазового анализа, энергодисперсионного анализа, просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения, спектроскопии комбинационного рассеяния света, инфракрасной спектроскопии, а также оптической эмиссионной спектроскопии тлеющего разряда. С помощью метода наноиндентирования были определены твердость, модуль упругости, индекс пластичности, сопротивление пластической деформации и упругое восстановление покрытий. С помощью спектрофотометрии были определены коэффициенты отражения и пропускания, а также показатели преломления покрытий различного химического состава, нанесённых на кварц.

Полученные результаты показывают, что наиболее важным параметром магнетронного напыления является парциальное давление азота. С ростом содержания азота в покрытиях происходит повышение оптического коэффициента пропускания с 0 до 90%. Остальные параметры оказывают небольшое влияния да данную характеристику, изменяя её значение в пределах, не превышающих 5%. Основной структурной составляющей покрытий с низким содержанием азота является гексагональная фаза ZrB_2 с размером зерна 8 нм. В результате легирования азотом размер кристаллитов уменьшается до 2 нм, а введение высоких концентраций N приводит к полной аморфизации структуры. Максимальная твердость ~37 ГПа зафиксирована для покрытия ZrB_2, введение N приводило к её снижению до 18 ГПа. Несмотря на сравнительно невысокие механические свойства, азотсодержащие покрытия демонстрировали более высокую износостойкость, трещиностойкость, а также стойкость к ударно-динамическим нагрузкам, по сравнению с покрытиями, осаждёнными в аргоне. Они также обладали высокими оптическими свойствами в диапазоне длин волн 400-1100 нм, коэффициент преломления составлял 2-2.7.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 19-08-00187.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.99

ЖАРОСТОЙКИЕ ПОКРЫТИЯ Mo-(Hf,Zr)-Si-B

Ф.В. Кирюханцев-Корнеев, Д.А. Сидоренко
Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»
Москва, Россия

Известно, что введение легирующих элементов, таких как Hf и Zr, в объёмные материалы системы Mo-Si-B, разрабатываемые для различных высокотемпературных узлов авиационной и космической техники, приводит к заметному повышению механических свойств и предельных рабочих температур. Однако применительно к модифицированным поверхностным слоям и покрытиям данный подход не изучен. Целью данной работы является исследование влияния добавок Hf и Zr на структуру и свойства покрытий Mo-Si-B, полученных с помощью магнетронного распыления композиционных мишеней.

Мишени-катоды MoHfSiB и MoZrSiB с содержанием кремния около 50 ат. % подвергались магнетронному распылению при напряжении 500 В и токе 2А. В качестве модельных подложек использовались пластины Al_2O_3, а также для ряда экспериментов - Mo, сплавы Ni-Cr и WC-Co, подложки Si и УУКМ. Для исследования жаростойкости, термической стабильности и стойкости к диффузии элементов из подложки, были проведены изотермические отжиги полученных покрытий на воздухе, в инертной атмосфере и в вакууме. Структура покрытий исследовалась с использованием методов растровой электронной микроскопии, энергодисперсионного анализа, рентгенофазового анализа, спектроскопии комбинационного рассеяния и оптической эмиссионной спектроскопии тлеющего разряда. Механические свойства были измерены с помощью наноиндентирования. Были проведены высокотемпературные трибологические испытания и эксперименты по термоциклированию.

Полученные результаты показали, что покрытия обладают плотной малодефектной структурой. Содержание примесей составляет 1.6-2.8 at% O, 0.5-0.8 at % C. Толщина покрытий при времени осаждения 40 мин находится на уровне 15 мкм. Основу всех изученных покрытий составляет фаза h-$MoSi_2$, средний размер кристаллитов которой понижается на 5-10 нм при введении легирующих элементов. Также обнаружено формирование аморфных прослоек переменного состава. Твёрдость покрытий составляет от 23 до 30 ГПа, упругое восстановление достигает 60-70 %. Предельные температуры, при которых покрытия успешно сопротивляются окислению, составляют около 1500^0C. Установлено что слой SiO_2, формирующийся на поверхности покрытий в процессе выдержки на воздухе обуславливает высокую жаростойкость покрытий. Введение легирующих элементов положительно сказалось на подавлении эффекта «силицидной чумы», наблюдающегося для покрытий на основе дисилицида молибдена при температурах $500\text{-}700^0$C. Проведены дополнительные эксперименты по осаждению и тестированию покрытий с повышенным содержанием кремния.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (проект 19-19-00117).

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.100

ИССЛЕДОВАНИЕ МОРФОЛОГИИ СТАБИЛЬНЫХ ИНДУЦИРОВАННЫХ ДОМЕНОВ В ОБЛАСТИ ЗАРЯЖЕННОЙ МЕЖДОМЕННОЙ ГРАНИЦЫ В НИОБАТЕ ЛИТИЯ С ПОМОЩЬЮ ЗОНДОВОЙ МИКРОСКОПИИ

Кислюк А. М., Ильина Т. С., Кубасов И. В., Киселев Д. А., Темиров А. А., Турутин А.В., Малинкович М.Д., Пархоменко Ю.Н.

Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия, akislyuk94@gmail.com

В работе исследовано влияние заряженной междоменной границы на формирование индуцированных доменных структур в конгруэнтных кристаллах ниобата лития ($LiNbO_3$) неполярного *x*-среза. Методами диффузионного отжига на воздухе вблизи температуры Кюри и инфракрасного отжига в бескислородной среде в образцах были сформированы би- и полидоменные сегнетоэлектрические структуры, содержащие заряженные доменные границы типа «голова-к-голове» и «хвост-к-хвосту». В режиме Кельвин-моды атомно-силового микроскопа (АСМ) исследован поверхностный потенциал в окрестности заряженной междоменной границы в исходном кристалле и прошедшем восстановительный отжиг в бескислородной среде. Ширина области с измененным поверхностным состоянием составила порядка 20 мкм в неотожженном кристалле и около 2 мкм в кристалле, прошедшем восстановительный отжиг.

Исследованы приповерхностные клиновидные индуцированные микродомены, сформированные в области заряженной междоменной границы и вдали от нее путем приложения электрического потенциала на кантилевер АСМ, находящийся в контакте с поверхностью кристалла. Было установлено, что в зависимости от типа доменной границы («голова-к-голове» или «хвост-к-хвосту») по-разному происходит рост домена при приложении потенциала непосредственно на междоменной границе. Показано экранирующее действие заряженной междоменной границы типа «голова-к-голове» на форму и размер домена, индуцированного в непосредственной близости к доменной стенке.

С увеличением электропроводности, определяемой временем и температурой восстановительного отжига, возрастает роль подвижных носителей заряда в экранировании электрического поля кантилевера, что приводит к размытию границ поляризуемых кантилевером доменов и изменению их формы до почти круглой. Описан многолучевой рост одинаковых клиновидных доменов, образующихся при локальной переполяризации кристаллов восстановленного ниобата лития с помощью кантилевера АСМ. Обнаружено влияние заряженной междоменной границы на топографию образцов, заключающееся в возникновении при восстановительном отжиге протяженного углубления, совпадающего с линией заряженной границы. Глубина и ширина углубления составляют 5 Å и 1 мкм соответственно.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-32-00941.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.101

Молекулярно-динамическое моделирование стеклования переохлажденного расплава Zr-Nb.

<u>С.С. Клявинек</u>, Л.Н. Колотова

Московский физико-технический институт (государственный университет)

Объединённый институт высоких температур РАН

klyavinekss@gmail.com

Аморфные соединения сегодня широко распространены в практическом использовании. В этой работе исследуется сплав Zr-Nb, поскольку он используется для изготовления корпусов ТВЭЛов, а также в имплантологии (он имеет хорошие корозийные свойства и подходящий модуль Юнга). По этой причине определение условий получения аморфного Zr-Nb является практически важной задачей.

Основным методом моделирования стеклования в моей работе был метод молекулярной динамики или МД. В моей работе использовались 2 типа потенциалов - потенциал погруженного атома или EAM и потенциал погруженного атома с угловой зависимостью или потенциал ADF. Расчеты проводились в условиях постоянного давления для кубической вычислительной ячейки в NVE - ансамбле, для диапазона процентного содержания Nb от 10 до 90 процентов и скоростей охлаждения от 0,5 до 11 на 10 ^ 12 К / с. Все расчеты выполнены с использованием пакета LAMMPS. Для устранения поверхностных эффектов использовались периодические граничные условия. Важным методом анализа в моей работе является построение многогранников Вороного - множества точек, наиболее близких к этому атому. Также в работе для анализа используются парно-корреляционные функции (или ПКФ) и анализ общих соседей.

В ходе моделирования было установлено, что при переходе в аморфную фазу температурная зависимость числа икосаэдрических кластеров изменяется. Такой скачок наблюдается только для кластеров этого типа.Также было определено, что расщепление второго пика ПКФ наблюдается только для Nb. Это не наблюдается для циркония и для общего ПКФ. Это связано с тем, что только ниобий образует икосаэдрические кластеры (а расщепление второго пика появляется за счет цепочек таких кластеров). Образование икосаэдрических кластеров только ниобием объясняется относительным размером атомов. Число соседей также было проверено с помощью многогранников Вороного; связь с размером атомов была подтверждена. Также определяли температуры стеклования в зависимости от скорости охлаждения, строили график предельных скоростей охлаждения в зависимости от процентного содержания ниобия. Температуру охлаждения определяли двумя методами - с использованием критерия Вендта-Абрахама и изменением температурной зависимости коэффициента диффузии.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.102

РЕЗОНАНСНЫЙ СПЕКТР ПРОБЕГОВ ДИСЛОКАЦИЙ В КРИСТАЛЛАХ NaCl В СКРЕЩЕННЫХ СВЕРХНИЗКИХ МАГНИТНЫХ ПОЛЯХ

М.В. Колдаева, В.И. Альшиц, Е.А. Петржик, Е.В. Даринская
ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, 119333 Москва, Россия
E-mail: mkoldaeva@ns.crys.ras.ru

Магнитопластический эффект, наблюдаемый в скрещенных сверхнизких магнитных полях, когда величина постоянного и частота переменного полей удовлетворяют условию ЭПР, характеризуется резкой анизотропией. Резонансные спектры дислокационных пробегов в кристаллах NaCl, полученные для разных ориентаций в постоянном поле Земли $B_{\mathrm{Earth}} \approx 50$ мкТл, охватывают широкий диапазон частот поля накачки. Без изменения ориентации кристалла полный спектр реализуется в интервале от 10 кГц до 1.5 МГц, покрывая почти равноплотно весь диапазон частот. Отдельные фрагменты спектра уже были расшифрованы нами ранее [1, 2]. Каждому пику в его низкочастотной области было поставлено в соответствие определенное структурное положение примеси в ядре дислокации.

Наряду с подвижностью дислокаций, чувствительным детектором изменений дефектной структуры кристаллов является методика измерения микротвердости. Обработка кристаллов ZnO, TGS и гидрофталата калия в поле Земли в схеме ЭПР приводит к резонансным изменениям микротвердости. При этом, как и в случае подвижности дислокаций, повороты образцов относительно направления $\mathbf{B}_{\mathrm{Earth}}$ на угол θ для всех кристаллов уменьшают частоту резонанса пропорционально cosθ. Интерпретация наблюдаемой анизотропии связывается с наличием в кристаллах локализующихся в окрестности дефектов собственных магнитных полей $B_{\mathrm{loc}} >> B_{\mathrm{Earth}}$ [3]. Именно угол θ между полями $\mathbf{B}_{\mathrm{loc}}$ и $\mathbf{B}_{\mathrm{Earth}}$ определяет анизотропию магнитопластического эффекта в условиях изучаемого низкочастотного резонанса.

В рамках этого подхода полный спектр дислокационных пробегов в кристаллах NaCl в условиях типа ЭПР был разбит на четыре частотных диапазона. Их выбор основывался на гипотезе, что локальные магнитные поля ориентированы вдоль осей симметрии кристалла в плоскости ортогональной линии дислокации. Диапазоны соответствовали осям симметрии, от которых ведется отсчет углов Δθ для отдельных структурных позиций примеси в ядре дислокации. Четыре диапазона для осей [001], [010], [011], [01$\bar{1}$] являются отображением одних и тех же дефектов, отклоненных на угол Δθ от идеальных направлений θ_{loc} с углами 0, 90°, ±45 соответственно. Угол θ относительно вектора $\mathbf{B}_{\mathrm{Earth}}$ выражается как $\theta = \theta_{\mathrm{loc}} + \Delta\theta$. Таким образом, каждому из резонансных пиков удается «присвоить» определенные углы в интервале $0 < \Delta\theta < 22.5°$ близкие к уже известному набору из низкочастотной области спектра, что позволяет описать весь спектр, варьируя только углы θ_{loc}.

Работа выполнена в рамках госзадания и при частичной поддержке гранта по Программе № 13 Президиума РАН.

1. Альшиц В.И., Колдаева М.В., Петржик Е.А., Белов А.Ю., Даринская Е.В. Определение позиций примесных центров в ядре дислокации в кристалле NaCl из спектров магнитопластичности // Письма в ЖЭТФ. 2014. — Т. 99. — Вып. 2. — С. 87—93.
2. Альшиц В.И., Колдаева М.В., Петржик Е.А., Минюков С.А., Даринская Е.В., Капуткин Д.Е., Наими Е.К. Квартет резонансных пиков дислокационных пробегов в кристаллах NaCl при их магнитной обработке в схеме низкочастотного ЭПР // Письма в ЖЭТФ. — 2013. — Т. 98. —Вып. 1. — С. 33—37.
3. Альшиц В.И., Колдаева М.В., Петржик Е.А. Анизотропия резонансной трансформации микротвердости кристаллов после их экспозиции в схеме ЭПР в магнитном поле Земли // Письма в ЖЭТФ. 2018. – Т. 107. – Вып.10. – С. 650–655.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.103

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ДЕФЕКТОВ СТРУКТУРЫ НА АНИЗОТРОПИЮ И ФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КРИСТАЛЛОВ

Комарова О.С., Арешкин А.Г., Лентовский В.В., Федоров Д.Л.
Балтийский государственный технический университет «Военмех» им. Д.Ф. Устинова, Санкт-Петербург, Россия
komarova_os@voenmeh.ru

Создание элементной базы современной оптоэлектроники требует разработки технологий, использование которых позволит обеспечить работу приборов в максимально широком спектральном диапазоне. При этом необходимо научиться управлять структурой и свойствами используемых материалов для повышения надежности, механической, радиационной и термической стойкости.

Твердые растворы полупроводников (ТРП) находят широкое применение в оптоэлектронике в качестве активных элементов лазерных электронно-лучевых трубок, материалов для перестраиваемых по частоте лазеров, свето- и фотодиодов, мишеней вариконов, волноводов, что обусловлено возможностью в широких пределах изменять их физические свойства – параметры кристаллической решётки, ширину запрещенной зоны, эффективные массы носителей, величину расщепления зон – с концентрацией компонентов твердого раствора.

Энергетическая структура и электронные свойства являются важнейшими характеристиками ТРП. Наиболее полная и достоверная информация об энергетических характеристиках ТРП может быть получена методами экситонной спектроскопии. Так, методом экситонной спектроскопии можно исследовать влияние трехмерного композиционного и одномерного позиционного беспорядков в ТРП A_2B_6 с замещением в катионной подрешетке. Ряд этих материалов имеет тенденцию к полиморфизму и политипизму, которая проявляется в образовании помимо структурно чистых модификаций – сфалерита и вюрцита – политипов и кристаллов с дефектами упаковки. Подобные структуры характерны для ТРП, крайние составы которых неизоструктурны.

Флуктуация состава и хаотическое чередование слоев, упакованных по кубическому или гексагональному закону, приводит к возникновению характерного потенциального рельефа в кристаллах, вследствие чего изменяется функция плотности состояний в разрешённый зоне, а также возникают локализованные состояния в запрещенной зоне. Разница двух случаев возникновения беспорядка сводится к тому, что флуктуации концентрации приводит к хаотическому потенциальному рельефу, для которого не существует каких-то выделенных направлений и который можно условно определить как «трехмерный беспорядок», в то время как случайное чередование кубических и гексагональных слоёв происходит преимущественно в направлении роста кристаллов, и для соответствующего хаотического потенциального рельефа характерен «одномерный беспорядок», так как в плоскости слоев структурная модификация остается неизменной. Степень неупорядоченности кристаллов плавно изменяется как с изменением состава кристаллов, так и с изменением содержания хаотически упакованных слоев.

Экситонная спектроскопия по сути является методом спектральной оптической диагностики содержания разупорядоченной фазы в соединениях A_2B_6, установления параметров энергетической зонной структуры в области структурного перехода и исследования процессов миграции и локализации возбуждений в спектрах люминесценции ТРП с различной кристаллической структурой.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.104

СООТНОШЕНИЕ МЕЖДУ СДВИГОВОЙ И ДИЛАТАЦИОННОЙ УПРУГОЙ ЭНЕРГИЕЙ МЕЖУЗЕЛЬНЫХ ДЕФЕКТОВ В МЕТАЛЛАХ

Кончаков Р.А., Макаров А.С., Афонин Г.В., Кретова М.А., Кобелев Н.П., Хоник В.А.

В связи с успехами межузельной теории (МТ) при описании релаксационных процессов в металлических стеклах [1], вопрос об энтальпии формирования H^f межузельных гантелей представляет фундаментальный интерес. Согласно основному уравнению МТ [2], $H^f = \alpha_1 G\Omega + \alpha_2 B\Omega$, где G – модуль сдвига, B – объемный модуль, Ω – атомный объем, безразмерные параметры $\alpha_1 >> \alpha_2$. Путем компьютерного моделирования методом молекулярной статики (при T=0 K) с межатомным потенциалом [3] мы выполнили проверку основной гипотезы МТ о том, что упругая энергия межузельных гантелей – это, в основном, энергия сдвиговой деформации. Оценка дилатационной энергии вы-полнялась по формуле $U_d \approx \frac{B}{2}\sum_{i=1}^{N}\frac{(V_0 - V_i)^2}{V_0^2}$, где V_0 – атомный объем идеальной решетки, V_i – объем ячеек Вороного каждого атома после внедрения межузельной гантели и релаксации системы (см. рис. 1).

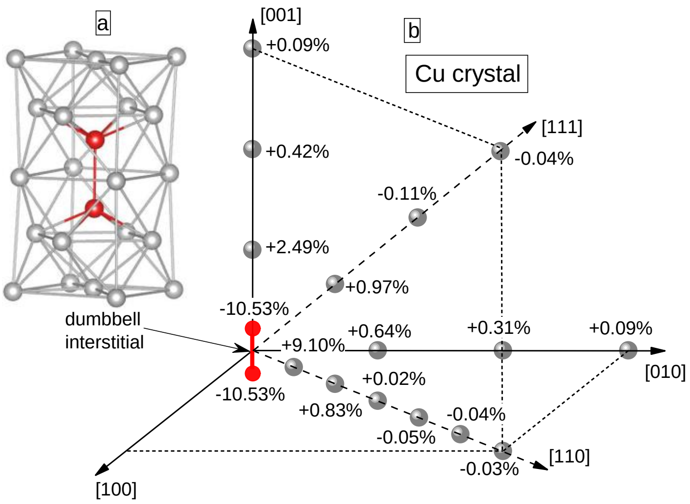


Рис. 1. Межузельная гантель (a) и относительное изменение объемов многогранников Вороного для атомов вблизи гантели (b).

Соотношение межу объемной и сдвиговой упругой энергией дефекта оценивалось как $U_d/(H^f - U_d)$. Для всех четырех исследованных металлов (Cu, Al, Ag, Ni) это соотношение оказалось примерно одинаковое и составляет 11.6%.

Полученная величина согласуется с оценкой Дьюре [4] для сферически симметричного дефекта $\frac{E_{bulk}}{E_{shear}} \le \frac{2k}{9k^2 + 8k + 4}$, $k = B/G$. Согласно его оценке, примерно 90% упругой энергии межузельного дефекта – это сдвиговая энергия. Мы использовали соотношение Дьюре для 63 металлов и 189 металлических стекол. Выяснилось, что во всех случаях доля объемной (дилатационной) упругой энергии дефектов не превышает 20% полной энтальпии формирования дефектов, как и предполагается в межузельной теории [2].

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (задание 3.1310.2017/4.6).

Список литературы.

1. Khonik V.A., Kobelev N.P. Metals. – 2019. – V. 9. – P. 605.
2. Granato A.V. Phys. Rev. Lett. – 1992. – V. 68. – P. 974.
3. Mishin Y., Mehl M.J., Papaconstantopoulos D.A., Voter A.F., Kress J.D. Phys. Rev. B. – 2001. – V. 63. – P. 224106.
4. Dyre J.C. Phys. Rev. B. – 2007. – V. 75. – P. 092102.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.105

МЕЖУЗЕЛЬНЫЙ МЕХАНИЗМ ФОРМИРОВАНИЯ АМОРФНОЙ МАТРИЦЫ И ДЕФЕКТОВ В МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СТЕКЛАХ

Кончаков Р.А., Макаров А.С., Кобелев Н.П., Глезер А.М., Wilde G., Хоник В.А.

Общепринятым представлением о микроскопической структуре металлических стекол (МС) является наличие в них единообразной по своим свойствам аморфной матрицы (атомные кластеры с икосаэдрической симметрией) и ее локальных нарушений – структурных дефектов [1]. Основываясь на межузельной теории [2], устанавливающей взаимосвязь между свойствами кристалла, его расплава и стекла, полученного путем закалки расплава, можно предложить микроскопический механизм формирования икосаэдрических кластеров (рис. 1).

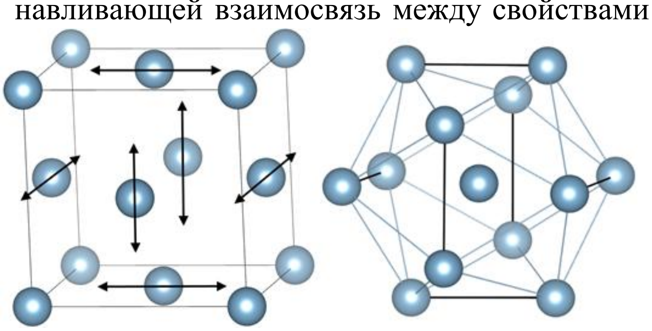


Рис. 1. Икосаэдрический кластер из 6-ти межузельных гантелей и одного атома в октаэдрической позиции.

Методами классической молекулярной динамики и статики с межатомным потенциалом [3] мы исследовали изменение свойства межузельных гантелей при их кластеризации. Показано, что с увеличением числа N межузельных гантелей в кластере происходит снижение их приведенной (в расчете на дефект) энтальпии формирования, диаэластической поляризуемости и колебательной энтропии. В спектре колебательной плотности состояний кластеров происходит уменьшение и размытие характерного для отдельной межузельной гантели низкочастотного пика в области 2 ТГц. Это размытие видно на рис. 2, где показано изменение кумулятивного спектра кластеров с ростом N.

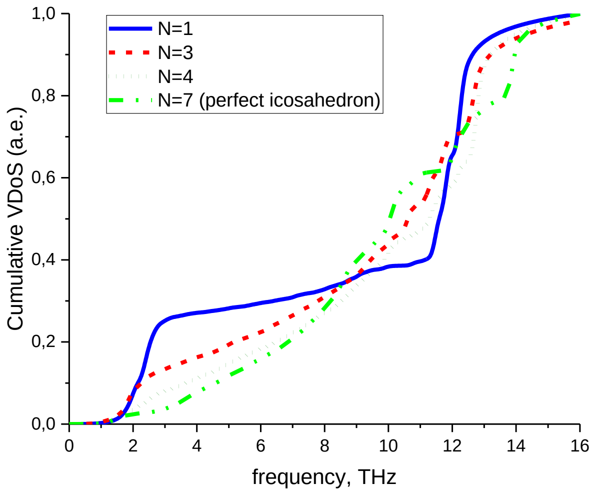


Рис. 2. Кумулятивный колебательный спектр межузельных кластеров.

При плавлении кристалла межузельные гантели сохраняют свою идентичность в расплаве и, соответственно, в стекле [4]. Тогда можно предположить, что кластеры из 4-х и более межузельных гантелей могут формировать аморфную матрицу, а кластеры из 1-3 гантелей можно считать дефектами аморфной матрицы. Процесс структурной релаксации МС можно рассматривать как изменение концентрации структурных дефектов.

Список литературы.
1. Cheng Y.Q., Ma E. Prog. Mater. Sci. – 2011. – V.56. – P. 379.
2. Granato A.V. Phys. Rev. Lett. – 1992. – V. 68. – P. 974.
3. Mishin Y., Farkas D., Mehl M.J., Papaconstantopoulos D.A. Phys. Rev. B. – 1999. V. 59. – P. 3393.
4. Nordlund K, Ashkenazy Y, Averback R.S., Granato A.V. Europhys. Lett. – 2005. – V. 71. – P. 625.
DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.106

МЕХАНИЧЕСКИЕ И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА ПОВЕРХНОСТИ ГЕТЕРОСТРУКТУР GdFeCo/IrMn, ОБЛУЧЕННЫХ ФЕМТОСЕКУНДНЫМ ЛАЗЕРОМ

<u>Коплак О.</u>, Моргунов Р.

Институт проблем химической физики РАН, Черноголовка, Россия

<u>o.koplak@gmail.com</u>

Интерметаллические ферримагнитные пленки “редкая земля–переходный металл”, являются перспективними для использования в сверхбыстродействующих элементах спинтроники благодаря наличию в них точки магнитной компенсации. В ферримагнитных пленках было реализовано сверхбыстрое переключение намагниченности с помощью фемтосекундных лазерных импульсов [1]. Ориентацию спинов ферримагнитного слоя $Gd_{21,6}Fe_{67,8}Co_{10,5}$ вблизи интерфейса можно контролировать благодаря наличию слоя атиферромагнтика IrMn и создаваемому им полю обменного смещения [2]. Новым подходом контроля локальной намагниченности, вклада магнитной анизотропии и влияния интерфейса на намагничивание гетероструктур GdFeCo/IrMn является изменение локальной толщины пленки под действием лазерных импульсов с допороговым флюэнсом [3].

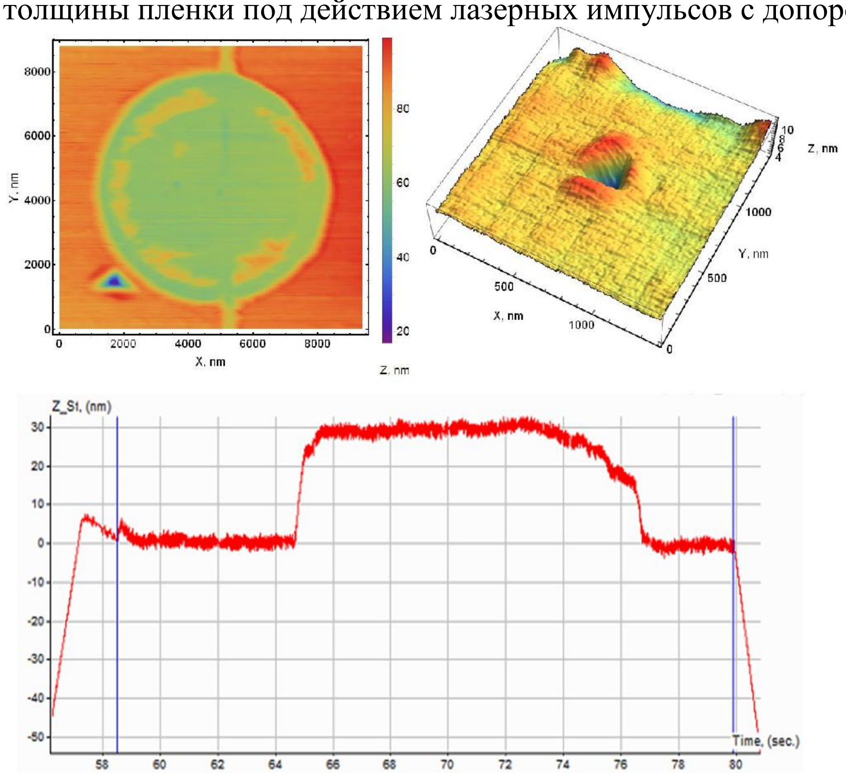


Рис.1. СЗМ- изображение (а) - облученной поверхности структуры Ta/Pt/GdFeCo/IrMn/Pt, (b) – ямки вдавливания пирамидки Берковича. (с) - диаграмма скрайбирования облученного участка поверхности.

Обнаруженный режим лазерной обработки не приводит к плавлению, появлению навалов на границах, разрушению или других непредсказуемых явлений. Детально исследована локальная намагниченность облученных и необлученных областей. Методами склерометрии и наноиндентирования оценены пластичные и механические свойства. Созданные механические напряжения внутри кратера обеспечивают изменение поверхностной магнитной анизотропии. Уменьшение твердости и модуля упругости в облученных областях коррелируют с уменьшением намагниченности насыщения.

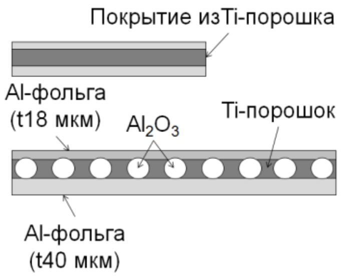
[1]. Mangin S., et al., Nat. Mater. 2014. V. 13. No 3. P. 286 – 292.
[2]. О.В.Коплак, и др., Письма в ЖЭТФ 2019. том 109. вып. 11. с. 753 – 760.
[3]. O.Koplak, et al., Applied Surface Science 2019. V. 493. P. 470–477.
DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.107

ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ САПФИРОВЫХ ВОЛОКОН С МЕТАЛЛИЧЕСКОЙ МАТРИЦЕЙ В СЛОИСТОМ КОМПОЗИТЕ ИЗ ТИТАНОВОГО СПЛАВА

В.П. Коржов, В.Н. Курлов, В.М. Кийко

Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Россия

Исследуется жаропрочный слоистый композит с матрицей из Ti-сплава, армированной сапфировыми волокнами. Композит получали твердофазным методом, суть которого заключалась в диффузионной сварке пакета, собранного из 4-блоков (рис. 1), каждый из которых содержал Al-фольгу толщиной 40 *мкм*, служащей подложкой для суспензионного покрытия из Ti-порошка и слоя сапфировых волокон диаметром 0,34 ± 0,04 *мм,* и Al-фольгу толщиной 18 *мкм*. Снаружи пакет обкла-дывался фольгами титанового сплава Ti–Cr–Mo–Al. Структура композита из слоис-той матрицы и упрочняющих волокон Al_2O_3 (рис. 2) формировалась в процессе диффузионной сварки под давлением при 1200°С и ~15 *МПа* в течение 1 *ч*.



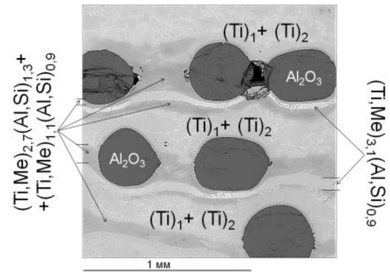
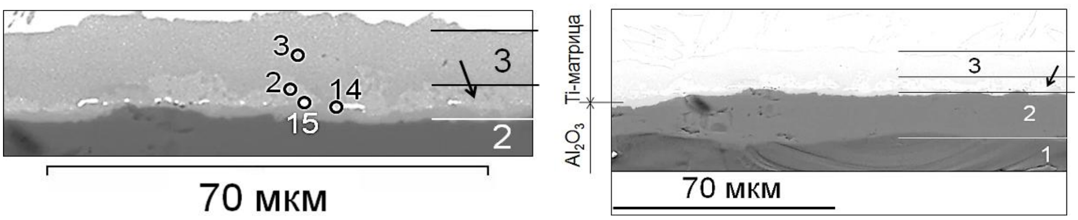


Рис. 1. Продольное и поперечное сечение отдельного блока

Рис. 2. Фрагмент структуры пакета после диффузионной сварки (ДС)



а *б*

Рис. 3. Микроструктура матрицы на границе с Al_2O_3: *а* – 2, 3, 14 и 15 – точки рентгеновского спектрального анализа (РСА); *б* – 1 и 2 – зоны Al_2O_3

Вблизи волокна обнаружен слой толщиной ~5 *мкм* (рис. 3, см. стрелки). По данным локального РСА этот слой состоит из интерметаллических соединений $(Ti_{2.36}Cr_{0.16}Mo_{0.03})_{2.55}(Al_{0.76}Si_{0.69})_{1.45}$, что по диаграмме состояний Ti–Al соответствует области существования Ti_3Al, и $(Ti_{1.01}Me_{0.15})_{1.16}$, где Me – Cr, Er и Mo, что соответ-ствует эвтектической области Ti_3Al + TiAl, и строчки светлых включений состав которых 29,2%O–30,9%Ti–30,6%Al–3,3%Si–4,3%Er–1,4%Cr–0,3%Mo–0,1 ат.%Fe и которые могут быть отнесены к одному из низших оксидов на основе титана – Ti_3O (25,0%O) или Ti_2O (33,4%O).

Слой 3 (см. рис. 3) – это соединение Ti_3Al, в котором растворены Si, Cr и Mo.

Проведенные структурные исследования показали, что в процессе ДС волокна Al_2O_3 взаимодействуют с металлической матрицей на основе титана. Об этом также свидетельствует изменение контраста поверхностного слоя 2 волокна толщиной ~10 *мкм* (см. рис. 3,*б*), граничащего с матрицей. Это является следствием того, что состав приповерхностного слоя волокна изменился, по сравнению с его объемом 1.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.108

ПРОЧНОСТИ СЛОИСТЫХ КОМПОЗИТОВ С ТИТАН-АЛЮМИНИЕВОЙ МАТРИЦЕЙ, УПРОЧНЕННЫХ ИНТЕРМЕТАЛЛИЧЕСКИМИ СОЕДИНЕНИЯМИ И САПФИРОВЫМИ ВОЛОКНАМИ

В.П. Коржов, В.Н. Курлов, В.М. Кийко, И.С. Желтякова
Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Россия

Приводятся экспериментальные данные по измерениям прочности на изгиб при комнатной и температурах в интервале 650–900°C для двух типов слоистых компо-зитов с (Ti–Al)-матрицами твердофазного приготовления, отличающихся видами упрочнения: *интерметаллическим* – соединения Ti_3Al и TiAl (рис. 1) – и *сапфиро-выми волокнами*, полученными по модифицированному способу Степанова (рис. 2).

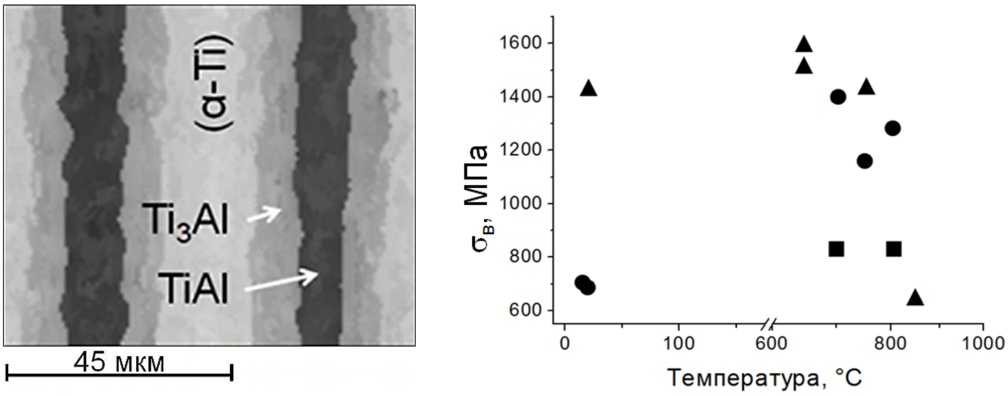


Рис. 1. Микроструктура (t_{Ti}/t_{Al} = 3,3) и зависимость предела прочности $\sigma_в$ Ti/Al-композитов с интерметаллидным упрочнением после ДС при 1050ºC, 15 *мин* без давления + 15 *мин* при 10 *МПа* и отжига при 850°C в течение 10 *ч*: t_{Ti}/t_{Al} = 5,0 (■); 3,3 (●) и 1,4 (▲), где t_{Ti} и t_{Al} – толщины Ti- и Al-фольг в исходном пакете

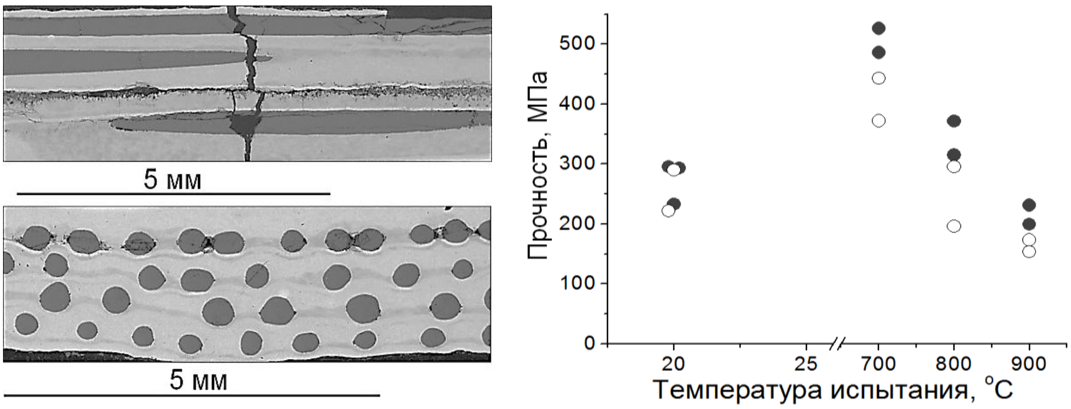


Рис. 2. Продольное (после испытаний на изгиб) и поперечное сечения композита Ti/Al (Ti ≡ Ti-сплав с Cr, Mo и Al) с волокнами Al_2O_3 после ДС (1200°C, 1 *ч*, 15 *МПа*) и пределы пропорциональности $\sigma_{ПЦ}$ (○) и $\sigma_В$ (●) от температуры испытания

Для Ti/Al-композитов с интерметаллидным упрочнением (см. рис. 1) и отноше-ниями t_{Ti}/t_{Al} = 3,3 и 1,4 пределы прочности $\sigma_В$ при комнатной температуре равнялись ~700 и ~1400 *МПа*. При 650–700°C $\sigma_В$ был даже несколько выше. При 800–850°C он быстро падал, но сохранял высокий уровень прочности 650–800 *МПа*. Аналогичный характер изменения $\sigma_В$ от температуры испытаний наблюдался и для композита с сапфировыми волокнами (см. рис. 2), но уровень ее был… значительно меньше: ~250 *МПа* при комнатной температуре и ~500 и ~200 *МПа* – при 700 и 900°C.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.109

ФОРМИРОВАНИЕ И ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ КОНЦЕНТРАЦИОННЫХ НЕОДНОРОДНОСТЕЙ В КРИСТАЛЛАХ, ВЫРАЩЕННЫХ ИЗ РАСПЛАВА

Коробейникова Е.Н.[1], Прохоров И.А.[1], Безбах И.Ж.[1], Артемьев В.К.[2], Подурец К.М.[3], Калоян А.А.[3], Шульпина И.Л.[4]

[1] *Институт кристаллографии им. А.В.Шубникова ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия*

[2] *АО "ГНЦ РФ Физико-энергетический институт имени А. И. Лейпунского", Обнинск, Россия*

[3] *Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва, Россия*

[4] *Физико-технический институт имени А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия*

enkorob@mail.ru

С развитием субмикронной- и наноэлектроники проблема повышения микрооднородности распределения легирующей примеси в выращиваемых кристаллах становится одной из важнейших задач материаловедения. Установление причины и механизма сегрегации примеси важно для оптимизации технологических решений с целью получения необходимых концентрационных профилей в выращенных из расплава кристаллах. Основной причиной возникновения концентрационных неоднородностей на микроуровне в виде полос роста является интенсивная нестационарная конвекция, в результате которой непрерывно меняются структура и скорости течений, возникают пульсации температуры и, как следствие, локальное изменение микроскопической скорости роста на границе кристалл – расплав [1]. При этом вариации концентрации легирующей примеси в полосах роста могут достигать порядка величины [2], а характерный период их расположения в кристалле составляет от нескольких десятков до сотен микрон. Поэтому при росте кристаллов из расплава решение проблемы повышения микрооднородности однозначно связано с управлением процессами тепломассопереноса.

В рамках данной работы по методике [3] была проведена цифровая обработка рентгенотопографического изображения полос роста в кристаллах, выращенных методами Чохральского (GaSb(Te)) и Бриджмена ($Y_3Al_5O_{12}$:Nd, $ZnGeP_2$, Ge(Ga)). Исследования показали, что для кристаллов, выращенных методом Чохральского, характерно наличие строгой периодичности в распределении полос роста, связанных с вращением кристалла (вращательные полосы роста [4]). Для кристаллов, выращенных методом Бриджмена, характерно отсутствие системного распределения полос роста по длине слитка. Методами математического моделирования анализируются возможные причины наблюдаемых особенностей в распределении примеси в кристаллах, выращенных из расплава. Причиной того, что структура конвективных течений в расплаве меняется нерегулярным образом по мере роста кристалла и приводит к квазипериодичности распределения полос роста, может быть влияние различных факторов: неравномерность подвода-отвода тепла, отклонение установки от вертикального положения, внезапные механические и вибрационные воздействия, изменение высоты расплава.

1. Мюллер Г. Выращивание кристаллов из расплава. Конвекция и неоднородности. М.: Мир. 1991. 143 с.
2. D.J.Carlson, A.F. Witt. J. Cryst. Growth. 1991. V. 108. P. 508-518.
3. Prokhorov I.A., Serebryakov Yu.A., Zakharov B.G., et al. J. Cryst. Growth. 2008. V. 310 (24). P. 5477-5482.
4. C.A.Wang, D.Carlson, S.Motakef, et al. J. Cryst. Growth. 2004. V. 264. P. 565-577.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.110

ПОЛУЧЕНИЕ И ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ НАНОЧАСТИЦ $NaYF_4$:Yb^{3+}, Er^{3+}

Кошелев А.В., Ивановская Н.А, Архарова Н.А., Каримов Д.Н., Хайдуков Е.В.

Федеральный научно-исследовательский центр «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия, koshelevsan4es@yandex.ru

Апконвертирующие наночастицы на основе фторидных кристаллов $NaYF_4$, легированных ионами РЗЭ (Yb^{3+}, Er^{3+} или Tm^{3+}) интересны своей способностью преобразовывать ближнее ИК- излучение (800-1200 нм) в УФ- и видимый диапазон, что может быть востребовано в микро- и наноэлектронике, солнечной энергетике, биологических исследованиях и медицине.

Наночастицы состава $NaYF_4$:Yb^{3+}, Er^{3+} получены методом высокоэнергети-ческого помола поликристаллического композита, полученного из расплава компонентов методом Бриджмена, состава $Na_{0.5}Y_{0.4}Yb_{0.09}Er_{0.01}F_2$ в шаровой мельнице (Retsch PM-200). Частота вращения 600 об/мин, стакан 50 мл и 3 шара диаметром 20 мм из хромированной стали, время помола варьировалось от 0.5 до 16 часов.

Структура и морфология наночастиц комплексно охарактеризована методами РФА, ПЭМ и ВРЭМ. Полученные наночастицы имеют гексагональную кристаллическую решетку (пр. гр. $P6_3/m$) с параметрами a = 5.952(1), c = 3.525(1) Å.

Размер частиц варьируется от 600 до 10 нм. ПЭМ и ВРЭМ изображения наночастиц $NaYF_4$:Yb^{3+}, Er^{3} представлены на рис. 1.

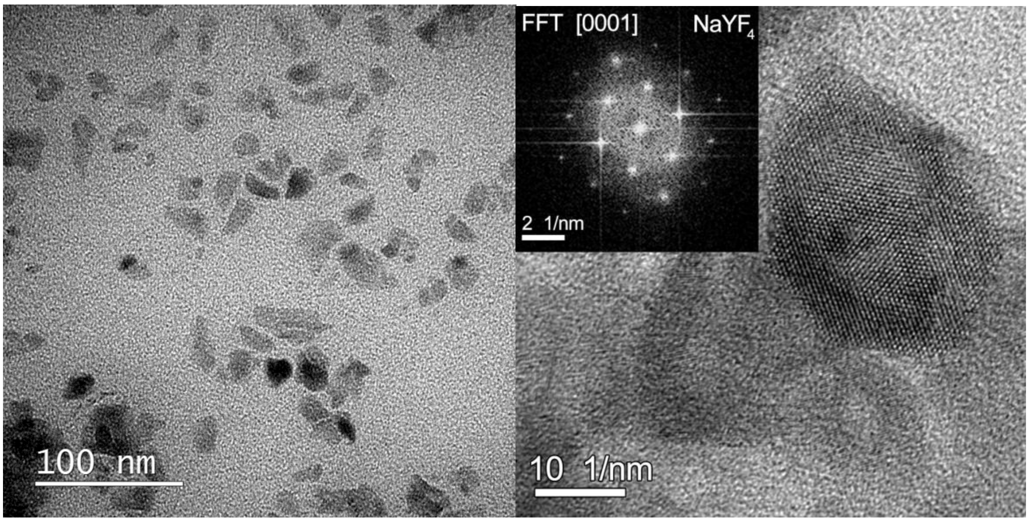


Рис. 1. ПЭМ изображение наночастиц $NaYF_4$:Yb^{3+}, Er^{3+} после помола t = 16 ч. (а), ВРЭМ изображение и соответствующая дифрактограмма от отдельной наночастицы вдоль оси зоны [0001] (б).

Приводятся результаты изучения зависимостей размера получаемых наночастиц $NaYF_4$:Yb^{3+}, Er^{3+} от продолжительности механического помола и скорости их осаждения при диспергировании в гексане.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 19-02-00877).

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.111

ИНТЕРПРЕТАЦИЯ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ ПОСТОЯННЫХ МАГНИТОВ СБОРКОЙ 7-ВЕРШИННЫХ ОБЪЕДИНЕНИЙ ТЕТРАЭДРОВ (ТЕТРАБЛОКОВ)

Крапошин В.С.[1], Эверстов А.А.[1], Талис А.Л.[2]

[1] *МГТУ им. Н.Э. Баумана, Россия, Москва 105005, 2-я Бауманская ул., д. 5*
kraposhin@gmail.com

[2] *Институт элементоорганических соединений им. А.Н. Несмеянова РАН, Россия, Москва, 119991, ул. Вавилова, 28,* talishome@mail.ru

Большинство металлических структур аппроксимируются цепями тетраэдров. В работе [1] показано, что базовой структурной единицей цепи тетраэдров в 3-мерном Евклидовом пространстве, а значит и строительной единицей конденсированных фаз является 7-вершинное линейное объединение по граням четырех правильных тетраэдров (тетраблок). Эта единица позволяет отобразить некристаллографическую (скрытую) симметрию линейных цепей правильных тетраэдров. Фазы структурных типов $CaCu_5$ и Th_2Zn_{17} (Th_2Ni_{17}) представляют собой объединение 14-вершинных полиэдров Франка-Каспера. В свою очередь каждый 14-вершнник представляет собой линейное объединение 6 тетраблоков, соответственно и граница сопряжения указанных фаз может быть представлена объединением тетраблоков. Тетраблок позволяет определять некристаллографическую (скрытую) симметрию разбиений (на полиэдры), соответствующих различным структурным типам. Симметрия физического свойства является следствием симметрии структуры, выявленная некристаллографическая симметрия может проявиться в изменении свойств. Каждый из тетраблоков в области сопряжения одновременно принадлежит сопрягающимся фазам, что позволяет отобразить не только скрытую симметрию сопряжения, но и ее нарушения (изменения) при изменении скорости охлаждения при термической обработке, приводящие к изменению (падению) коэрцитивной силы магнита. Возможно, это откроет путь к структурной интерпретации известного эффекта «порча-восстановление». Работа выполнена при поддержке РФФИ, грант 19-02-00085 и Министерства Науки и Образования РФ.

[1] А.Л. Талис, А.Л. Рабинович. Кристаллография. 64 (2019) 341

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.112

УПРОЧНЕНИЕ ИНСТРУМЕНТАЛЬНОЙ СТАЛИ ДЛЯ ГОРЯЧЕГО ПРЕССОВАНИЯ В ПРОЦЕССЕ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ

Кругляков А.А.[1], Никулин С.А.[2], Рогачев С.О.[2], Баранова А.П.[2], Нгуен Хоан Суан[2], Лебедева Н.В.[3], Панова Г.А.[4]

[1]Научно-коммерческая фирма WBH, г. Берлин, Германия

[2]Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва, Россия

[3]НИЦ «Курчатовский институт» - ЦНИИ КМ «Прометей», г. Санкт-Петербург, Россия

[4]Санкт-Петербургский Государственный Морской Технический Университет, г. Санкт-Петербург, Россия

E-mail: csaap@mail.ru

Штамповые стали с регулируемым аустенитным превращением при эксплуатации (стали с РАПЭ) предназначены для горячего прессования при температурах до 800 ºС. Особенностью этих сталей по сравнению с традиционными является то, что в исходном состоянии они имеют ферритную основу (следовательно, хорошо обрабатываются резанием), а работают в аустенитном состоянии. Стали с РАПЭ склонны к упрочнению в условиях температурно-силовых нагрузок на инструмент непосредственно при его эксплуатации, т.е. такие стали склонны к горячему наклепу, что способствует повышению стойкости штампового инструмента. Промышленное внедрение получили стали ЭП930 (4Х2Н5М3К5Ф) и ЭК92 (5Х3Н5М3Ф2), что позволило повысить в 5 – 10 раз стойкость матриц и пресс-шайб при обработке труднодеформированных сплавов на медной основе Л63, БрАЖН10-4-4 и др. В данной работе изучено влияние термомеханической обработки (ТМО) в диапазоне температур 450 – 750 ºС, имитирующей процесс горячего прессования или штамповки, на упрочнение стали с РАПЭ.

В качестве материала для исследования выбрана среднеуглеродистая сталь с РАПЭ, разработанная на основе марки ЭП930, в которой Ni, как элемент понижающий температуру α→γ превращения и повышающий устойчивость переохлаждённого аустенита, был частично заменен марганцем. Исследуемая сталь также отличалась отсутствием кобальта и микролегированием титаном и ниобием (0,15-0,40 %).

Для ТМО использовали цилиндрические образцы стали высотой 10 мм и диаметром 5 мм в исходном разупрочненном состоянии (твердость 320 – 340 HV). ТМО проводили на закалочно-деформационном дилатометре DIL 805 A/D.

Общая схема ТМО включала аустенизацию при 1150 ºС (для растворения вторых фаз, присутствующих в стали исходного состояния), охлаждение до 450 °С и выдержку при этой температуре с/без пластической деформации (данный этап соответствует процессу охлаждения штампа между штамповками), нагрев до 750 °С и выдержку при этой температуре с/без пластической деформации (данный этап соответствует процессу штамповки). Деформацию проводили по схеме сжатия (5 циклов, деформация на каждом цикле ~2 %, скорость деформации 0,1 $с^{-1}$) с построением истинных диаграмм деформации.

Показано, что многократная пластическая деформация при 450 ºС обеспечивает существенное упрочнение аустенита – с 260 до 460 МПа. При этом достигнутый уровень упрочнения сохраняется при последующем нагреве до 750 ºС, а многократная деформация при этой температуре повышает его до 490 МПа. В отсутствии предварительной деформации при 450 ºС, упрочнение аустенита при 750 ºС проявляется значительно слабее – с 220 до 390 МПа.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.113

ОСОБЕННОСТИ СТРОЕНИЯ СМЕШАННЫХ КРИСТАЛЛОВ $Zn_xMg_{1-x}WO_4$

Крутяк Н.Р.[1], **Спасский Д.А.**[2], **Сорокина Н.И.**[3], **Тупицына И.А.**[4]

[1]*Физический факультет МГУ им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия,*
[2]*Институт ядерной физики им. Д.В. Скобельцына МГУ им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия,*
[3]*ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия,*
[4]*Институт сцинтилляционных материалов НАН Украины, Харьков, Украина*
kruna@mail.ru

Смешанные кристаллы вольфраматов цинка-магния являются перспективными сцинтилляционными материалами [1]. В настоящей работе представлены результаты исследования особенностей строения этих кристаллов.

Серия смешанных кристаллов $Zn_xMg_{1-x}WO_4$ (x = 0.3, 0.5, 0.7, 1) выращена методом Чохральского с использованием высокочастотного нагрева. Начальными оксидами для шихты были ZnO (99.995 %), MgO (99.95 %) и WO_3 (99.995 %). Относительная концентрация катионов замещения в смешанных кристаллах контролировалась с использованием метода сканирующей электронной микроскопии. Кристалл $MgWO_4$ выращен из расплавленного раствора путем вытягивания на вращающуюся затравку из платинового тигля.

Полный дифракционный эксперимент для монокристаллов $Zn_xMg_{1-x}WO_4$ пяти разных составов был получен при комнатной температуре на дифрактометре Xcalibur S производства фирмы Oxford Difffraction, который оборудован двумерным CCD-детектором. Интегрирование дифракционных пиков, коррекция на фактор Лоренца и на поляризацию излучения проведены в программе CrysAlis [2]. Структура уточнена в программе JANA2006 [3] методом наименьших квадратов в полноматричном анизотропном приближении.

По данным рентгеноструктурного анализа установлено, что все кристаллы $Zn_xMg_{1-x}WO_4$ кристаллизуются в структурном типе вольфрамита. WO_6-октаэдр - достаточно искаженный координационный полиэдр. Атом W образует две связи с O1 порядка 1.905(2), две связи с O1 порядка 2.136(2) и две связи с O2 порядка 1.786(2). В процессе анализа особенностей строения монокристаллов $Zn_xMg_{1-x}WO_4$ выявлена линейная зависимость параметров и объема элементарных ячеек от величины x, однако значения геометрических параметров WO_6-октаэдров не зависят от соотношения атомов Zn и Mg в кристалле. Данные результаты коррелируют с тем, что собственная люминесценция $ZnWO_4$ и $MgWO_4$ связана с излучательным распадом экситонов, автолокализованных на оксианионных комплексах WO_6.

[1] D. Spassky, S. Omelkov, H. Mägi, et al, Optical Materials 36 (2014) 1660.
[2] Rigaku OD (2018). CrysAlis PRO Software System. Rigaku Oxford Diffraction Ltd, Yarnton, Oxfordshire, England.
[3] V. Petricek, M. Dusek, and L. Palatinus, Z. Kristallogr. 229 (2014) 345.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.114

ЛЮМИНЕСЦЕНТНЫЕ СВОЙСТВА КРИСТАЛЛОВ $Gd_3(Ga,Al,Sc)_5O_{12}:Ce^{3+}$

<u>Крутяк Н.Р.</u>[1], Уханова А.О.[1], Спасский Д.А.[2], Бузанов О.А.[3], Козлова Н.С.[4]

[1]Физический факультет МГУ им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия, [2]Институт ядерной физики им. Скобельцына МГУ им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия, [3]Фомос Материалс, Москва, Россия, [4]Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия

kruna@mail.ru

Поиск новых сцинтилляционных материалов, а также улучшение свойств уже существующих является актуальной задачей в области современной спектроскопии. Установлено, что повышение светового выхода сцинтилляционных материалов может быть достигнуто методом инженерии зонной структуры, например, в смешанных кристаллах с частичным или полным замещением катионов [1]. Активированные ионами Ce^{3+} гранаты хорошо известны в качестве быстрых сцинтилляторов с высоким световым выходом [2]. В последние годы интерес вызывают новые сцинтилляционные кристаллы гранатов $Gd_3Al_2Ga_3O_{12}$:Ce (GAGG:Ce). Эти кристаллы уже применяются в качестве детекторов в медицинских томографах, однако, их существенным недостатком является наличие медленных компонент затухания свечения. Медленные компоненты вызваны наличием мелких ловушек в кристаллах GAGG:Ce и задача уменьшить влияние таких ловушек с использованием метода зонной инженерии является актуальной. В данной работе исследовано влияние частичного замещения катионов Al и Ga скандием на люминесцентные свойства, а также на структуру энергетических зон GAGG:Ce.

Кристаллы $Gd_3(Ga,Al,Sc)_5O_{12}:Ce^{3+}$ (GASGG:Ce) выращены методом Чохральского из иридиевого тигля в атмосфере кислорода компанией «Фомос Материалс». Измерения люминесцентных характеристик при УФ возбуждении проводились на установке по люминесцентной спектроскопии твердого тела отдела ФПКЭ НИИЯФ МГУ в температурном диапазоне 80 – 500 К. При возбуждении в ВУФ области при Т = 10 – 300 К спектры люминесценции получены на станции FinEstBeam центра синхротронного излучения в Лунде (Швеция).

Построена схема зонной структуры GAGG:Ce и продемонстрирована возможность модификации люминесцентных свойств частичным замещением катионов ионами Sc^{3+} в кристаллах GAGG:Ce. Установлено, что частичное замещение Al^{3+} и Ga^{3+} ионами Sc^{3+} вызывает смещение дна зоны проводимости в низкоэнергетическую область в результате формирования 3d состояниями скандия подзоны на дне зоны проводимости. Кроме того, происходит смещение 5d(1) уровня Ce^{3+} в высокоэнергетическую область вследствие уменьшения величины расщепления 5d уровней кристаллическим полем. Данный эффект приводит к уменьшению энергетической щели между 5d(1) уровнем Ce^{3+} и дном зоны проводимости, и, следственно, к смещению порога температурного тушения в область низких температур.

Рассмотрено влияние Sc^{3+} на процессы релаксации высокоэнергетических возбуждений ($E_{возб} > 2E_g$) в условиях отсутствия температурного тушения при Т = 11 К. Зарегистрировано увеличение интенсивности свечения Ce^{3+} и уменьшении интенсивности свечения Gd^{3+} для GASGG:Ce. Эффект приписывается влиянию подзоны 3d Sc на процессы релаксации и переноса энергии к центрам свечения.

[1] Fasoli M., et al., Phys. Rev. B. 84 (2011) 081102.
[2] Dujardin C., Techniques de L’Ingenieur, 2018, EE6347.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.115

ФОРМИРОВАНИЕ ПРИПОВЕРХНОСТНОГО ИНВЕРСИОННОГО СЕГНЕТОЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ДОМЕНА В КРИСТАЛЛАХ НИОБАТА ЛИТИЯ И ТАНТАЛАТА ЛИТИЯ ПРИ ТЕРМООБРАБОТКЕ

Кубасов И. В., Юрьева Е. Ю., Кислюк А. М., Турутин А. В., Ильина Т. С., Киселев Д. А., Малинкович М. Д., Пархоменко Ю. Н.

Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия, kubasov.ilya@gmail.com

В работе исследована возможность формирования приповерхностных инверсионных доменов в сегнетоэлектрических кристаллах $LiTaO_3$ y+36°-среза и $LiNbO_3$ y+128°-среза при отсутствии внешних электрических полей. Для этого использовались методы протонного замещения и термообработки в неоднородном тепловом поле в печи инфракрасного отжига. При использовании этих методов доменная структура определяется градиентными силовыми полями, связанными с неоднородным распределением состава и температуры в процессе термообработки.

В настоящей работе для протонного замещения использовалась бензойная кислота (C_6H_5COOH) при температуре 240 °С. Для кристаллов тантала лития время протонного замещения составляло 3 часа, для ниобата лития – 1 час. Для формирования доменной структуры в кристаллах использовалась печь инфракрасного нагрева ULVAC VHC P-610, позволяющая создавать внутренний объемный градиент температуры в кристалле за счет своей низкой инерционности. Были получены и описаны приповерхностные инверсионные домены в кристаллах ниобата и танталата лития при различных временах и скоростях охлаждения светового отжига.

Было обнаружено, что доменная структура в приповерхностном слое может возникать при достаточно низких скоростях охлаждения в области точки Кюри. Решающим фактором при получении приповерхностной инверсии доменной структуры является предварительный восстановительный отжиг кристаллов. Наибольшая глубина проникновение домена в кристаллах танталата лития наблюдается при отжиге 790 °С (2 минуты), скорости охлаждения 20 °С/мин и составляет 28 мкм. При этом в образцах, охлаждавшихся медленно, граница между инверсным доменом и остальным объемом кристалла более резкая. Для кристаллов ниобата лития характерным является наличие широкой междоменной границы с полидоменной областью и прорастанием домена на 1/2 толщины образца. Таким образом, в широком диапазоне скоростей охлаждения морфология доменной структуры в кристаллах ниобата лития определяется в первую очередь аут-диффузией оксида лития, а вид и глубина проникновения границы – скоростью охлаждения. Оптимальным для протон-замещенных кристаллов является термообработка с высокой скоростью охлаждения (10-20) °С/с в районе точки Кюри.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-32-00941.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.116

ЦИФРОВИЗАЦИЯ В МАТЕРИАЛОВЕДЕНИИ

Кудря А.В.

НИТУ «МИСиС», Москва, РФ, AVKudrya@misis.ru

Появление цифровой техники, постоянно растущая мощность компьютеров, потенциал современных программных продуктов делают возможным измерения, недоступные из-за трудоемкости ранее при решении материаловедческих задач, создавая таким образом новые источники важной информации, расширяющей наше представление о природе прочности и вязкости разнообразных материалов.

Традиционно к источникам информации в материаловедении обычно относят изображения структур и изломов, результаты механических испытаний и физических измерений, массивы данных производственного контроля процесса и продукта. Если до последнего времени оценка изображений структур и изломов предполагала в основном визуальное сопоставление с эталонами (картинками), то сейчас появилась возможность получения количественной, метрологически обеспеченной информации об их строении, достижения более глубокого понимания закономерностях взаимосвязи морфологии структур и изломов, природы деформации и разрушения разнородных структур в целом. На этой основе вполне реален прогноз свойств неоднородной структуры из описания ее микроскопических составляющих и разрушения. Накопление необходимой статистики результатов перспективно также в связи с возможностью внесения в оценку структур и изломов количественных мер и разработки новой линейки соответствующих стандартов.

Прямой ввод информации в цифровой форме в компьютер и обработка в “реальном времени” реализованы, в частности, при измерениях рельефа изломов, структур и т д высокопрочных сталей и сплавов. Это позволило подойти к конструированию структур оптимальной конфигурации под заданные свойства.

Современные пакеты программ нередко создают иллюзию возможности извлечения неограниченного количества данных любой точности из любых измерений, но получаемый результат вовсе не отражает реальную действительность. Эксперимент всегда дает значение некоторой величины в конечном числе точек и с неизбежной случайной ошибкой в каждой точке. “Наследование” этих ошибок в ошибках конечных величин и устанавливает предел обработки: найденные параметры превышают собственную ошибку. Таков принцип максимума правдоподобия, гарантирующий минимальные случайные ошибки результата.

Цифровизация существенно расширила объем информации производственных данных и уровень их обработки. Сегодня, это анализ длинной цепи технологических операций, сквозной - от исходных материалов до конечного продукта. Его цель, на основе интеллектуальных алгоритмов Big data дать непрерывное управление качеством, оптимизацию технологии и продукта. Сложность - в выдвижении содержательных (и принципе проверяемых гипотез о цепочке причин событий. Программы же для проверки гипотез есть во многих готовых пакетах программ. Данный подход был апробирован на ряде различных технологий и показал свою эффективность для повышения однородности качества разнообразных материалов.

В целом, цифровизация в материаловедении, основанная на учете знаний о природе явлений и процессов, может быть перспективна при получении новых материалов, совершенствовании существующих, получения новых знаний.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.117

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ЭНЕРГИИ СЕГРЕГАЦИИ НА ПОДВИЖНОСТЬ АТОМОВ МЕДИ В ГРАНИЦЕ ∑5 С ПОМОЩЬЮ МЕТОДА МОЛЕКУЛЯРНОЙ ДИНАМИКИ.

Кулагин В.В., Ицкович А.А.
МИСиС, Москва, Россия
v.v-rus@mail.ru

В работе было проанализировано четыре потенциала межатомного взаимодействия, позволяющих оценить вклад энергии сегрегации атомов на границах зерен на кинетические характеристики границ зерен. За основу был взят потенциал чистой меди[1] и три модифицированных потенциала, в которых были введены изменения таким образом, что энтальпия смешения системы, энергия парного взаимодействия и энтальпия сегрегации отличались от потенциала меди. Значения параметров системы определяли в соответствии с термодинамическим определением этих величин, например: энтальпии сегрегации определяли как разность полной энергии системы с одним модифицированным атомом в объеме и в определенном положении на границе зерна для всех уникальных позиций атомов на границе. Для эксперимента была использована модель на основе EAM-потенциала Cu с двумя симметричными границами ∑5(001)[012]. Расположение атомов на границе было разделено на слои (рис.1 a). Были построены графики зависимости удельной энергии слоя (полная энергия системы, распределенная по атомам слоя) от расстояния до плоскости симметрии границы. Для примера представлены два значения с энергией сегрегации №1 = 0.008 и №2 = 0.478. (Рис.1 b) Видно значительный рост удельной энергии слоя с ростом энергии сегрегации. Методом молекулярной динамики определяли коэффициент диффузии (D) модифицированных атомов. Было получено, что в первом случае при температуре 1000К значение D составило $м^2/с$, а во втором $м^2/с$. При температуре 1200К разница выросла на порядок: для потенциала №1 $м^2/с$, а для №2 - $м^2/с$. Это демонстрирует, что с ростом энергии сегрегации падает подвижность атомов в границе.

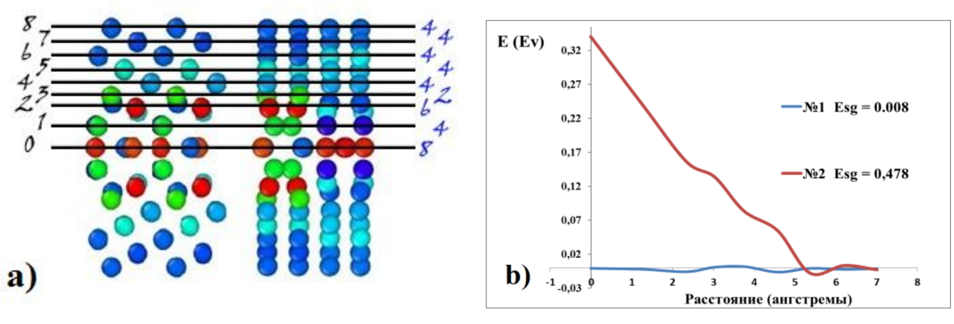


Рис.1 a) Распределение атомов по слоям. Слева номер слоя, справа число атомов в слое. Нулевой слой, плоскость симметрии границы. b) График зависимости удельной энергии слоя от расстояния до плоскости симметрии границы.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.118

1 Citation: M.I. Mendelev, and A.H. King (2013), "The interactions of self-interstitials with twin boundaries", Philosophical Magazine, 93(10-12), 1268-1278. DOI: 10.1080/14786435.2012.747012.

ФОРМИРОВАНИЕ ПРИПОВЕРХНОСТНОЙ СТРУКТУРЫ В КРИСТАЛЛАХ ПАРАТЕЛЛУРИТА ПРИ МИГРАЦИИ НОСИТЕЛЕЙ ЗАРЯДА ВО ВНЕШНЕМ ЭЛЕКТРИЧЕСКОМ ПОЛЕ

Куликов А.Г.[1,2], Благов А.Е.[1,2], Марченков Н.В.[1,2], Писаревский Ю.В.[1,2], Ковальчук М.В.[1,2]
[1] ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия
[2] НИЦ Курчатовский институт, Москва, Россия ontonic@gmail.com

В последнее время большой интерес вызывает исследование возможности контролируемого локального изменения дефектной структуры материала с целью управления его структурной организацией и функциональными свойствами для создания новейших систем хранения информации, накопления энергии и др. Особый интерес представляют 2D структуры, формируемые, как правило, с использованием наноразмерных материалов.

Формирование подобных структур у поверхности монокристалла за счет миграции и скопления носителей заряда под воздействием внешнего электрического поля является принципиально новым подходом. Возможность их образования была зафиксирована в диэлектрических монокристаллах парателлурита (TeO_2) [1] и титаната стронция ($SrTiO_3$) [2] при помощи методов рентгеновской дифракции.

Настоящая работа посвящена изучению динамики процесса образования и характеристик приповерхностных структур в парателлурите с использованием *in situ* метода рентгеновской дифрактометрии и электрофизических измерений. Проведены исследования эволюции формы, положения пиков и интегральной интенсивности кривых дифракционного отражения (КДО) в процессе установления равновесного состояния при подаче электрического поля напряженностью до 1,8 кВ/мм [3]. Установлено, что наблюдаемые эффекты зависят от полярности вызваны увеличением концентрации ионов кислорода и кислородных вакансий в приповерхностной области. Для определения анизотропии наблюдаемых эффектов измерения проведены для серии образцов со срезами (110), (100) и (001) на различных дифракционных рефлексах.

Предложен и реализован рентгендифракционный метод определения эффективной толщины формируемого внешним полем приповерхностного слоя с повышенной концентрацией носителей зарядов по измерению дифракционной картины от кратных порядков отражения. По экспериментальным данным произведены оценки толщины электрического слоя зарядов у поверхности, которые хорошо совпадают с расчетными значениями дебаевской длины экранирования и составляют значения порядка нескольких микрон.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН в части «выращивания, подготовки кристаллов и компьютерного моделирования» и Российского фонда фундаментальных исследований (гранты № 18-32-00410 мол_а, № 16-29-14057 офи_м) в части «проведения исследований в условиях воздействия электрического поля».

Литература

[1] М. В. Ковальчук, А. Е. Благов, А. Г. Куликов, и др. // Кристаллография, 2014, Т. 59. № 6. С. 862–866.
[2] J. Hanzig, M. Zschornak, E. Mehner, et al. // J. Phys.: Condens. Matter, 2016, 28, 225001.
[3] А. Г. Куликов, А. Е. Благов, Н. В. Марченков, и др. // Письма в ЖЭТФ, 2018, Т. 107. № 10. С. 679–683.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.119

РОСТ КРИСТАЛЛОВ СОПРЯЖЕННЫХ ЛИНЕЙНЫХ ОЛИГОМЕРОВ

Кулишов А.А.[1], Постников В.А.[1], Лясникова М.С.[1], Сорокина Н.И.[1], Волошин А.Э.[1], Борщев О.В.[2], Скоротецкий М.С.[2]

[1]ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва

[2]Институт синтетических полимерных материалов РАН, Москва

adakyla1255@gmail.com

Для развития органической опто-электроники необходимы новые материалы, совмещающие в себе хорошую производительность электро-транспортных свойств и высокий квантовый выход фотолюминесценции. Для достижения максимальной подвижности электро-транспорта требуются материалы с высоким структурным совершенством – монокристаллы. В этой связи линейные π-сопряженные олигомеры представляют большой интерес, поскольку на их основе можно сформировать с помощью различных ростовых методик сравнительно качественные монокристаллические структуры. С точки зрения выращивания кристаллов методы роста из растворов представляются наиболее привлекательными в силу своей сравнительной простоты и низкой стоимости затрат. Кроме того, с помощью растворных методов роста можно формировать кристаллические полупроводниковые структуры непосредственно на подложках, что представляет огромный интерес для технологии разработки устройств органической опто-электроники.

С точки зрения полупроводниковых свойств перспективными являются олигомеры с числом сопряженных звеньев N≥4. Однако из-за низкой растворимости данных веществ имеются серьёзные трудности в выращивании из растворов монокристаллов приемлемых размеров. Повысить растворимость олигомера можно путем добавления разветвленных концевых заместителей в структуру молекулы. Другой более энергоемкий подход в выращивании монокристаллов низко растворимых сопряженных олигомеров - метод парового физического транспорта (ПФТ).

В докладе представлены результаты исследований роста и структуры кристаллов линейных сопряженных олигомеров из семейств олигоаценов, олигофенилов, а также тиофен-фениленов и тиофен-оксазолов с центральным бензотиадиазольным фрагментом.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 19-32-90145 в части исследований олигоаценов и олигофенилов и при поддержке гранта РФФИ № 18-33-20050 в части исследований тиофен-оксазолов с центральным бензотиадиазольным фрагментом. Работа выполнена при использовании оборудования ЦКП «Структурная диагностика материалов» ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.120

ВЫРАЩИВАНИЕ МАЛОДИСЛОКАЦИОННЫХ КРИСТАЛЛОВ ГЕРМАНИЯ МОДИФИЦИРОВАННЫМ МЕТОДОМ КОНТРОЛИРУЕМОГО ТЕПЛООБМЕННИКА

А.Ф. Курусь, В.Н. Шлегель, Л.И. Исаенко

ИГМ СО РАН, ИНХ СО РАН, физ. ф-т НГУ, Новосибирск, Россия
kurusaf@ igm.nsc.ru, shlegel@niic.nsc.ru, lisa@igm.nsc.ru

Более 60 лет прошло со времен получения первого монокристалла германия, и, тем не менее, область применения этого материал до сих пор остается достаточно широкой [1]. Германий успешно применяется в качестве линз или окон в инфракрасных оптических системах в диапазоне длин волн от 1,8 до 15 мкм. Пластины монокристаллического германия благодаря его низкому рассогласованию решеток с арсенидом галлия применяется в качестве материала подложки при росте высококачественых эпитаксиальных слоев GaAs. Также возможно использование Ge вместо GaAs для изготовления магниторезистивных датчиков, транзисторов с высокой подвижностью электронов (HEMT), светодиодов и лазерных диодов [2].

В описанных приложениях особые требования предъявляются к структурному совершенству германия, в частности к плотности дислокаций. В отличие от кремния, получение германия с низкой плотностью дислокаций осложнено его малым критическим сдвиговым напряжением (CRSS= 10^6 MPa). Когда величина термоупругих напряжений превышает критическое значение, происходит их релаксация за счет пластической деформации кристалла с образованием, движением, или умножением дислокаций [3]. Следовательно, одним из способов снижения термоупругих напряжений и, как следствие, уменьшение скорости образования дислокаций является снижение температурных градиентов в кристалле в процессе его выращивания и охлаждения [4].

В данной работе исследовался процесс выращивания кристаллов германия в условиях низких температурных градиентов модифицированным методом контролируемого теплообменника. При помощи моделирования в пакете STR CGSim 18.1 разрабатывалась конструкция теплового узла и теплообменника, подбирался режим работы нагревателей и рассчитывалось распределение плотности дислокаций в кристалле на основе данных о термоупругих напряжениях по модели Александра- Хаасана. Полученная в результате моделирования конструкция теплового узла экспериментально апробировалась на примере выращивании кристалла германия диаметром 60 см. В результате выращен монокристалл германия в направлении <111> с плотностью дислокаций 200-500 $см^{-2}$.

Работа частично выполнена по государственному заданию ИГМ СО РАН и при финансовой поддержке Российского научного фонда: грант #19-12-00085.

1. Teal GK, Little JB. Phys Rev 1950;78:647
2. Depuydt, B., Theuwis, A., & Romandic, I. (2006). Germanium: From the first application of Czochralski crystal growth to large diameter dislocation-free wafers. Materials Science in Semiconductor Processing, 9(4-5), 437-443
3. Depuydt, Ben, Antoon Theuwis, and Igor Romandic. "Germanium: From the first application of Czochralski crystal growth to large diameter dislocation-free wafers." *Materials Science in Semiconductor Processing* 9.4-5 (2006): 437-443
4. Vo¨ lkl J.. In: Handbook of crystal growth, vol. 2b. Amsterdam: North-Holland; 1994. p. 821

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.121

ПОДАВЛЕНИЕ АКУСТИЧЕСКИХ И ТЕПЛОВЫХ ШУМОВ В МАГНИТОЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ДАТЧИКАХ МАГНИТНОГО ПОЛЯ НА ОСНОВЕ БИДОМЕННОГО КРИСТАЛЛА НИОБАТА ЛИТИЯ

Куц В.В.*, Турутин А. В., Кубасов И.В., Кислюк А.М., Киселев Д.А., Малинкович М.Д., Кобелева С. П., Пархоменко Ю.Н., Соболев Н.А.

НИТУ «МИСиС», г. Москва, Россия,
****e-mail: plaguespreadvitek@gmail.com***

В этом исследовании сообщается о создании высокочувствительного низкочастотного датчика магнитного поля на основе композитного мультиферроика, состоящего из бидоменного кристалла ниобата лития / метгласа в форме камертона. Достигнуто эффективное подавление акустических и тепловых шумов при измерение переменного магнитного поля. В качестве пьезоэлектрического компонента использовался бидоменный монокристалл ниобата лития y+128°-срез. Фольга из метгласа (выступающая в качестве магнитострикционного компонента) была асимметрично нанесена на каждый зубец камертона. Датчик продемонстрировал увеличение чувствительности к магнитному полю в 6.7 раза по сравнению с одиночным магнитоэлектрическим (МЭ) датчиком: предел обнаружения магнитного поля был увеличен с 20 пТ до 3 пТ на частоте резонанса 318 Гц, без дополнительного экранирования от внешних электромагнитных и аккустических шумов. Преимущества МЭ сенсоров на основе бидоменного ниобата лития по сравнению с сенсорами на основе PZT или PMN-PT заключаются в значительно более высокой термической и химической стабильности, безгистерезисном пьезоэлектрическом эффекте, большой устойчивости к воздействию ползучести и отсутствие усталости материала, отсутствие свинца в составе материала и простоте процесса изготовления. В конечном итоге, МЭ датчики в виде камертона на основе монокристаллов ниобата лития двухкомпонентного типа могут использоваться в низкочастотных, сверхчувствительных, дешевых и высокотемпературных датчиках магнитного поля для биомедицинских или космических применений.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.122

ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОЕ ПЛАЗМЕННОЕ СПЕКАНИЕ ВЫСОКОПРОЧНЫХ МЕЛКОЗЕРНИСТЫХ ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ КАРБИДА ВОЛЬФРАМА

Ланцев Е.А.[1], Нохрин А.В.[1], Болдин М.С.[1], Попов А.А.[1], Малехонова Н.В.[1], Исаева Н.В.[1,2], Благовещенский Ю.В.[2], Андреев П.В.[1], Сметанина К.Е.[1]

[1] Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет им Н.И. Лобачевского, г. Нижний Новгород, Россия
[2] Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН
elancev@nifti.unn.ru

Целью работы являлось исследование влияния размера исходных частиц порошков карбида вольфрама и количества свободного углерода на кинетику электроимпульсного плазменного спекания («Spark Plasma Sintering»), температурно-временные интервалы усадки, структуру и фазовый состав твердых сплавов WC-Co.

Объектами исследования выступали порошки WC-Co с различным исходным размером частиц карбида вольфрама: субмикронные промышленные порошки Alfa-Aesar и нанодисперсные порошки, полученные методом плазмохимического синтеза. В порошки подмешивалось различное количество свободного углерода от 0.1 до 1.5 вес.% в виде коллоидного графита исходя из начального содержания углерода в составе смеси. Порошки перемешивались в среде спирта с помощью планетарной мельницы «FRITSCH-PULVERISETTE 6» в течении 20 часов со скоростью 150 об/мин. Образцы спекались на установке «Dr. Sinter model SPS-625». Скорость спекания составляла 50 ^{o}C/мин. Варьировалось температура спекания, а также время выдержки при максимальной температуре и величина прикладываемого давления.

Анализ полученных результатов показал, что спекание твердых сплавов можно разделить на две стадии: интенсивное уплотнение на начальном и промежуточном этапе спекания, и медленное уплотнение на финальной стадии. Вне зависимости от исходного размера частиц карбида вольфрама и количества свободного углерода в составе порошков энергия активации первой стадии спекания составила ~8 kT_m. Энергия активации второй стадии спекания существенно зависит от количества свободного углерода.

Установлено, что основным механизмом спекания на обоих стадиях является диффузионная ползучесть кобальта, энергия активации зернограничной самодиффузии которого равняется рассчитанной нами при спекании. С помощью методов рентгенофазового анализа и электронной микроскопии показано, что смена механизмов спекания с интенсивного на более медленный происходит из-за того, что в области высоких температур (900-1000 ^{o}C) атомы вольфрама и углерода начинают интенсивно растворятся в кобальте, тем самым заметно тормозя его диффузионные свойства.

Полученные образцы твердого сплава характеризуются высокой твердостью (до 18÷20 ГПа) и трещиностойкостью (7,5÷9 МПа/м$^{1/2}$).

Работа выполнена при поддержке РНФ (грант №18-73-10177).

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.123

ПЕРСПЕКТИВНЫЕ ЖАРОПРОЧНЫЕ НИКЕЛЕВЫЕ СПЛАВЫ НА ОСНОВЕ МОНОАЛЮМИНИДА НИКЕЛЯ И ИХ ПРИМЕНЕНИЕ В АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЯХ

Левашов Е.А., Капланский Ю.Ю., Сентюрина Ж.А., Коротицкий А.В.
Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия
levashov@shs.misis.ru

Рассмотрены технологические схемы получения узкофракционных сферических порошков из жаропрочных никелевых сплавов на основе NiAl-Cr-Co-Hf и (Fe, Ni)Al, предназначенных для селективного электронно-лучевого сплавления (СЭЛС) и селективного лазерного плавления (СЛП). Первая технология основана на сочетании центробежного СВС- литья, вакуумного индукционного переплава с отливкой длинномерного электрода, плазменного центробежного распыления и последующей классификации с выделением порошков зернистостью 100-160 мкм. Вторая технология сочетает в себе механическое активирование реакционной смеси, синтез из элементов, измельчение продукта, сфероидизацию порошка в термической плазме, ультразвуковую отмывку от нанофракции, классификацию с выделением микропорошков фракции 20-45 мкм. Полученные порошки консолидировали методами ГИП, СЭЛС, СЛП. С помощью просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения в сплавах установлено преимущественное образование упрочняющей фазы Гейслера состава Ni_2AlHf вдоль границ зерен NiAl и наночастиц Hf, повышающих сопротивление высокотемпературной ползучести. "In-situ" исследования механизмов твердорастворных превращений в сплаве на основе (Fe, Ni)Al при нагреве в колонне просвечивающего электронного микроскопа показали, что морфология упрочняющих когерентных выделений α-Fe является размерным фактором. Изучено термомеханическое поведение перспективных сплавов. Оптимизированы режимы СЛП и получены детали лопатки ротора турбины. Постобработка деталей методом ГИП существенно повысила сопротивление ползучести сплава в интервале 700-1100 °C. По данным испытаний на осадку при температуре 850°C и скорости деформации 0,01 $с^{-1}$ предел текучести исследуемого сплава достиг значений: 455 МПа – для ГИП образца; 334 МПа – для СЛП; 495 МПа – для СЛП + ГИП.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного Фонда (Проект № 19-79-10226).

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.124

ТИТАНОВЫЕ СПЛАВЫ ДЛЯ КОММЕРЧЕСКОЙ АВИАЦИИ

Ледер М. О., Волков А. В., Калиенко М. С., Волкова Н. П., Шушакова Е. А.

ПАО «Корпорация ВСМПО-АВИСМА», г. Верхняя Салда, Россия

Kalienko@vsmpo.ru

На сегодняшний день авиационная промышленность остается первым и основным потребителем титана. Основными требованиями к материалам для авиакосмоса являются: малый вес, высокая удельная прочность, жаропрочность, сопротивление усталостным нагрузкам, трещиностойкость, коррозионная стойкость. Титановые сплавы являются конструкционными материалами, надежно работающими в сложной комбинации силовых и температурных полей при воздействии агрессивных сред, излучений и высоких давлений. Несмотря на увеличение использования в современных авиалайнерах новых композиционных материалов, доля использования традиционных титановых сплавов остается на высоком уровне и достигает 14 вес % у последних моделей гражданских авиалайнеров.

В работе представлены результаты исследования механических свойств титановых сплавов, разработанных ВСМПО: сплава VST5553, применяемого для изготовления крупногабаритных штамповок, плит, прутков, прессованных панелей; сплава VST3553, применяемого для изготовления плит, прутков, проволоки и метизов; нового экономно-легированного сплава VST2 для сверхпластической штамповки при пониженных температурах, а так же изготовления широкого сортамента полуфабрикатов, для замены сплава Ti-6Al-4V.

В работе представлены результаты исследования и сравнения жаропрочности и жаростойкости отечественных и зарубежных титановых сплавов. Рассмотрены возможные целевые уровни механических свойств в различных сферах применения.

В настоящее время к продукции и материалам авиационного назначения предъявляются высокие требования, как со стороны зарубежных потребителей, так и со стороны отечественных двигателестроительных предприятий. Разработка новых материалов и изготовление из них полуфабрикатов и готовых изделий с комплексом механических свойств, удовлетворяющих требованиям конструкторов, является одной из основных задач предприятия. Чтобы обеспечить производительность, экономию затрат и качество деталей для различных областей применений, необходим тесный диалог с конструктором и технологом изделия.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.125

К ВОПРОСУ О МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВАХ ПОРИСТЫХ КЕРАМИК НА ОСНОВЕ ОКСИДА КРЕМНИЯ

Лукьянов М.Н., Скворцова А.А., Чебенева И.Е., Скворцов А.А.
Московский политехнический университет, Москва, Россия
Skvortsovaa2009@yandex.ru

Работа посвящена изучению механических свойств пористых керамик на основе оксида кремния. В качестве материала для исследований в работе использовались образцы в виде параллелепипедов размером 15×15×50 мм с пористостью свыше 30% и диапазоном рабочих температур применения до 900 ^{0}C. Анализ состава и строения образцов был проведен с использованием высокоразрешающего автоэмиссионного сканирующего электронного микроскопа JSM 7500F, оснащенного ЭДС-детектором. Диаграммы сжатия регистрировались на испытательной машине МИ-40У (рис.1). Измерение динамических модулей упругости осуществлялось резонансным методом.

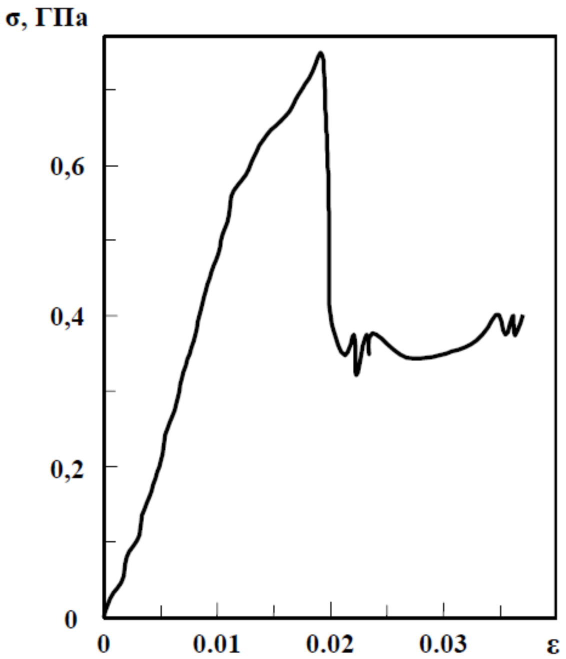


Рис.1. Диаграмма сжатия пористой (~30%) керамики на основе SiO_2.

Рассматриваемая керамика является при комнатной температуре хрупким материалом, для которого полностью выполняется закон Гука. При нулевой пористости модуль упругости керамики имеет значение E0=71 ГПа. При увеличении пористости модуль упругости может существенно уменьшатся. Зависимость модуля упругости от пористости в пределах 0-20% известны [1]. Нами проведены исследования зависимости динамического модуля высокопористой диатомитовой керамики от пористости (20-40%). Обнаружено, что модуль упругости рассматриваемого материала с высокой пористостью меньше кристаллического на два порядка [2]. Аналогичные результаты получены и по измерению зависимости динамического модуля упругости от плотности образцов.

Таким образом, в работе проведены измерения механических характеристик пористой керамики, экспериментально измерены значение динамического (E_d~0,3 ГПа) и статического (E_s~35 ГПа) модулей упругости и пористости (P~80 %) образцов.

1. Hosokawa M., Nogi K., Naito M. Yokoyama T. Nanoparticle Technology Handbook. Elsevier. 2008. 622 p.
2. Romashin A.G., Rusin M.Yu., Borodai F.Y. Structural ceramic and fibrous materials based on quartz glass. //Refractories and Industrial Ceramics. V. 45, Iss. 6. P. 387-391.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.126

Рост из растворов, структура и свойства кристаллов пара-терфенила и пара-кватерфенила и их производных с концевыми заместителями

Лясникова М.С.[1], Постников В.А.[1], Кулишов А.А.[1], Гребенев В.В.[1], Сорокина Н.И.[1], Борщев О.В.[2], Сурин Н.М.[2], Свидченко Е.А[2]., Понамаренко С.А.[2], Волошин А.Э.[2]

Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Ленинский проспект, д.59, 119333, г. Москва, Россия;
Институт синтетических полимерных материалов им. Н.С. Ениколопова РАН, Москва, Россия
mlyasnikova@yandex.ru

Среди органических люминофоров пара-терфенил (3P) известен как материал с высоким квантовым выходом люминесценции, а его монокристаллы востребованы как одни из наиболее эффективных органических сцинтилляторов для регистрации рентгеновского излучения, коротко-пробежных α-, β-частиц и быстрых нейтронов. Олигофенилы с числом ароматических колец в структуре молекулы больше 4 являются эффективными синими излучателями и обладают полупроводниковыми свойствами. Для получения монокристаллических пленок и пластин наиболее привлекательными с точки зрения простоты и последующего применения являются методы выращивания из растворов. Однако увеличением числа фенильных колец в линейной структуре молекулы олигомера приводит к значительному снижению растворимости, что ограничивает применение методов роста из растров. Введение концевых групп заместителей в структуру молекулы значительно повышает растворимость, способствуя тем самым улучшению характеристик роста.

В данной работе представлены результаты исследований влияния на пара-терфенил и пара-кватерфенил (4P) концевых триметилсилильных (-$Si(CH_3)_3$) и трет-бутильных (-$C(CH_3)_3$) групп на ростовые характеристики, структуру и оптико-люминесцентные свойства кристаллов.

Термогравиметрические данные кристаллов были исследованы с помощью ДСК и ТГА. Основываясь на этих исследованиях, параметры плавления для 3P и 4P были уточнены, а для их производных впервые установлены, в том числе полиморфные переходы.

Для получения монокристаллических пленок и пластин обычно использовали метод роста из растворов растворитель-растворитель [1]. В условиях применяемого метода рост кристаллических пленок по большей части осуществляется на межфазной границе жидкость-воздух. По этой причине верхняя грань кристаллов намного более гладкая (в некоторых случаях с шероховатостью на уровне мономолекулярных слоев), чем нижняя, смоченная раствором. Толщина пленок, выращенных в этих условиях, может варьироваться от сотен нанометров до сотен микрон, а их длина может превышать 20 мм. Исследована структура полученных кристаллических образцов при 85 и 293 K методом рентгеновской монокристаллической дифракции.

Впервые исследована растворимость производных 3P и 4P в толуоле при 293 K спектрофотометрическим методом. На основе построенной зависимости оптической плотности от концентрации установлены границы существования агрегированных растворов.

• Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН

[1] V. A. Postnikov et. al. *Crystallography Reports,* 2018, **63**, 1, 152-162.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.127

ВСПЫШЕЧНАЯ ЗАВИСИМОСТЬ ФОТОПРОВОДИМОСТИ ОТ ВРЕМЕНИ ВОЗБУЖДЕНИЯ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПЛЕНОК CdZnS

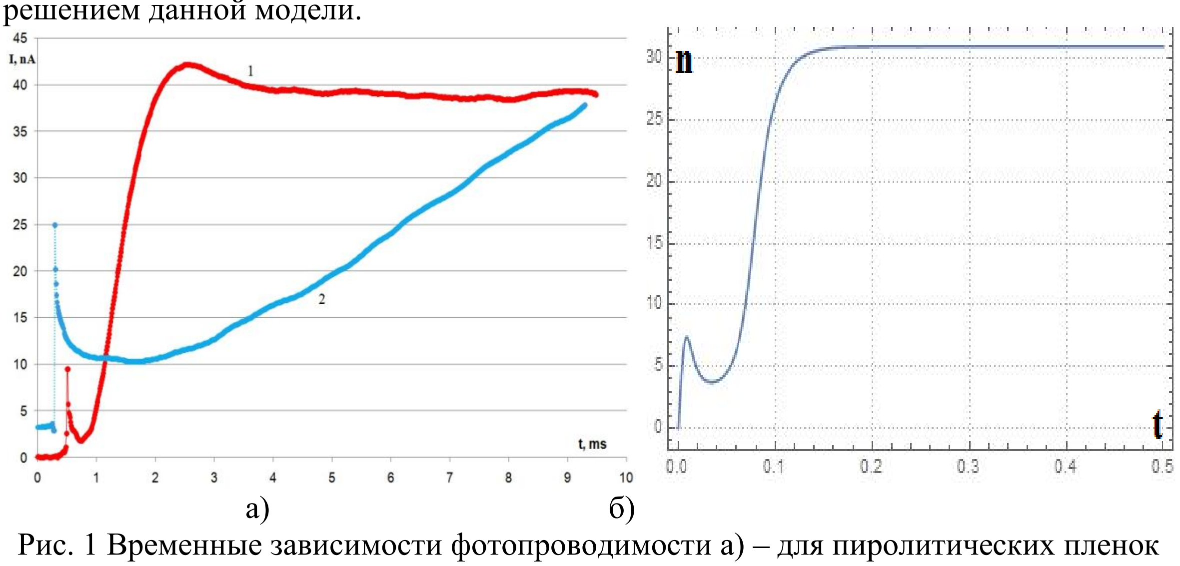
Майорова Т.Л.[*], Клюев В.Г., Звягин А.И.
Воронежский государственный университет
**Военный учебно-научный центр ВВС «Военно-воздушная академия им. проф. Н.Е. Жуковского и Ю.А. Гагарина»*
г. Воронеж, Россия
mtl084@yandex.ru

В данной работе представлены результаты исследования кинетики возбуждения фотопроводимости пиролитических пленок CdZnS с наноструктурированной поверхностью. При временном разрешении 5 мкс наблюдается, что временные зависимости фотопроводимости исследуемых структур имеют вспышечный характер (рис. 1а). Данный эффект является проявлением особенностей процессов генерации, рекомбинации и переноса неравновесных носителей заряда в материалах с поликристаллической структурой. Для поликристаллических структур характерно наличие потенциальных барьеров, формируемых в основном на межзеренных границах. В связи с этим для объяснения вспышечного характера временных зависимостей возбуждения фотопроводимости нами предложена модель, учитывающая центры локализации, сечение захвата носителей заряда которых функционально связано с оптической модуляцией поверхностного потенциального барьера [1].

$$\frac{dn}{dt} = \alpha - \beta n(n + n_s) - \delta_s(1 - e^{-At})(N_s - n_s)n$$

$$\frac{dn_s}{dt} = \delta_s(1 - e^{-At})(N_s - n_s)n$$

На рисунке 1б представлена кривая временной зависимости фототока, полученная решением данной модели.



а) б)

Рис. 1 Временные зависимости фотопроводимости а) – для пиролитических пленок CdS (1), $Cd_{0,5}Zn_{0,5}S$ (2), б) теоретическая.

Предложенная модель будет подробно представлена на конференции.

1. Mayorova T.L., Klyuev V.G., Zvyagin A.I. The mechanism of potential barrier photomodulation in nanocrystalline CdS films // The European Physical Journal D. – 2017. – V. 71. – Issue 2, February. – article 43, 71: 43.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.128

ПРОГНОЗИРОВАНИЕ ТЕМПЕРАТУРНОЙ ЗАВИСИМОСТИ МОДУЛЯ СДВИГА МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СТЕКОЛ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ КАЛОРИМЕТРИЧЕСКИХ ДАННЫХ

Макаров А.С., Митрофанов Ю.П., Афонин Г.В., Кобелев Н.П., Хоник В.А.
ФГБОУ ВО «Воронежский государственный педагогический университет», Воронеж, РФ,
a.s.makarov.vrn@gmail.com

Описание тепловыделения и поглощения тепла в ходе структурной релаксации стеклообразного состояния материала и его последующей кристаллизации в рамках межузельной теории (МТ) [1,2] послужило отправной точкой для проработки вопроса прогнозирования температурной зависимости модуля сдвига металлических стекол (МС) с использованием калориметрических данных. Тепловой поток МС W может быть рассчитан при помощи соотношения $W = \frac{\dot{T}}{\beta\rho}\left[\frac{G_{RT}}{\mu_{RT}}\frac{d\mu(T)}{dT} - \frac{dG(T)}{dT}\right]$ [1], где $\dot{T}$ – скорость нагрева, ρ – плотность МС, β – сдвиговая восприимчивость [3], G_{RT} и μ_{RT} – модуль сдвига МС и соответствующего кристалла при комнатной температуре, $G(T)$ и $\mu(T)$ – зависимости модуля сдвига МС и соответствующего кристалла от температуры. Соотношение для теплового потока W позволяет вывести формулу $G(T) = \frac{G_{RT}}{\mu_{RT}}\mu(T) - \frac{\beta\rho}{\dot{T}}\int_{RT}^{T} W(T)dT$ (1), с помощью которой можно рассчитать температурную зависимость модуля сдвига $G(T)$ МС при условии, что известна температурная зависимость модуля сдвига $\mu(T)$ кристалла и тепловой поток как функция температуры $W(T)$. Последний можно экспериментально определить при помощи дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК).

На рис. 1 приведен расчет температурных зависимостей модуля сдвига МС $Pd_{43.2}Cu_{28}Ni_{8.8}P_{20}$ в исходном и релаксированном состоянии при помощи уравнения (1) совместно с экспериментальными данными. Параметры, участвующие в расчете, приведены на рис.

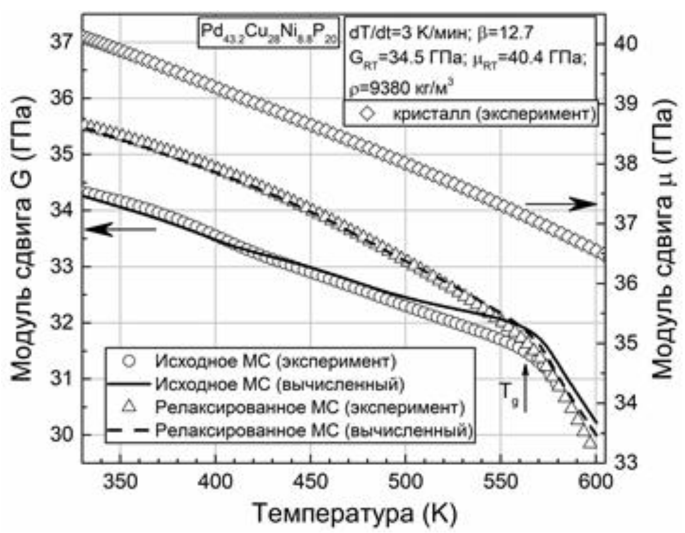


Рис. 1. Экспериментальная и вычисленная температурная зависимость модуля сдвига МС.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (задание 3.1310.2017/4.6).

Список литературы.

1. Mitrofanov Y.P., Wang D.P., Makarov A.S., Wang W.H., Khonik V.A. Sci. Rep. – 2016. – V. 6. – P. 23026.
2. Makarov A.S., Afonin G.V., Mitrofanov Yu P., Konchakov R.A., Kobelev N.P., Qiao J.C., Khonik V.A. J. Alloys Compd. – 2018. – V. 745. – P. 378–384.
3. Makarov A.S., Mitrofanov Yu.P., Afonin G.V., Kobelev N.P., Khonik V.A. Intermetallics. – 2017. – V. 87. – P. 1–5.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.129

ОБ ЭНЕРГИЯХ СВЯЗЕЙ В ЭЛЕМЕНТАРНОЙ ЯЧЕЙКЕ МОНТМОРИЛЛОНИТА

Макаров В.Н., Каныгина О.Н.
Оренбургский государственной университет, Оренбург, Россия
makarsvet13@gmail.com

При выборе перспективного сырья для новых функциональных материалов большой интерес вызывают монтмориллонит, а также каолинит содержащие глины. В настоящей работе объектом исследования выбрана элементарная ячейка монтмориллонита, подвергнутая воздействию СВЧ-полей.

Порошковые пробы природной монтмориллонитовой глины Оренбургской области (П0) подвергали микроволновому (частота 2,45 ГГц, мощность 750 Вт) в течение 10 минут в различных условиях. В первом случае (П1) частицы порошка облучали в воздушной среде. Во втором случае пробу (П2) облучали во влажной среде. Третья проба (П3) представляла собой однородную пластичную керамическую массу, состоящую из таких же частиц глинистых минералов и 10% (мас.) воды затворения. Для всех проб проведен рентгенофазовый анализ. В таблице 1 приведены кристаллографические плоскости, которые не регистрировались после воздействия СВЧ-полей.

Таблица 1 - Аморфизация кристаллической структуры монтмориллонита под воздействием СВЧ-полей

Проба	**П0**		**П1**		**П2**		**П3**	
(HKL)	**d, nm**	**I, o.e.**	**d, nm**	**I, o.e.**	**d, nm**	**I, o.e.**	**d, nm**	**I, o.e.**
(100)	0.50700	0.2	0.50500	0.1	-	0	-	0
(210)	0.24710	0.4	-	0	-	0	-	0
(003)	0.21370	0.3	0.21300	0.1	-	0	0.21300	0.2
(310), (142)	0.16560	0.7	0.16504	0.5	-	0	0.16492	0.2
Σ I,o.e.		1		0.54		0.27		0.36

По исчезновению кристаллографических плоскостей после воздействия СВЧ-полей на монтмориллонит, можно судить о группе ионов, которые покидают элементарную ячейку, аморфизируя кристаллическую структуру. Для описания этого процесса необходимо определить энергии активации ионов, которые расположены в рассматриваемых кристаллографических плоскостях. В настоящей работе представлены диапазоны значений энергий для связей в элементарной ячейке монтмориллонита, которые пересекались в кристаллографической плоскости в узлах кристаллической решетки (ионов, подверженных активации). Энергии связи считали равными энергиям активации ионов для рассматриваемых кристаллографических плоскостей (таблица 2).

Таблица 2 – Значения энергий активации удаления частиц из кристаллографической плоскости

Кристаллографическая плоскость (HKL)	Энергия межатомной связи, кДж/моль
(100)	303.568 ÷ 326.330
(210)	482.235 ÷ 609.826
(003)	1947.700 ÷ 2259.976
(310), (142)	3331.029 ÷ 4585.831

В результате воздействия СВЧ-полей сначала нарушаются связи с гидроксильными группами в кристаллической решетке (100). В плоскостях (210) и (003) разрушение кислородных тетраэдров и октаэдров связано с активацией ионов кислорода. В плоскостях (310), (142) идет разрушение кислородных тетраэдров и ковалентных связей; при этом тратится большая энергия. Следовательно, результаты расчета, приведенные в таблице 2, полностью отражают процесс аморфизации элементарной ячейки монтмориллонита в СВЧ-поле.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.130

РОСТ И НЕКОТОРЫЕ СВОЙСТВА КРИСТАЛЛОВ $(NH_4)_2Co(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$

Маноменова В.Л., Руднева Е.Б., Коморников В.А., Лясникова М.С., Козлова Н.Н., Волошин А.Э.

Институт кристаллографии им. А.В.Шубникова
ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» Российской академии наук, Москва, Россия
E-mail: manomenova.vera@mail.ru

Использование так называемого солнечно-слепого спектрального диапазона 200÷300 нм дает уникальную возможность создания нового класса высокочувствительных приборов дистанционного анализа и диагностики. Такие приборы используются для дистанционной диагностики линий электропередач, экологического мониторинга земных и водных пространств, в медицинской диагностике, а также в системах защиты от террористических атак. В качестве оптических элементов в этих приборах успешно используются монокристаллы α-$NiSO_4 \cdot 6H_2O$, представители никелевого ряда солей Туттона – $K_2Ni(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ и $(NH_4)_2Ni(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$, а также кристалл $K_2Co(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ (KCSH), обладающие уникальными полосчатыми спектрами пропускания в интервале 200-900 нм.

В этой работе была поставлена цель впервые получить крупные монокристаллы $(NH_4)_2Co(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ (ACSH), продолжающие кобальтовый ряд солей Туттона, хорошего оптического качества и исследовать их свойства, определяющие возможность использования ACSH в качестве солнечно-слепых УФ фильтров. Кристалл ACSH относится к моноклинной сингонии (пр. гр. $P2_1/a$). Параметры кристаллической решетки: a = 6.2424(5), b = 12.5231(5), c = 9.2565(9) Å, β = 107.029(7)°, Z = 2, Dc = 1.897 г/см^3.

Исследование кривой растворимости $(NH_4)_2Co(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ в воде и температурной зависимости плотности насыщенных растворов позволило проводить рост кристаллов ACSH при заданном пересыщении раствора. Были выращены кристаллы ACSH размером до 56×72×57 мм. Определены температурные и гидродинамические режимы, позволяющие выращивать кристаллы ACSH хорошего оптического качества со скоростями роста граней (100), (010) и (001) до 2,6; 3,3 и 3,0 мм/сут., соответственно.

Исследование реальной структуры кристаллов ACSH методом проекционной рентгеновской топографии по Лангу показало, что кристаллы обладают незначительной зонарной и секториальной неоднородностью. Результаты исследования монокристаллических образцов ACSH методами ДСК и ТГА при скорости изменения температуры 2 K/мин показали, что ACSH незначительно уступает кристаллу KCSH в температурной устойчивости. В диапазоне длин волн от 200 до 900 нм спектральные характеристики кристаллов ACSH и KCSH сходны, что определяется наличием в их структуре иона Co^{2+} с электронной конфигурацией d^7 в октаэдрическом поле молекул воды. Пропускание в УФ области кристаллических образцов ACSH толщиной 10 мм превышает 85%.

Сочетание спектральных характеристик кристалла ACSH, его термической устойчивости и структурного совершенства, а также возможность выращивания ACSH с высокими скоростями дают возможность успешно использовать этот кристалл в качестве УФ фильтра в приборах солнечно - слепой технологии.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.131

Рентгенотопографические исследования CVD монокристаллов алмаза.

С.Ю. Мартюшов[1], Н.В. Корнилов[1], С.Н. Поляков[1], С.И. Жолудев[1], А.А. Ломов[2], И.Л. Шульпина[3]

1 Институт сверхтвердых и новых углеродных материалов, 108840, Россия, г. Москва, г. Троицк, ул. Центральная, д.7а
2 Физико-технологический институт имени К.А. Валиева РАН
Россия, 117282, г. Москва, Нахимовский проспект, дом 36/1
3 Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук
194021, Санкт-Петербург, Политехническая ул., 26

Алмаз обладает рядом уникальных свойств, позволяющих его использование для работы в экстремальных условия, когда другие материалы не применимы. Эти уникальные свойства - сверхтвердость, радиационная стойкость, оптическая прозрачность. Однако множество возможных применений алмаза требует создания технологий варьирования его свойств в широком диапазоне.

Для изучения влияния скорости роста CVD кристалла на качество материала мы взяли высококачественную HPHT подложку толщиной 700μm. На данной подложке был выращен CVD слой с высокой скоростью роста. Сверх этого толстого слоя быстрого роста был нарощен более тонкий CVD слой со значительно меньшей скоростью роста. Получившийся «сэндвич» был разрезан лазером на три части по границам, соответствующим разделению зон роста. Были получены три кристалла разной толщины. Каждый из этих кристаллов мы исследовали методами рентгеновской проекционной и секционной топографии Ланга [1].

Обсуждается, как дефекты наследуются из предыдущего слоя и прорастают в следующий и/или возникают новые дефекты – дислокации несоответствия, дефекты упаковки и дисклинации. Применение секционной топографии позволило получить дополнительную информацию о совершенстве реальной структуры слоев, выраженную в присутствии на секционных топограммах интерференционных полос.

Рис 1. Проекционная (по Лангу) топограмма среднего участка быстрого роста с наложенными на нее сверху полосами секционных топограмм.

Работа частично выполнена (при поддержке) в рамках Государственного задания ФТИАН имени К.А. Валиева РАН по теме № 0066-2019-0004

Литература:

[1] Д.К. Боуэн, Б.К. Таннер. Высокоразрешающая рентгеновская дифрактометрия и топография. Санкт-Петербург: Наука. 2002. 275 с.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.132

Метод Лауэ в исследовании 2D слоев бор-углерод с несоразмерными модуляциями в легированных бором алмазах.

С.Ю.Мартюшов[1], В.А. Москаленко[2], С.Н.Поляков[1], С.И. Жолудев[1]

1 Институт сверхтвердых и новых углеродных материалов, 108840, Россия, г. Москва, г. Троицк, ул. Центральная, д.7а.

2 Московский физико-технический институт (государственный университет), 121701, Московская обл., г. Долгопрудный, Институтский пер., д.9.

Обнаружение двумерных слоев бор-углерод в легированных бором монокристаллах алмазах (ЛБА), позволило по-новому взглянуть на проявление в них металлической проводимости и сверхпроводимости [1]. Проведенные ранее исследования показали, что слои B-C на поверхности и в объеме образуются в виде отдельных островков различного размера. Для проведения более детальных исследований 2D слоистой структуры с целью понимания взаимосвязи с физическими свойствами, а также с точки зрения практических применений в алмазной электронике эффективным методом является рентгеновская дифракция, в том, числе метод Лауэ.

В настоящей работе приведены данные исследования ростовой грани ЛБА методом Лауэ с использованием узкого (~100мкм) яркого рентгеновского пучка. Результаты исследований позволили обнаружить участки с 2D слоями и оценить их поперечные размеры. На рис. 1 приведены лауэграммы локальных участков поверхности кристалла с указанием положения рентгеновского пучка. На лауэграмме (б) отчетливо наблюдаются дополнительные пятна Лауэ от 2D слоев с несоразмерными модуляциями. Именно благодаря этим данным наряду с данными двухкристальной рентгеновской дифрактометрии был сделан вывод о несоразмерности слоев, что позволяет отнести такие кристаллы к категории апериодических с несоразмерными модуляциями [2]. Эти данные хорошо коррелируют с данными исследований поверхности ЛБА методами комбинационного рассеяния света и атомно-силовой микроскопии.

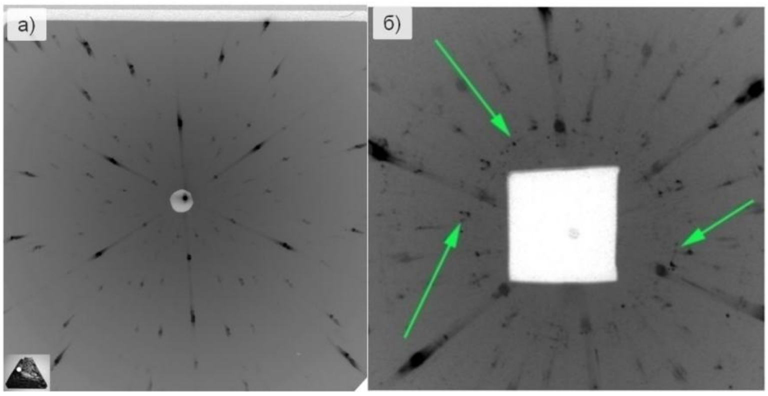


Рисунок 1. Лауэграммы локальных участков ростовой грани ЛБА (а,б). Стрелками указано положение дополнительных пятен Лауэ, обусловленных наличием двумерных слоев с несоразмерными модуляциями.

Работа выполнялась при финансовой поддержке РФФИ, грант № 18-02-00415

Литература.

1. Polyakov S.N., Denisov V.N., Mavrin B.N. et al. Formation of Boron-Carbon Nanosheets and Bilayers in Boron-Doped Diamond: Origin of Metallicity and Superconductivity // Nanoscale Research Letters. 2016. V. 11. P. 11-19**.**
2. Sander van Smaalen. Incommensurate Crystallography. (OxfordUniversity Press, 2007).

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.133

НЕРАВНОВЕСНАЯ ЭВОЛЮЦИОННАЯ ТЕРМОДИНАМИКА.

ИДЕИ, РЕЗУЛЬТАТЫ, ПРОБЛЕМЫ, ПЕРСПЕКТИВЫ

Метлов Л.С.[1], Глезер А.М.[2]

[1]ГУ "Донецкий физико-технический институт", Донецк, Украина, lsmet@donfti.ru
[2]НИТУ "МИСиС",Москва, Россия

При обработке металлов и сплавов методами мегапластической деформации (МПД) в них протекают многоуровневые процессы структурной перестройки с генерацией таких основных структурных дефектов, как дислокации и границы зерен. Для описания кинетики процессов дефектообразования разрабатываются специальные методы неравновесной эволюционной термодинамики (НЭТ) [1-3].

В основу метода положены две основные идеи. Это модификация основного термодинамического равенства Гиббса, объединяющего первый и второй закон термодинамики с учетом трансформации энергии на внутренних степенях свободы [2]. Плотности дефектов рассматриваются, как дополнительные независимые термодинамические переменные, отвечающие за каналы диссипации энергии, полученной от необратимой части работы внешних сил. Для замыкания системы уравнений НЭТ используется идея эволюционных уравнений Ландау, записанные относительно внутренней энергии, вместо свободной. Такой прием позволил обойти ту трудность, что в отличие от точечных дефектов, такие крупные структурные дефекты, как дислокации и границы зерен, в принципе не могут находиться в тепловом равновесии со всей системой, поскольку при любой температуре (ниже температуры плавления) эти виды дефектов могут иметь любую плотность.

Основным достижением, полученным в рамках НЭТ является расчет кривой упрочнения, и смена типа упрочнения с закона Холла-Петча на начальной стадии МПД линейным законом упрочнения на развитой стадии МПД [2]. В рамках НЭТ естественным образом возникает предельная структура, как стационарное состояние, завершающее эволюции физической системы (нулевое начало НЭТ).

Метод НЭТ на данной стадии развития нельзя относить к методам математической физики, поскольку он не связывает напрямую процессы дефектообразования и величину пластической деформации, а следовательно, не позволяет использовать граничные условия при полном описании процесса МПД. Устранение этого «недостатка» может быть одним из важных направлений развития метода. Метод использует приближение среднего поля, однако, в некоторых случаях важным становится учет стохастических явлений, например, для описания формирования двухмодовых распределений по размерам зерен при МПД [4, 5]. Перспективным направлением развития НЭТ можно считать также включение в его схему помимо поликристаллических материалов, также аморфных сплавов, что потребует уточнения понятия структурного дефекта. Важным направлением является также разработка статистического варианта НЭТ с учетом того, что фундаментальным движением, наряду с тепловым, можно считать само пластическое течение, точнее МПД [4].

1. L.S. Metlov, Phys. Rev. Lett. **106**, 165506 (2011).
2. L.S. Metlov, Phys. Rev. E **90**, 022124 (2014).
3. А.М. Глезер, Л.С. Метлов, ФТТ **52**, 6, 1090 (2010)
4. Л.С. Метлов, Физика и техника высоких давлений **29**, 1, 28 (2019)
5. A.V. Khomenko, D.S. Troshchenko, L.S. Metlov, Phys. Rev. E (2019) Accepted paper.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.134

ДЕФЕКТНАЯ СТРУКТУРА В КРИСТАЛЛАХ $CaMoO_4$

Минаева Я.В.[1], Забелина Е.В.[1], Козлова Н.С.[1], Бузанов О.А.[2], Козлова А.П.[1], Чичков М.В.[1], Иржак А.В.[1,3]

[1] НИТУ «МИСиС», г.Москва, Россия,
[2] ОАО «Фомос-Материалс», г. Москва, Россия
[3] ИПТМ РАН, г. Черноголовка, Россия
yanaa.3@mail.ru

$CaMoO_4$ – известный кристалл с точечной группой симметрии 4/m. В настоящее время наибольший интерес представляет использование молибдата кальция для поиска редких событий, в частности, для регистрации двойного безнейтринного бета-распада (0ν2β-распада). Обнаружение 0ν2β-распада могло бы стать важнейшим фундаментальным открытием и позволило бы доказать, что нейтрино является и материей, и антиматерией одновременно. Возможность 0ν2β-распада показана для изотопов ^{100}Mo, таким образом, введение данного изотопа в матрицу позволяет использовать молибдат кальция для создания детектора, который будет являться и источником, и регистратором события. Для таких применений к материалам предъявляются жесткие требования - они должны характеризоваться отсутствием окраски и рассеивающих центров, показатель ослабления μ (λ = 520 нм) < 0,01 $см^{-1}$. Высокое оптическое качество кристаллов должно сохраняться в течение всего периода (года) работы детектора.

$CaMoO_4$ сразу после выращивания обладает синей окраской, кристаллы в исходном состоянии и после изотермических отжигов могут содержать рассеивающие центры. Природа центров окраски и модель их образования в $CaMoO_4$ в настоящее время не определены. Причины возникновения рассеивающих центров, их природа и характеристики не установлены.

Целью данной работы является исследование оптических свойств и дефектной структуры в кристаллах молибдата кальция, подвергнутых послеростовым воздействиям и длительной выдержке.

Все образцы, исследованные в данной работе, были получены из кристаллов, выращенных в ОАО «Фомос-Материалс». Образцы были исследованы в исходном состоянии, после отжигов при T = 1000 ^{o}C, после выдержки в течение двух лет при $T_{комн}$. Исследования образцов проводилось на микроскопе «Axio Imager M1m» фирмы Carl Zeiss в проходящем поляризованном и неполяризованном свете с использованием методов Маляра, эффекта Тиндаля, полоски Бекке. На спектрофотометре «Cary-5000» фирмы Agilent Technologies с приставкой «UMA» получены спектры пропускания при *p*- и *s*- поляризации света. Проведены расчеты дисперсионных зависимостей показателей ослабления, установлена анизотропия показателя ослабления и ярко выраженный дихроизм при измерении в направлении, перпендикулярном оптической оси. При помощи рамановского спектрометра ИнСпектр R532 был исследован эффект Рамана и получены рамановские спектры при разных ориентировках кристалла.

Показано влияние режимов отжигов и длительной выдержки на оптическую однородность, оптические свойства и дефектную структуру $CaMoO_4$. Установлено, что показатель ослабления бесцветного образца наиболее близок к требуемому значению, величина показателя ослабления меняется при длительной выдержке.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.135

РЕЛАКСАЦИЯ МАКРОСКОПИЧЕСКОЙ СДВИГОВОЙ УПРУГОСТИ КАК ИНТЕГРАЛЬНЫЙ ИНДИКАТОР РЕЛАКСАЦИОННЫХ ЯВЛЕНИЙ В МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СТЕКЛАХ

Митрофанов Ю.П., Кобелев Н.П., Хоник В.А.

Воронежский государственный педагогический университет, г.Воронеж, Россия,

v.a.khonik@vspu.ac.ru

В настоящее время накапливается все больше фактов, свидетельствующих о том, что энергетические барьеры, определяющие разнообразные релаксационные процессы в металлических стеклах, контролируются нерелаксированным модулем сдвига. Эта гипотеза положена, в частности, в основу межузельной теории конденсированного состояния, предполагающей, что за релаксационные явления в металлических стеклах ответственны «дефекты» структуры, которые по своим свойствам аналогичны межузельным гантелям в кристаллических металлах. Энтальпия формирования этих дефектов пропорциональна модулю сдвига, который, в свою очередь, определяет их концентрацию. Прецизионные измерения модуля сдвига позволяют контролировать изменение концентрации дефектов, отражающую кинетику релаксационных явлений в металлических стеклах.

Этот подход развивается настоящими авторами в течение ряда лет и оказался весьма плодотворным. На основе этого подхода удалось количественно интерпретировать разнообразные релаксационные явления, возникающие при структурной релаксации (в пределах аморфного состояния) и кристаллизации металлических стекол. Прежде всего это относится к многочисленным примерам взаимосвязи релаксации сдвиговой упругости и тепловых явлений (тепловыделение и/или теплопоглощение). Оказалось, что избыточная внутренняя энергия некристаллического состояния (по отношению к материнскому кристаллу) контролируется в основном упругой энергией системы дефектов типа межузельных гантелей. Эта энергия выделяется в виде тепла при кристаллизации стекла, так что теплота кристаллизации приблизительно равна упругой энергии этих дефектов, контролируемой макроскопическим модулем сдвига. Этот же подход позволил объяснить взаимосвязь между энтальпиями структурной релаксации и кристаллизации стекла с энтальпией плавления материнского кристалла. Было также установлено, что избыточная энтальпия стекла, контролируемая модулем сдвига, определяет высоту низкотемпературного «бозонного» пика теплоемкости металлических стекол.

Представляемый доклад посвящен обзору и экспериментальной апробации указанного подхода, наглядно демонстрирующего генетическую связь релаксации сдвиговой упругости с релаксационными явлениями в металлических стеклах.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.136

Взаимосвязь между высотой бозонного пика теплоемкости и избыточной энтальпией металлического стекла

Ю.П. Митрофанов[1], А.С. Макаров[1], Г.В. Афонин[1], К.В. Захаров[2], А.Н. Васильев[2,3,4], Н.П. Кобелев[5], G. Wilde[6], В.А. Хоник[1]

[1] Воронежский государственный педагогический университет, Воронеж, Россия
[2] Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия
[3] Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия
[4] Южно-Уральский государственный университет (национальный исследовательский университет), Челябинск, Россия
[5] University of Münster, Münster, Germany
[6] Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Россия

Теплоемкость стекол при температурах 5–15 К имеет особенность, которую называют бозонным пиком. Его природа остается неизвестной, несмотря на многолетние исследования. В целом известно, что бозонный пик теплоемкости стекол связан с избыточной (по сравнению с дебаевской компонентой) плотностью колебательных состояний в терагерцевом диапазоне. В данной работе были выполнены измерения низкотемпературной теплоемкости стекла на основе Pd после различной предварительной термообработки. При этом были проведены измерения тепловых эффектов методом дифференциальной сканирующей калориметрии. Полученные данные показывают, что высота бозонного пика теплоемкости функционально (логарифмически) связана с изменением энтальпии при структурной релаксации и кристаллизации. Предполагая, что наблюдаемые тепловые эффекты связаны с диссипацией упругой энергии дефектов [1], в рамках межузельной теории получено соотношение, которое связывает высоту бозонного пика и избыточную энтальпию стекла. Анализ показывает, что экспериментальные данные и теоретический расчет хорошо согласуются друг с другом. Таким образом, результаты нашего исследования подтверждают гипотезу межузельной теории, согласно которой бозонный пик теплоемкости стекол связан с низкочастотными резонансными колебательными модами дефектов, обладающих свойствами межузельных гантелей [2].

[1] Afonin G.V. Universal relationship between crystallization-induced changes of the shear modulus and heat release in metallic glasses / G.V. Afonin, Yu.P. Mitrofanov, A.S. Makarov, N.P. Kobelev, W.H. Wang, V.A. Khonik // Acta Materialia. – 2016. – Vol. 115. – P. 204–209.
[2] Granato A.V. Interstitial resonance modes as a source of the boson peak in glasses and liquids / A.V. Granato // Physica B. – 1996. – Vol. 219–220. – P. 270–272.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.137

СОВРЕМЕННЫЕ ВОЗМОЖНОСТИ НЕЙТРОННОЙ ТОМОГРАФИИ НА РЕАКТОРЕ ИР-8 В ОБЛАСТИ МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ

Мурашев М.М., Глазков В.П., Эм В.Т., Борисова П.А., Коваленко Е.С.

Национальный исследовательский центр "Курчатовский институт", Москва, Россия.

Нейтронная томография является **мощным инструментом исследования внутренней структуры объектов**, основанным на регистрации прошедшего через объект нейтронного излучения. Преимуществами нейтронов по сравнению с другими видами излучения (рентгеновское, синхротронное) являются чувствительность к лёгким атомам, немонотонная зависимость коэффициента поглощения нейтронов от номера элемента в периодической таблице, высокая проникающая способность, что дает возможность этим методам дополнять друг друга, давая более объемную информацию о внутренней структуре объектов.

На сегодняшний день станция для нейтронной томографии ДРАКОН, входящая в состав УНУ НИК ИР-8* (НИЦ «Курчатовский институт»), является единственной в России томографической установкой, использующей в качестве проникающего излучения тепловые монохроматические нейтроны в широком диапазоне длин волн (λ=1.75-4.5 Å). Изменение длины волны позволяет варьировать контраст между, имеющих разный химических состав и/или разную структуру фрагментами исследуемого объекта. На станции проводятся измерения образцов с линейными размерами от 10 до 250 мм (в зависимости от их химического состава и плотности), и весом до 100 кг. Для объектов с линейными размерами ~20 мм пространственное разрешение составляет ≈200 мкм.

Использование метода нейтронной томографии позволяет проводить научные эксперименты по анализу внутреннего строения технологических, инженерных, геологических (и др.) объектов. В качестве иллюстрации возможностей экспериментальной станции в докладе приводятся наиболее яркие полученные результаты за последнее время: визуализирована внутренняя структура литых лопаток газотурбинного двигателя на предмет закупорки охлаждающих каналов; показан эффект появления контраста между ферритной и мартенситной фазой в тестовом образце; визуализирована внутренняя структура металл-матричных композитов из аустенитного сплава с фуллереном комплементарными методами рентгеновской и нейтронной томографии, показано распределение неоднородностей по всему объему композитов.

Работа частично выполнена при поддержке гранта *РФФИ 18-32-00262 мол_а «Исследование нанокомпозитов из железо-никелевого сплава с аморфной фазой фуллеренов».*

*Уникальная научная установка «Нейтронный исследовательский комплекс на базе реактора ИР-8»

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.138

СТРУКТУРНЫЕ АСПЕКТЫ ЭВОЛЮЦИИ СВЕРХГЛАДКОЙ ПОВЕРХНОСТИ ИОННЫХ КРИСТАЛЛОВ. ПРИМЕНЕНИЕ В ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ ТЕХНОЛОГИЯХ

А.Э.Муслимов, А.В.Буташин,В.М.Каневский

Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН, 119333 Москва, Россия

Террасно-ступенчатые структуры (ТСН) из атомно-гладких граней на вицинальных поверхностях кристаллов возникают вследствие анизотропии их поверхностной энергии и наблюдаются на свежих сколах, растущих или подвергнутых травлению поверхностях кристаллов. Развитие технологии обработки кристаллов (*Si*,сапфир α-Al_2O_3, *SiC*, *GaN*, $LiNbO_3$, $SrTiO_3$ и др.) как подложечных материалов и элементов рентгеновской и интегральной оптики привело к получению сверхгладкой поверхности (R_z~0.2 nm), на которой проявляется дискретность и периодичность, присущие строению кристаллов. На этапе обработки поверхности подложек появление на них террасно-ступенчатой наноструктуры (ТСН) является результатом бинарного воздействия – химического травления и механического скалывания в процессе химико-механической полировки (ХМП). Высокотемпературный отжиг радикально меняет морфологию сверхгладкой поверхности кристаллов после ХМП или скола по плоскости спайности. Например, при отжиге на воздухе (t=1000÷1400°C) изначальные ТСН на сапфировой поверхности взаимодействуют и укрупняются. При нагревании лангасита $La_3Ga_5SiO_{14}$ на его поверхности наблюдали как образование ступеней, так и признаки термодеструкции. Для сапфира и лангасита удалось обнаружить этап "поверхностного плавления", как промежуточный в процессе рекристаллизации поверхности. Отжиг атомарно-гладкой (0001) поверхности кристаллов $LaMgAl_{11}O_{19}$ со структурой магнетоплюмбита 1200°C приводит к рекристаллизации и значительным морфологическим изменениям поверхности: образованию плоских треугольных или гексагональных призм со строго параллельными сторонами с размерами в плоскости (0001) до 500 нм. Можно заключить, что процессы движения или образования ступеней на сверхгладкой поверхности рассмотренных ионных кристаллов начинаются при 900÷1000°C, при повышении температуры отжига наблюдается тенденция к укрупнению ступеней. Наличие слоев плотноупакованных атомов кислорода, параллельных поверхности кристалла, стабилизирует процессы движения, взаимодействия и роста ступеней ТСН, не только в простых двойных соединениях (α-Al_2O_3), но и в тройных ($LiNbO_3$ и $LiTaO_3$) и четверных ($LaMgAl_{11}O_{19}$). Более «рыхлые» по структуре соединения ($La_3Ga_5SiO_{14}$) подвержены термодеструкции, а в очень сложных по структуре соединениях (гранаты $Gd_3Ga_5O_{12}$ и $Y_3Al_5O_{12}$) процессов рекристаллизации, с образованием и движением ступеней при термическом воздействии вообще не наблюдали.

В работе также рассматривается влияние морфологии поверхности кристаллических подложек на эпитаксиальный рост и физические свойства металлических, полупроводниковых и диэлектрических пленок. Полученные результаты могут найти широкое применение в современной электронике, в вопросах проектирования устройств, обеспечении их стабильности.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника" и РФФИ (грант №18-29-12099 мк).

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.139

ТЕРМОЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ ЯВЛЕНИЯ В МОНОКРИСТАЛЛАХ ПЕНТАОКСИДА ВАНАДИЯ V_2O_5

А.Э.Муслимов, А.В.Буташин, В.М.Каневский

Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН, 119333 Москва, Россия

Прямое преобразование тепловой энергии в электрическую энергию рассматривается как очень перспективное направление развития энергетики, и это обусловлено разработкой эффективных термоэлектрических материалов, например халькогенидов металлов типа Bi_2Te_3 и PbTe. Оптимальный термоэлектрический материал должен сочетать высокие значения коэффициента Зеебека, электропроводности и низкое значение теплопроводности, а также быть устойчивым к эксплуатации на воздухе при высоких температурах. Последний критерий ограничивает температурный диапазон применения термоэлектриков на основе халькогенидов металлов ввиду их окисления, поэтому актуальным является поиск эффективных термоэлектриков среди оксидов металлов.

В [1] было показано, что тонкие поликристаллические пленки пентаоксида ванадия V_2O_5 являются перспективным термоэлектрическим материалом, сочетающим высокое значение коэффициента Зеебека и низкую теплопроводность, а увеличение сравнительно низкой электропроводности пленок V_2O_5 может быть достигнуто допированием материала ионами иной, чем V^{5+}, валентности или ионной имплантацией золота в пленку. Поскольку проводимость монокристаллов V_2O_5 сильно анизотропна, можно найти оптимальную ориентацию среза для повышения термоэлектрической эффективности, чего нельзя сделать с поликристаллическими пленками. В настоящей работе исследованы термоэлектрические свойства сколов (001) монокристаллов V_2O_5. На начальном этапе, с использованием туннельной микроскопии в атмосферных условиях, были получены изображения атомарной структуры поверхности (001) скола кристалла V_2O_5, которая формируется, главным образом, за счет атомов кислорода. Расстояние между кислородными рядами составляет порядка 12.1 Å, что достаточно близко к параметру *b* кристалла V_2O_5, а сами ряды параллельны направлениям <100> в кристалле. Наблюдаемый параметр периодичности элементов в этих рядах около 3.6 Å и также соответствует параметру *a* в кристалле V_2O_5. Было получено значение термоэлектрической добротности сколов (001) V_2O_5, которое увеличивалось при повышении температуры от 370 до 570 К с 10^{-6} до 0.5×10^{-4} K^{-1}. Эта величина на несколько порядков выше значения полученного при тех же температурах для поликристаллических пленок V_2O_5 [1], однако для дальнейшего повышения проводимости, по всей видимости, необходимо прибегать к допированию кристаллов V_2O_5.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника” и РФФИ (грант №18-29-12099 мк).

Литература

1. R. Santos, J. Loureiro, A. Nogueira, et al. Thermoelectric properties of V_2O_5 thin films deposited by thermal evaporation // Appl. Surf. Science. 2013. V. 282. P. 590– 594.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.140

ПАРАМЕТРЫ ЛОКАЛИЗОВАННЫХ СОСТОЯНИЙ И ПРЫЖКОВАЯ ТЕРМОЭДС В $TlCrS_2$

<u>Мустафаева С.Н.</u>[1], **Асадов С.М.**[2], **Джаббаров А.И.**[1]
[1]Институт физики Национальной академии наук, Баку, Азербайджан
[2]Институт катализа и неорганической химии Национальной академии наук, Баку, Азербайджан
E-mail: solmust@gmail.com

Соединения с химической формулой $TlMeX_2$ (Me – Co, Ni, Fe, Cr, Mn; X – S, Se, Te) представляют научный и практический интерес с точки зрения не только физического материаловедения, но и для приложений, например, эффективного преобразования тепловой энергии в электричество. Одним из представителей таких материалов является соединение $TlCrS_2$. В литературе отсутствуют сведения о механизме проводимости и коэффициенте термо-эдс в $TlCrS_2$. Однако, установление физических закономерностей температурных зависимостей электропроводности, коэффициента термо-эдс в $TlCrS_2$ и оценка параметров локализованных состояний с применением моделей проводимости и экспериментальных методов являются актуальными. В связи с вышеуказанным в данной работе была поставлена цель проанализировать экспериментально полученные температурные зависимости проводимости, коэффициента термо-эдс и оценить параметры локализованных состояний в соединении $TlCrS_2$.

При температурах T □ 200 К температурная зависимость проводимости $TlCrS_2$ не имела постоянного наклона. Т.е. энергия активации проводимости $TlCrS_2$ монотонно уменьшалась с уменьшением температуры вплоть до 80 К. Такой характер поведения проводимости в $TlCrS_2$ при низких температурах (80–190) К присущ прыжковому механизму переноса заряда с переменной длиной прыжка. В указанном случае ток переносится носителями заряда, находящимися в локализованных вблизи уровня Ферми состояниях [1]. В рамках модели Мотта определена плотность локализованных состояний вблизи уровня Ферми в $TlCrS_2$: $N_F = 8.2 \cdot 10^{19}$ эВ$^{-1}$ · см$^{-3}$. Вычисленное среднее расстояние прыжков в $TlCrS_2$ составляло 60 Å, а энергетический разброс ловушечных состояний вблизи уровня Ферми ΔE = 0.027 эВ. Значение ΔE согласуется с оцененным нами средним значением энергии активации прыжков (ΔW) в $TlCrS_2$, которое составляло ΔW = 0.026 эВ. Оцененная концентрация локализованных состояний в запрещенной зоне $TlCrS_2$ составляла $N_t = 2.2 \cdot 10^{18}$ см$^{-3}$.

Из анализа низкотемпературной зависимости термо-эдс установлено, что для *p*-типа $TlCrS_2$ в области прыжковой проводимости (T = 80–190 К) коэффициент термо-эдс $(\alpha, \text{мВ/К})$ аппроксимируется формулой $\alpha(T) = (0.2T - 13)$ в соответствии с формулой Мотта [1]: $\alpha(T) = A + BT$,
где B – температурный коэффициент термо-эдс.

[1] *Мотт Н., Дэвис Э.* Электронные процессы в некристаллических веществах. М.: Мир. 1974. 472 с.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.141

РЕЛАКСАЦИОННЫЕ ПРОЦЕССЫ В МОНОКРИСТАЛЛАХ $TlGa_{1-x}Dy_xSe_2$

С.Н. Мустафаева[1], К.М. Гусейнова[1], М.М. Асадов[2]
[1]Институт физики Национальной академии наук Азербайджана,
Азербайджан, AZ 1143 Баку, пр. Г. Джавида, 131
[2]Институт катализа и неорганической химии Национальной академии наук Азербайджана,
Азербайджан, AZ 1143 Баку, пр. Г. Джавида, 113
e-mail: solmust@gmail.com; mirasadov@gmail.com

Диселенид таллия-галлия, имеющий слоистую структуру, характеризуется сильной анизотропией физических свойств и является перспективными для использования в качестве активных элементов в различных полупроводниковых устройствах. Так, в [1,2] были изучены температурные зависимости степени анизотропии проводимости монокристаллов $TlGaSe_2$, $TlGaS_2$ и $TlInS_2$, которые являются изоструктурными, и было установлено, что наибольшую степень анизотропии имеют монокристаллы $TlGaSe_2$. Монокристаллы $TlGaSe_2$ представляют интерес также в связи с высокой фоточувствительностью, эффектом памяти [3] и тем, что в них наблюдается последовательность фазовых переходов [4]. Синтезированы различные составы твердых растворов на основе $TlGaSe_2$ и изучены их физические свойства. Малоизученными являются кристаллы $TlGaSe_2$, содержащие редкоземельные элементы. В [5] изучены диэлектрические свойства полученных кристаллов $(1–x)TlGaSe_2 \cdot xDy$ ($x = 0$, 0.01 и 0.03) в переменных электрических полях частотой $f = 20–10^6$ Гц. Установлены закономерности изменения диэлектрических коэффициентов и проводимости кристаллов $(1–x)TlGaSe_2 \cdot xDy$ в зависимости от их состава и частоты переменного электрического поля. Введение Dy в кристаллическую матрицу $TlGaSe_2$ существенно увеличивает действительную и мнимую составляющие комплексной диэлектрической проницаемости, тангенс угла диэлектрических потерь и проводимость на переменном токе. Целью настоящей работы явилось экспериментальное изучение релаксационных явлений в кристаллах $TlGa_{1-x}Dy_xSe_2$ (x = 0.01; 0.03) и выяснение их механизма.

Образцы из $TlGa_{1-x}Dy_xSe_2$ для электрических измерений были получены скалыванием по плоскости естественного скола от массивных монокристаллов и имели толщину порядка 10 - 40 мкм. В качестве электродов использована серебряная паста. Образцы были изготовлены в сэндвич-варианте так, что постоянное электрическое поле к ним прикладывалось в направлении, параллельном оси “C” кристалла. Все электрические измерения проведены при 85 K.

Обнаружено, что в монокристаллах $TlGa_{1-x}Dy_xSe_2$ (x = 0.01; 0.03) при T = 85 K в постоянном электрическом поле протекают релаксационные электронные процессы, обусловленные аккумулированием в них значительных зарядов. Установлено, что спадающая релаксация тока при различных электрических полях, гистерезис ВАХ и накопление заряда в $TlGa_{1-x}Dy_xSe_2$ согласуются с эстафетным механизмом переноса заряда [6], образованного на глубоких энергетических уровнях в запрещенной зоне за счет инжекции носителей с контакта. В изученных монокристаллах определены физические параметры, характеризующие протекающие электронные процессы: эффективная подвижность заряда, переносимого с помощью глубоких центров $\mu_f = 2.7 \cdot 10^{-8}$ cm^2/V·s для $TlGa_{0.99}Dy_{0.01}Se_2$ и $8.8 \cdot 10^{-8}$ cm^2/V·s для $TlGa_{0.97}Dy_{0.03}Se_2$ при 85 K; контактная емкость образцов $C_c = 2.4 \cdot 10^{-9}$ F; область сосредоточения заряда в кристаллах $d_c = 6.7 \cdot 10^{-5}$ cm; постоянная зарядки контакта $\tau = 5.5$ s; время пролета носителей заряда через образец $t_t = 0.37$ s.

Благодарность. Работа выполнена при поддержке *Фонда развития науки при Президенте Азербайджанской Республики* (гранты *EİF-BGM-3-BRFTF-2+/2017-15/05/1-M-13*, *EİF-BGM-4-RFTF-1/2017-21/05/1-M-07*).

[1] S.N. Mustafaeva. Fizika. 11 (2005) 36–37.
[2] С.Н. Мустафаева, М.М. Асадов. Энциклопедия инженера-химика. № 8 (2010) 26–29.
[3] С.Н. Мустафаева, С.Д. Мамедбейли, М.М.Асадов. ФТП. 30 (1996) 2154–2158.
[4] О.Б. Плющ, А.У. Шелег. Кристаллография. 44 (1999) 873–877.
[5] Mustafaeva S.N., Huseynova K.M., Asadov M.M. Applied Solid State Chemistry. No 2(3) (2018) 59 – 64.
[6] Б.Л. Тиман. ФТП. **7** (1973) 225-229.
DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.142

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ФОРМИРОВАНИЯ И РОСТА ГЕТЕРОСТРУКТУРНЫХ НАНОЧАСТИЦ МАГНЕТИТ-ЗОЛОТО С ПОМОЩЬЮ МЕТОДА РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФФРАКЦИИ

Наленч Ю.А.[1], Скориков А.С.[2], Щетинин И.В.[1], Абакумов М.А.[1,3], Савченко А.Г.[1], Wiedwald U.[4], Мажуга А.Г.[1,2,5]

[1] НИТУ «МИСиС», Москва, Россия

[2] МГУ им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия

[3] РНИМУ им. Н.И. Пирогова, Москва, Россия

[4] Faculty of Physics, University of Duisburg-Essen, Duisburg, Germany

[5] РХТУ им. Д.И. Менделеева, Москва, Россия

nalench_yulia@mail.ru

Гетероструктурные наночастицы (НЧ), состоящие из магнитного оксида железа и благородного металла, представляют большой интерес для биомедицинского применения. Примером таких частиц являются НЧ магнетит-золото (Fe_3O_4-Au) с димерной структурой, которые представляют собой попарно связанные на границе раздела фаз НЧ магнетита и золота. Такие НЧ образуются путем гетерогенного зародышеобразования и роста оксида железа на НЧ золота [1]. Благодаря сочетанию в одной НЧ магнитных и плазмонных свойств, а также наличию двух видов поверхностей, они могут применяться для магнито- и фотоиндуцированной гипертермии, адресной доставки лекарств [2] и пр.

Для того чтобы получить НЧ Fe_3O_4-Au с требуемыми магнитными и плазмонными свойствами, необходимо научиться управлять их размером и формой путем варьирования различных параметров синтеза. Однако на сегодняшний день процесс формирования и роста гетероструктурных НЧ остается не до конца ясным. Поэтому работе была изучена кинетика образования димерных НЧ Fe_3O_4-Au в процессе их синтеза.

НЧ Fe_3O_4-Au получали методом терморазложения $Fe(CO)_5$ и $HAuCl_4{\cdot}3H_2O$ в высококипящем растворителе. В процессе синтеза из реакционной смеси были отобраны пробы НЧ при различных температурах во время нагрева, а также при различной длительности кипения растворителя. Морфологию и размер проб НЧ определяли по микрофотографиям просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Кроме того, все пробы НЧ были исследованы методом рентгеновской диффракции на диффрактометре, оснащенном вращающимся стеклянным капилляром для жидкостей.

Используемый в работе подход, при котором исследовали жидкие пробы реакционной смеси, отобранные в процессе синтеза, позволил детально исследовать процессы образования НЧ оксида железа на НЧ золота и их дальнейшего роста и огранки. Кроме того, такой подход обладает бесспорным преимуществом перед экспериментами, когда требуется синтезировать серию образцов – при исследовании проб, полученных в процессе одного синтеза, исключается проблема повторяемости и воспроизводимости НЧ.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта №19-03-00738.

1. Nguyen T., Mammeri F., Ammar S. Iron Oxide and Gold Based Magneto-Plasmonic Nanostructures for Medical Applications: A Review // Nanomaterials. 2018. Vol. 8, № 3. P. 149.
2. Leung K.C.-F. et al. Gold and iron oxide hybrid nanocomposite materials // Chem. Soc. Rev. 2012. Vol. 41, № 5. P. 1911–1928.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.143

ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ ЧАСТИЦ КУБИЧЕСКОГО КАРБИДА КРЕМНИЯ В ПРОЦЕССЕ ПЛАЗМОДИНАМИЧЕСКОГО СИНТЕЗА

Никитин Д.С., Сивков А.А., Насырбаев А.

Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск, Россия, nikitindmsr@yandex.ru

Широкая применимость карбида кремния обусловлена совокупностью уникальных физических характеристик, таких как сверхтвердость, высокая термостойкость, низкий коэффициент теплового расширения, стойкость к химически агрессивным средам и к радиационному излучению, а также уникальные полупроводниковые свойства. Известно, что наноразмерные частицы SiC используются для создания наноструктурированной керамики и в качестве армирующего материала для повышения износостойкости, твердости, прочности, вязкости разрушения и уменьшения трения. Отсюда следует актуальность проблемы синтеза ультрадисперсного карбида кремния и получения на его основе наноструктурированной керамики.

Одним из возможных путей реализации экстремальных энергетических параметров, необходимых для соединения атомов кремния и углерода, является прямой плазмодинамический синтез в сверхзвуковой струе кремний-углеродной электроразрядной плазмы. Генерация плазменного потока осуществляется посредством импульсного сильноточного коаксиального магнитоплазменного ускорителя с графитовыми электродами. В предыдущих работах была показана возможность получения карбида кремния методом плазмодинамического синтеза, а также управления фазовым и гранулометрическим составом продукта. В настоящем исследовании рассматриваются пути влияния на кристаллические особенности частиц продукта синтеза. Так, были проведен цикл экспериментальных работ по синтеза карбида кремния при разной температуре аргоновой атмосферы камеры-реактора, куда происходило истечение плазменного потока, в диапазоне от -25 ˚С до 75 ˚С. Согласно данным просвечивающей электронной микроскопии и гистограммам распределения частиц по размерам, при увеличении температуры камеры-реактора наблюдается последовательное увеличение количества правильных по форме нанокристаллов SiC и рост их размеров вплоть до субмикронных. Важной особенностью порошков SiC, синтезированных при пониженной температуре -25 ˚С, является не только заметное уменьшение размеров монокристаллов, но и ощутимое повышение внутренних микроискажений кристаллической решетки $\Delta d/d \approx 0{,}8\cdot10^{-3}$ в сравнении с их практически одинаковым значением $\Delta d/d \approx 0{,}3\cdot10^{-3}$ для порошков, синтезированных при комнатной и повышенной температуре. Высоконапряженное состояние кристаллической структуры частиц SiC, полученных при t_0 = -25 ˚С, иллюстрирует и сравнение светлопольных и темнопольных ТЕМ-снимков. Для условий синтеза при t_0 = -25 ˚С экстинкционные контуры в телах кристаллитов имеют искаженные очертания в отличие от практически идеальных геометрических очертаний контуров в таких частицах, полученных в условиях повышенных температур

Таким образом, изменение температуры аргоновой атмосферы камеры-реактора представляется путем влияния на кристаллические особенности частиц кубического карбида кремния, сформированных в ходе плазмодинамического синтеза, в том числе на их дисперсность, морфологию и дефектность.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.144

КРИСТАЛЛИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ ЧАСТИЦ КУБИЧЕСКОГО КАРБИДА ВОЛЬФРАМА, СФОРМИРОВАННЫХ ПЛАЗМОДИНАМИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Никитин Д.С., Сивков А.А., Шаненков И.И., Насырбаев А.

Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск, Россия, nikitindmsr@yandex.ru

Карбид вольфрама обладает высокой температурой плавления, твердостью, износостойкостью, химической стойкостью. Доминирующей фазой в системе вольфрам-углерод является гексагональная стехиометрическая фаза WC, однако, судя по диаграмме состояний, существуют также фазы W_2C и WC_{1-x}. Последняя кристаллическая модификация характеризуется повышенной электро- и фотокаталитической активностью, но по этом стабильна в узком температурном диапазоне и может синтезирована только при ультрабыстром охлаждении расплава в системе W-C со скоростью 10^8-10^{11} К/с. Известны попытки получения кубического карбида вольфрама в дисперсном и объемном виде, однако до сих пор методы синтеза WC_{1-x} недостаточно эффективны.

В настоящей работе представлена попытка получения частиц кубического карбида вольфрама WC_{1-x} в ходе плазмодинамического. Генерирование сверхзвуковой плазменной струи осуществлялось в коаксиальном магнитоплазменном ускорителе с графитовыми электродами. Фазовый состав порошкообразного продукта синтеза был определен в ходе рентгеноструктурного анализа. Преимущественное содержание имеет фаза WC_{1-x} – более 78 %. Кроме того, в продукте представлена гексагональная фаза W_2C – 18%. На рисунке 1,a представлен светлопольный TEM-снимок продукта синтеза, по которому заметны несколько типов кристаллических частиц, в том числе относительно крупные округлые частицы размерами до 150 нм. Анализ большого числа подобных и меньших по размерам объектов позволил их идентифицировать. На рисунке 1,b приведена соответствующая светлопольному снимку дифракция на выделенной области, которая представляет собой набор рефлексов фаз WC_{1-x} и W_2C в виде колец Дебая. При сдвиге апертурной диафрагмы в область рефлексов WC_{1-x} наблюдается свечение отражающих плоскостей относительной крупной частицы. Также продукте присутствуют частицы среднего размера до 40 нм, которые в отличие от сфероподобных крупных частиц более выражены по морфологическому типу и близки к шестиугольникам в плане. Это показывает возможную принадлежность такого типа частиц гексагональной фазе W_2C.

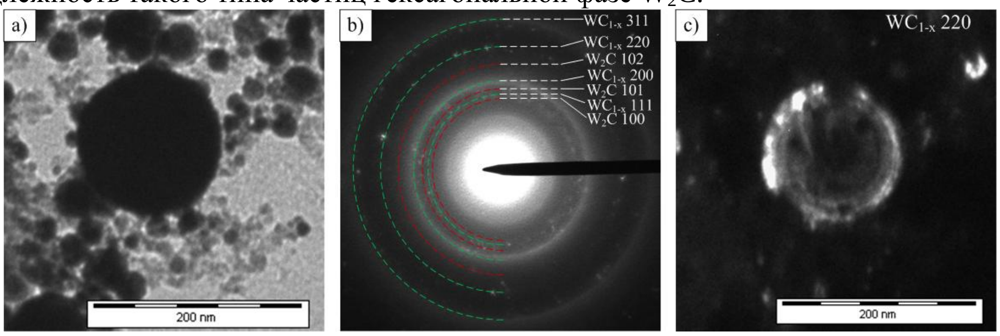


Рисунок 4. XRD patterns of the synthesized material

Таким образом, в работе демонстрируется возможность формирования частиц кубического карбида вольфрама WC_{1-x} в форме сфероподобных частиц размерами до 150 нм в составе продукта, в котором побочно содержатся гексагональные частицы W_2C.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.145

МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КОРРОЗИОННОСТОЙКИХ ФЕРРИТНЫХ СТАЛЕЙ ПОСЛЕ ОБЪЕМНОГО АЗОТИРОВАНИЯ И ОТПУСКА

Никулин С.А., Хаткевич В.М., Рогачев С.О.
Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия
E-mail: csaap@mail.ru

Коррозионностойкие стали ферритного класса типа 08Х17Т и 15Х25Т, упрочненные методом высокотемпературного объемного (сквозного) азотирования, перспективно использовать в качестве материала, работающего в жестких условиях (повышенные температуры, высокие механические напряжения, агрессивные среды), в т.ч. в атомной энергетике. При высокотемпературном азотировании в стали 08Х17Т формируется структура мартенсита с выделениями частиц типа Cr_2N, а в стали 15Х25Т образуется слоистая структура, отдельные слои которой состоят из смеси α-фазы, γ-фазы и частиц типа Cr_2N с различным соотношением. Стали после азотирования обладают низкой пластичностью, что требует проведения дополнительной термической обработки (отпуска).

В настоящей работе изучена эволюция механических свойств объемно-азотированных сталей 08Х17Т и 15Х25Т при отпуске в интервале температур 400 – 700 ºС. Процесс азотирования проводили на плоских образцах толщиной 0,5 мм при температуре 1000 – 1100 ºС среде чистого азота. Массовая доля азота в образцах после азотирования составила 0,80±0,05 % в стали 08Х17Т и 1,80±0,05 % в стали 15Х25Т.

Показано, что температура отпуска объемно-азотированых сталей 08Х17Т и 15Х25Т существенно влияет на их прочностные и пластические свойства, что связано с изменением соотношения твердорастворного и дисперсионного упрочнения: наличием мартенсита и аустенита в структуре сталей при низких температурах отпуска (400 – 500 °С) и формированием структуры азотистого феррита с выделением частиц нитридов типа Cr_2N различной дисперсности при повышении температуры отпуска (550 – 700 °С).

Азотирование сталей 08Х17Т и 15Х25Т с последующим отпуском в интервале температур 400 – 500 ºС приводит к повышению предела прочности в 1,4 – 1,5 раза (до 650 – 700 МПа) и текучести в 1,4 – 1,9 раз (до 450 – 650 МПа) по сравнению с неазотированным состоянием. При этом пластичность образцов низкая (относительное удлинение не превышает 0,5 – 2,5 %). Повышение температуры отпуска до 550 ºС приводит к существенному росту предела прочности сталей 08Х17Т и 15Х25Т (до 1200 и 1015 МПа, соответственно) и текучести (до 820 и 705 МПа, соответственно), при этом пластичность сталей остается низкой. При повышении температуры отпуска до 575 ºС предел текучести сталей не изменяется, но происходит дальнейшее увеличение предела прочности (до 1400 и 1215 МПа, соответственно, для сталей 08Х17Т и 15Х25Т), при этом относительное удлинение увеличивается до 3 – 5 %. Повышение температуры отпуска до 600 – 700 ºС приводит к монотонному снижению предела прочности стали 08Х17Т (до 1160 – 970 МПа) и стали 15Х25Т (до 1200 – 980 МПа). При этом предел текучести в стали 08Х17Т монотонно снижается до 760 – 560 МПа, а в стали 15Х25Т при отпуске 600 – 625 ºС повышается до 830 МПа, а при отпуске 650 – 700 ºС снижается до 720 – 550 МПа. Отпуск в интервале температур 600 – 700 ºС повышает относительное удлинение сталей до 5 – 16 %. При всех температурах отпуска (400 – 700 ºС) пластичность стали 08Х17Т выше, чем стали 15Х25Т.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.146

ИССЛЕДОВАНИЕ ОБЪЕМНОЙ И ЗЕРНОГРАНИЧНОЙ ДИФФУЗИИ ОЛОВА В СПЛАВАХ МЕДЬ-ОЛОВО

Никулкина В.П.

Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва, Россия, nikulkinavp@gmail.com

Система медь-олово широко используется в электротехнике, так как обладает высокой теплопроводностью, имеет удовлетворительные механические свойства и является одним из основных элементов припоев.

В литературе имеется целый ряд работ, посвященных диффузионным процессам в системе медь-олово. Однако, эти работы ограничены изучением объемной диффузией при высоких температурах и сопутствующими ей процессами. Данных о зернограничной диффузии в этой системе нет.

Целью работы является измерение параметров объемной и зернограничной диффузии в широком интервале концентраций олова, при умеренно высоких температурах.

Диффузионные пары изготовлены из чистой меди (99,995 %) и двухкомпонентного сплава, полученного путем прямого сплавления металлической меди с химически чистым оловом в атмосфере аргона с водородом при температуре 1100 °C в кварцевом реакторе в течение двух часов. Методом микрорентгеноспектрального (МРСА) анализа получены концентрационные кривые и рассчитаны коэффициенты объемной диффузии в твердых растворах системы медь-олово в интервале концентраций олова менее 13,9 % масс. (7,96 % ат.) и интервале температур от 500 до 650 °C. Коэффициенты объемной диффузии рассчитывали по верхней части концентрационной кривой в интервале концентраций олова от 6 до 8 % ат. (D_1) и нижней - от 2 % ат. до нуля (D_2). Показано, что коэффициенты объемной диффузии олова в концентрированном растворе в несколько раз больше коэффициентов диффузии олова в разбавленном растворе. Последние очень близки к литературным данным о параметрах объемной диффузии олова в чистой меди. Температурная зависимость коэффициентов диффузии может быть представлена в виде следующих уравнений:

$$D_1 = 5{,}6 \times 10^{-4} \exp\left(\frac{-194\,кДж/моль}{RT}\right) м^2/с$$

$$D_2 = 0{,}92 \times 10^{-4} \exp\left(\frac{-188\,кДж/моль}{RT}\right) м^2/с$$

Предложено качественное толкование эффекта, основанное на том, что коэффициент термодинамической активности олова растет с ростом концентрации олова в α-твердом растворе медь - олово, а также с предположением о возникновении избыточных вакансий в сплаве вследствие большей подвижности атомов олова в сплаве по сравнению с чистой медью.

Зернограничную диффузию (ЗГД) изучали в тех же температурных и временных интервалах. Экспериментальные значения тройного произведения $P = s\delta D_b$ получены в рамках модели Фишера-Гиббса

$$P = 10^{-13} \cdot exp(-89\ кДж/моль/RT)$$

Эффективная энергия активации составляет приблизительно 0,48 от энергии активации объемной диффузии Sn в меди.

Выражаю благодарность Родину А.О. и Бокштейну Б.С. за ценные советы.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.147

РАЗРАБОТКА РЕЖИМОВ ГОРЯЧЕЙ ПРОКАТКИ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ МЕЛКОЗЕРНИСТОЙ СТРУКТУРЫ С ПОМОЩЬЮ ДИНАМИЧЕСКОГО ФЕРРИТНОГО ПРЕВРАЩЕНИЯ

Новоскольцев Н.С., Зисман А.А.

НИЦ «Курчатовский институт» - ЦНИИ КМ «Прометей», 195015 Санкт-Петербург, Россия, e-mail: mail@crism.ru

Возможности повышения свойств стали, изготовленной с применением традиционных технологий, только за счет легирования практически исчерпаны. Кроме того, в условиях массового производства использование дорогостоящих легирующих элементов приводит к серьезным экономическим издержкам. Таким образом становится актуальной задача повышения механических свойств стали посредством управляемого измельчения структуры. Формирование мелкозернистой структуры в низкоуглеродистых сталях с минимальным уровнем легирования требует разработки особых технологических приемов.

Одним из механизмов получения мелкозернистой структуры является динамическое ферритное превращение (ДФП) (SIDFT – Strain Induced Dynamic Ferrite Transformation) – превращение в процессе достаточно высокой пластической деформации аустенита при температурах близких к Ar_3, вызывающая интенсивное зарождение зерен феррита. Результатом высокой плотности накопленных в аустените деформационных дефектов является повышенная плотность зародышей α-фазы, приводящая к измельчению ферритных зерен, повышению прочности, пластичности и хладостойкости при неизменном химическом составе.

Целью работы является измельчение структуры феррита в микролегированной ферритной стали за счет динамического ферритного превращения в процессе горячей пластической деформации.

Для проведения исследований были выбраны 3 марки низкоуглеродистой стали, легированной марганцем и кремнием с различной комбинацией микролегирования ванадием, ниобием и алюминием.

Для определения температуро-деформационных условий осуществления данного механизма были проведены исследования кинетики процесса ДФП. Для всех исследуемых марок сталей на дилатометре DIL 805 были построены термокинетические диаграммы, позволившие определить значения температуры $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения. Далее для определения температуры начала ДФП были проведены испытания на однократное изотермическое сжатие с последующей выдержкой при температурах близких к Ar_3. С помощью метода двойной дифференциации и анализа кривых нагружения была определена степень критической деформации, требуемая для инициации процесса ДФП. На основе исследований кинетики процесса было выполнено моделирование режимов горячей прокатки на термопластическом симуляторе Gleeble 3800. Металлографические исследования образцов после моделирования процесса горячей прокатки проводили на микрошлифах на оптическом микроскопе «TECHNO MEIJIIM 7200» с программным обеспечением «ThixometPro».

Выполненные исследования дали возможность предложить рекомендации к процессу горячей прокатки микролегированных ферритных сталей, приводящие к существенному измельчению структуры проката в поверхностном слое и повышению механических свойств.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.148

РАЗРУШЕНИЕ КРИСТАЛЛОВ Ni-Fe-Ga-Co ПРИ ЦИКЛИЧЕСКИХ ТЕРМОУПРУГИХ ИСПЫТАНИЯХ

Носов Ю.Г., Николаев В.И.

ФТИ им. А.Ф.Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия

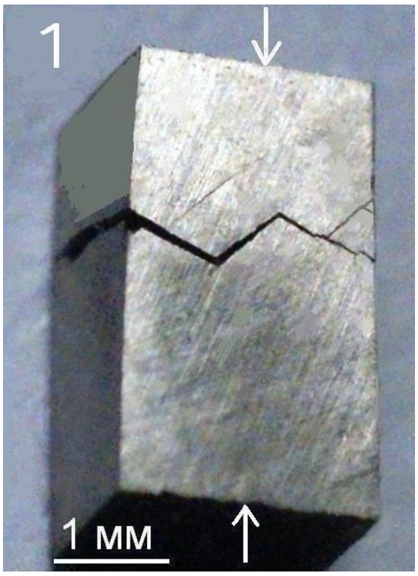
yu.nosov@mail.ioffe.ru

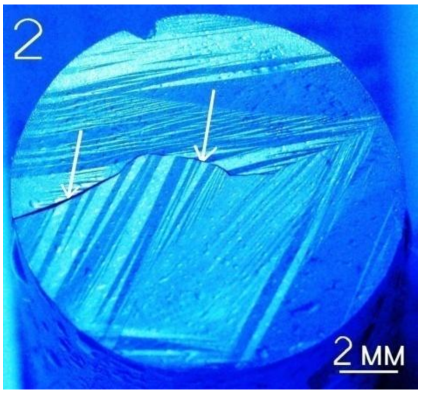
Вопросы циклической усталости монокристаллов с термоупругой и магнитной памятью формы, насколько известно авторам, исследовались мало.

Нами установлено, что разрушение кристаллов Ni-Fe-Ga-Co в циклических процессах - нагружение до полной деформации памяти формы и последующего ее восстановления – происходит, как правило, на стадии обратного мартенситного превращения (МП). Интересно, что в отсутствие деформации, лишь при термоциклировании через интервал мартенситных превращений, в образце также могут появиться трещины [1,2].

Приведем конкретные случаи трещинообразования.

1. Кристалл $Ni_{49}Fe_{18}Ga_{27}Co_6$ после термообработки (отжиг при температуре 1150^{O}C в течение 2 часов с закалкой в воду) был подвергнут одноосному сжатию при комнатной температуре до величины остаточной деформации ≈ 4%. При последующем нагреве образца до 60^{O}C наблюдалось скачкообразное восстановление этой деформации. После нескольких подобных опытов при восстановлении в кристалле появились трещины, приводящие к его разрушению рис.1. Кристаллографическая ориентация образца: (110) – боковая поверхность, [110] – вертикальное направление. Направление сжатия указано стрелками. Измеряя углы между направлениями выхода трещин на поверхность, легко получить, что трещины развивались по плоскостям {111}.





2. Кристалл $Ni_{49}Fe_{18}Ga_{27}Co_6$, as grown, с точками перехода M_S=3^{O}C, M_f=0,5^{O}C, A_S=11^{O}C, A_f=20^{O}C подвергался термоциклированию в интервале температур -5+20^{O}C. Образец подвергался только термоциклированию через интервал МП без какой-либо нагрузки. На рис.2 показана фотография поперечного сечения кристалла в мартенситном (охлажденном) состоянии после 10-го термоцикла. Видны мартенситные кристаллы различной ориентации. Это позволило сделать вывод, что исследуемый кристалл состоит из 2-х больших зерен. Изменение ориентации мартенситных пластин дает ≈ 60^{O} величину разориентации этих зерен. По границам зерен развилась трещина, см. стрелки, что говорит о межкристаллитном разрушении образца. Таким образом, даже такое относительно небольшое (25^{O}C по амплитуде) циклическое температурное воздействие через интервал МП привело к разрушению кристалла.

1. Ооцука К. и др. Сплавы с эффектом памяти формы, М., 1990, стр.117.
2. M. Vollmer, P. Krooβ, C. Segel at al. / J.Alloys and Compounds, 2015, 633, p.288.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.149

ОСОБЕННОСТИ ПРОСТРАНСТВЕННОГО РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ДЕФЕКТОВ В ПЛОСКОСТИ СКОЛЬЖЕНИЯ ДИСЛОКАЦИИ В КРЕМНИИ

Орлов В.И.

Институт физики твердого тела РАН (ИФТТ РАН), г. Черноголовка, Московская обл., Россия

В докладе будет представлен небольшой исторический обзор проблем, связанных с образованием дефектов в результате скольжения дислокаций в полупроводниках - так называемых дислокационных следов, природа и даже условия образования, которых до сих пор до конца не выяснены. Интерес к этим исследованиям вызван тем, что в последние годы для изготовления солнечных элементов широко используется поликристаллический кремний, где дислокации и связанные с ним дефекты являются основными причинами низкого КПД. Кроме того следы за дислокациями являются электрически активными дефектами и проявляют, как правило, заметную рекомбинационную активность [1-3].

В настоящей работе методами наведенного электронным (EBIC) или оптическим (LBIC) пучком тока и нестационарной спектроскопии глубоких уровней (DLTS) исследовалась электрическая активность следов за дислокациями со стороны растяжения и сжатия в образцах, вырезанных из промышленной пластины кремния p- и n- типа.

В работе использовались бездислокационные монокристаллические образцы кремния, выращенные методом Чохральского p-типа. Концентрация легирующей примеси (бор) была [B] = 10^{15}cm^{-3}. Образцы имели форму прямоугольных призм размером 30x4x1 мм^3. Индивидуальные дислокации вводились на поверхности (100) от концентраторов напряжений – укол алмазного индентора. Для получения высокой плотности дислокаций (~10^6см^2) - источником являлась царапина. Нагружение осуществлялось методом четырехопорного изгиба вокруг оси [110] при температуре 873 К.

Исследования методом EBIC проводились на электронном микроскопе JSM 840 фирмы Jeol при комнатной температуре, энергии пучка 35 кэВ и токе пучка порядка 10^{-10} А. Для получения изображения LBIC нами была изготовлена установка на основе оптического микроскопа и сканирующего столика.

Анализ EBIC и LBIC изображений индивидуальных дислокационных полупетель позволил сделать вывод о том, что рекомбинационно активные дефекты (дислокационные следы) всегда формируются только за одним из трех сегментов дислокационной полупетли. Эксперименты, проведенные с использованием образцов кремния различной кристаллографической ориентации и деформированных в различных условиях, показывают, что дислокационные следы формируются только 60° сегментом дислокационной полупетли у которого, лидирующей является 90° частичная дислокация. Смена лидирующей частичной дислокации, за счет изменения направления движения дислокации подтверждает это утверждение. В работе обсуждается природа образования дислокационных следов скольжения и выдвигается несколько возможных механизмов их образования.

1. *V. G. Eremenko, V. I. Nikitenko, and E. B. Yakimov.* Sov. Phys. JETP Lett., 1978, 26, 65.
2. *E. B. Yakimov, I. E. Bondarenko, and N. A. Yarykin.* Defects in semiconductors, Mater. Sci. Forum, Trans Tech Publications, Switzerland, 1986, 10–12, 787-790.
3. *I. E. Bondarenko, H. Blumtritt, J. Heydenreich et al.*. Phys. Stat. Sol. (a), 1986, 95, 173.
DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.150

ОСОБЕННОСТИ МОРФОЛОГИИ ПОВЕРХНОСТИ И ДЕФЕКТЫ СТРУКТУРЫ ВНУТРЕННЕЙ ГРАНИЦЫ ГЕТЕРОЭПИТАКСИАЛЬНЫХ ПЛЕНОК 3C-SIC, ВЫРАЩИВАЕМЫХ ИЗ УГЛЕВОДОРОДОВ НА ПОДЛОЖКАХ КРЕМНИЯ С УЧАСТИЕМ ГИДРИДОВ SI И GE

Л.К. Орлов[1,2], В.И. Вдовин[4], Э.А. Штейнман[5], Н.Л. Ивина[3]

[1]НГТУ, [2]ИФМ РАН, [3]РАНХиГС, Нижний Новгород, [4]ИФП СО РАН, Новосибирск, [5] ИФТТ РАН, Черноголовка, Россия Эл. почта: orlov@ipm.sci-nnov.ru

Слои кубической фазы карбида кремния, выращиваемые на подложках крем- ния, в последние годы активно используются в микроэлектронике в качестве эффек-тивного защитного и теплопроводящего покрытия. Последний фактор предполагает перспективность его использования в качестве эффективного элемента теплоотвода в микросхемах нового поколения с высокой плотностью упаковки активных элемен-тов. Другим важным стимулом для внедрения углеродсодержащих слоев в устрой-ства микроэлектроники является его использование в качестве эффективного сжима-ющего (а не растягивающего, как это имеет место в случае использования слоев SiGe) в плоскости стрессора кремниевого дырочного транспортного канала в поле-вых транзисторах на базе напряженных гетероструктур [1].

В настоящей работе нами обсуждаются механизмы формирования, тонкая кри-сталллическая структура, механизмы дефектообразования, состав и особенности зонной структуры формируемого между карбидной пленкой и подложкой переход-ного слоя двойного $Si_{1-y}C_y$ и тройного $Si_{1-x-y}Ge_xC_y$ твердого раствора. Слои карбида кремния выращивались на поверхности Si(100) при пониженных температурах в ва-кууме путем поочередного напуска в реактор углеводорода и моногидридов Si и Ge. Методами сканирующей электронной, зондовой и оптической микроскопии, и мето-дом вторичной ионной масс-спектрометрии исследован состав, морфология поверх-ности и кристаллическая структура выращиваемых пленок. Изучены особенности начальной стадии роста слоев и отдельных микрокристаллических образований, а также характеристики структуры и свойства носителей заряда, возбуждаемых в окрестности формируемой гетерограницы. Внимание уделено также вопросу накоп-ления упругих напряжений в слоях и эффектам, связанных с ними. В частности, нами продемонстрирована возможность формирования на плоскости роста, кроме дефектов структуры стандартного вида, включающих островковые образования, также возможность появления линейных фигур роста, ориентированных вдоль линий проскальзывания плоскостей решетки кристалла и дефекты поверхности, свя-занные с образованием макропор под выращенным карбидным слоем. В связи с по-явлением на гетерогранице макродефектов, особое внимание уделено природе линий, обнаруживаемых в люминесцентных спектрах исследуемых структур в ши-рокой области, начиная от ближнего ИК диапазона и заканчивая дальним ультра-фиолетом. Анализ поведения спектральных линий наряду с детальными микро-скопическими исследованиями позволили выделить наиболее вероятные механизмы наблюдаемых излучательных переходов, связанные с вакансионными и примесными дефектами формируемого на границе с подложкой слоя твердого раствора. Роль пог-раничных состояний в излучательных рекомбинационных процессах анализируется также численным методом путем анализа структуры зон в области гетероперехода и характера распределения возбуждаемых неравновесных носителей заряда [2].

Работа выполнена при финансовой поддержке проекта РФФИ № 18-42-520062.

[1] Proceed. Int. Conf. «DRIP-13», Wheeling, West Virginia, US, (2009).
[2] Л.К. Орлов, В.И. Вдовин, Н.Л. Ивина. // ФТТ, **61**, 1322 (2019).

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.151

ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРЫ, СВОЙСТВ АМОРФНЫХ СПЛАВОВ И СОЗДАННЫХ НА ИХ ОСНОВЕ АМОРФНО-НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ КОМПОЗИТОВ

Пермякова И.Е.

ФГУП "ЦНИИчермет им. И.П. Бардина", г. Москва, Россия, inga_perm@mail.ru

Благодаря необычному сочетанию физико-механических характеристик недоступных для металлов с кристаллическим строением, аморфные сплавы (АС) и аморфно-нанокристаллические композиты (АНК) становятся объектами изучения у большего числа исследователей. Известно, что прочность АС может в несколько раз превышать прочность крупнокристаллических аналогов. Тем не менее их применение в качестве конструкционных материалов ограничивается низкой пластичностью и недостаточно высокими значениями модуля нормальной упругости. Пластическая деформация в АС происходит по бездислокационному механизму за счет образования и развития сильно локализованных полос сдвига при отсутствии эффектов деформационного упрочнения, что обуславливает катастрофический характер разрушения. Повысить прочность и пластичность таких сплавов можно, переводя аморфную структуру в квазиаморфную или в частично нанокристаллическую. Необычность аморфно-нанокристаллических структур заключается в том, что фазовые составляющие системы кардинальным образом отличаются по характеру своей атомной структуры. С одной стороны, кристаллическая составляющая с регулярным, в соответствии с закономерностями трансляционной симметрии, расположением атомов. С другой стороны, аморфная составляющая с почти неупорядоченным расположением атомов в пространстве. Подобное «единство противоречивостей» способствует проявлению ряда эффектов, существенно сказывающихся на механическом поведении этих материалов.

Работа направлена на детальное исследование физических закономерностей деформации, разрушения, изменения структурных состояний, а также путей создания АНК на основе АС с управляемым откликом на внешние воздействия. Систематизированы изменения эволюции структуры АС от исходно аморфного состояния до частично кристаллического после различных видов обработок (лазерное облучение, интенсивная пластическая деформация, отжиг). Комплексно изучено механическое поведение АНК на ранних и более поздних стадиях нанокристаллизации. Установлены структурные факторы, отвечающие за изменение механических свойств и механизмов пластической деформации АНК. Проведено обобщение данных по обнаруженным эффектам упрочнения и пластификации в АНК после влияния внешних факторов и вынесена на обсуждение природа наблюдаемых эффектов. Выявлены основные закономерности изменения и управления механическими свойствами АНК с целью получения многофункциональных материалов на их основе.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант № 17-02-00402_а).

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.152

Субмикросекундная времяразрешающая дифрактометрия как инструмент контроля индуцированных внешним электрическим полем структурных изменений в диэлектрических кристаллах.

А.А. Петренко[1,2], *А.Г. Куликов*[1,2], *Н.В. Марченков*[1,2], *Ю.В. Писаревский*[1,2], *А.Е. Благов*[1,2], *М.В. Ковальчук*[1,2].

[1] *ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва*
[2] *НИЦ «Курчатовский институт», Москва*

Использование времяразрешающих методик имеет важное значение для изучения динамики быстропротекающих процессов, протекающих в кристаллических образцах, в частности, для исследования поведения дефектной структуры и свойств материалов, подвергающихся различного рода внешним воздействиям. Подобные исследования дают понимание процесса переноса заряда в кристаллах с ионной проводимостью, приводящего к образованию новых двумерных приповерхностных структур и новых фаз во внешнем электрическом поле.

В данной работе был впервые реализован метод времяразрешающей рентгеновской дифрактометрии с использованием быстродействующего временного многоканального анализатора на лабораторном рентгеновском источнике (λ[MoKα_1] = 0,70932 Å) [1]. Предложенный метод позволяет изучать обратимые процессы, протекающие в диэлектрических кристаллах под влиянием внешнего воздействия постоянным электрическим полем с милли- и даже микросекундным временным разрешением. На основе данного метода была реализована методика картирования обратного пространства с временным разрешением, позволяющая разделять вклад деформации по направлениям q_x и q_z обратного пространства в процессе эксперимента [2].

На основе работы [1] была реализована и отработана методика времяразрешающей дифрактометрии с использованием многоканального анализатора на станции рентгеновской кристаллографии и физического материаловедения Курчатовского источника синхротронного излучения. Использование синхротронного источника излучения и твердотельного коммутатора «Мантигора» HVS-10-10 позволило достичь временного разрешения в 100 нс. На модельном образце лантан-галлиевого силиката были получены результаты, демонстрирующие акустические фононные колебания решётки, вызванные смещением атомов под действием пьезоэлектрического эффекта.

1. N. V. Marchenkov, A. G. Kulikov, A. A. Petrenko, Yu. V. Pisarevsky, A. E. Blagov // Laboratory time-resolved X-ray diffractometry for investigation of reversible structural changes induced in single crystals by external electric field // *Review of Scientific Instruments* **89**, 095105 (2018)
2. N.V. Marchenkov, A.G. Kulikov, I.I. Atknin, A.A. Petrenko, A.E. Blagov, M.V. Kovalchuk // Time-resolved x-ray reciprocal space mapping of the crystal under external electric field // *Phys. Usp.*, I.**1**, (2019)

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.153

ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРНЫХ СОСТАВЛЯЮЩИХ МЕТОДОМ АНАЛИТИЧЕСКОГО ИНСТРУМЕНТАЛЬНОГО ИНДЕНТИРОВАНИЯ

Петржик М.И., Наумова Е.А., Муканов С.К., Логинов П.А., Левашов Е.А.

НИТУ МИСИС, Москва, Россия, petrzhik@shs.misis.ru

Одним из преимуществ современных наноиндентометров (нанотвердомеров) является возможность нанесения очень малых по размеру отпечатков (один микрон и менее) с такой же по масштабу точностью их позиционирования. Это позволяет на одном шлифе избирательно изучать корреляцию «структура-свойства», наблюдая микроразмерные структурные составляющие, например, первичный кристалл/эвтектика, включение/матрица, покрытие/подложка, зерна разных фаз и структурные переходы между ними, анализируя деформационные кривые вдавливания и известные из публикаций значения структурно-чувствительных свойств: модуля Юнга и твердости.

В докладе представлены экспериментальные результаты механических свойств отдельных микроструктурных составляющих таких перспективных материалов с иерархической структурой, как порошковые связки Fe-Co-Ni и Fe-Mo-Ni для алмазного инструмента, твердосплавная наплавка W-C-Fe-Cr-Si [1], ультра-высокотемпературная керамика ZrB_2-TaB_2-$TaSi_2$ [2], электроискровое покрытие на основе MAX фазы Cr_2AlC [3] и новый литейный легкий сплав Al-Ca-Mg-Zn [4].

Развиваемый метод позволяет получить экспериментальные данные о механических свойствах структурных составляющих и моделировать механическое поведение материала в целом [5]. Исследования актуальны для разработки новых перспективных материалов и технологий, в том числе, электроискрового модифицирования, устраняющего поверхностные дефекты изделий аддитивных технологий [6].

[1] Hinners H. et al. Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials, **67 (**2017), P. 98
[2] Vorotilo S. et al. Ceramics International, **45** (2019) (2), P. 1503
[3] Zamulaeva E.I. et al. Surface & Coatings Technology **235** (2013) P.454
[4] Naumova E.A. et al. Non-ferrous Metals. **46** (2019) (1). P. 22
[5] Loginov P. et al Materials and Design **88** (2015). P. 310
[6] Mukanov S.K. et al. et al. Russ. J. Non-ferrous Metals, (2019) submitted

Часть исследований выполнено в рамках научного проекта № 19-58-18022 при финансовой поддержке РФФИ и Национального научного фонда Болгарии

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.154

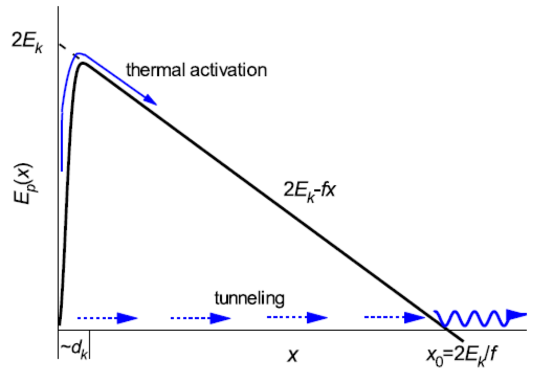
ТУННЕЛЬНОЕ ЗАРОЖДЕНИЕ ПАР КИНКОВ В СЛУЧАЙНОМ ПОТЕНЦИАЛЕ

Петухов Б.В.

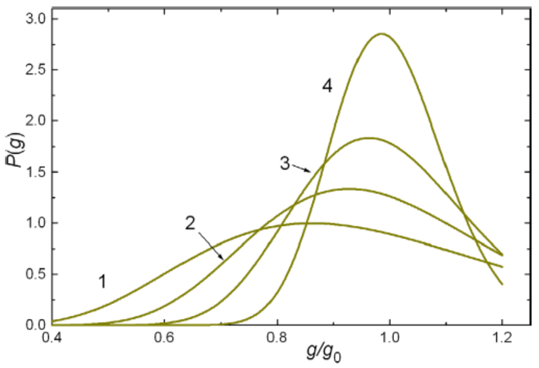
Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия

E-mail: petukhov@ns.crys.ras.ru

В связи с повышенным в последнее время интересом к механическим свойствам квантовых кристаллов существует потребность изучения низкотемпературной динамики дислокаций. В эту динамику немаловажный вклад вносит туннелирование через барьеры, создаваемые периодическим рельефом кристаллической решетки, приводящее к образованию пар кинков. Недостаточное совершенство кристаллов накладывает зачастую неконтролируемые возмущения, модифицирующие закономерности процесса туннельного образования кинков. В работе моделируется влияние возмущений случайными полями внутренних напряжений типа пространственного «гауссовского шума». Рассчитывается средняя по реализациям случайных полей частота квантовомеханического туннельного образования пар кинков. Показано, что даже относительно слабые по сравнению с кристаллическим рельефом возмущения приводят к существенной модификации зависимости частоты образования кинков от движущей силы.



Потенциал одномерного относительного движения кинка и антикинка в паре, E_k- энергия кинка, f - движущая сила



Распределение туннельной экспоненты g для различной степени неупорядоченности

1. Б.В. Петухов. Туннельное зарождение пар кинков на дислокациях в потенциальном рельефе Пайерлса со случайными искажениями. Фізика низьких температур, 2018, т. 44, № 9, с. 1163–1170.
2. Petukhov B. Quantum mechanical tunnel nucleation of kink-solitons in a random potential. J. Stat. Mech. (2018) 093104.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.155

О СВЯЗИ ПОДВИЖНОСТИ ДИСЛОКАЦИЙ И РАЗМЕРОВ КРИСТАЛЛИТОВ ПРИ МЕГАПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ ПЕРЕХОДНЫХ *d*-МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ НА ИХ ОСНОВЕ

<u>Пилюгин В.П.[1,2]</u>, Арсёнов С.С.[2], Воронова Л.М.[1], Гапонцева Т.М.[1,2], Дегтярёв М.В.[1], Панфилов П.Е.[2], Пацелов А.М.[1], Толмачёв Т.П.[1,2], Чащухина Т.И.[1,2]

[1]*Институт физики металлов УрО РАН, Екатеринбург, Россия,*
pilyugin@imp.uran.ru
[2]*Уральский федеральный университет, Екатеринбург, Россия*

Подвижность дислокаций кристалла определяется рядом фундаментальных физических свойств металлов, таких как величина энергии связи, их направленность, значениями модулей сдвига, гомологической температуры, коэффициентами гетеро- и самодиффузии и т.д. Воздействие мегапластических деформаций (МПД) под высоким давлением вызывает фрагментацию кристалла и, в конечном счёте, приводит к образованию субмикро- и нанокристаллических (СМК и НК) структур с характерным средним размером кристаллитов, определяемым как фундаментальными свойствами металла, так и условиями его обработки в плане величины давления, температуры, скоростей деформации и условий теплоотвода. В работе проведено обобщение экспериментального материала по деформационной фрагментации структуры ряда чистых переходных *d* – металлов, сплавов на их основе и некоторых сталей в зависимости от подвижности дислокаций.

Для титана и циркония установлено, что при комнатной температуре и нагреве до 200° С МПД приводит к развитию процессов постдинамической и динамической рекристаллизации и, тем самым, формируется неоднородная СМК структура со средним размером 50-60 нм со снижением значений микротвёрдости. Охлаждение до 78-80 К подавляет развитие процессов рекристаллизации, и в результате крио-МПД формируется совершенная НК структура с размером кристаллитов 20-30 нм с ростом значений микротвёрдости до 5,2 ГПа и выходом на насыщение [1]. Удобным объектом по изучению влияния подвижности дислокаций на размер кристаллитов является палладий и его гидриды. В чистом палладии конечный размер кристаллитов после МПД составил 50 нм, после крио-МПД – 20 нм; в гидридах палладия α-PdH составил 20 нм и в β-PdH – 5 нм. В стали Гадфильда (110Г12) после МПД формируется НК структура с размером кристаллитов 10 нм.

Из чистых элементов с низкой подвижностью дислокаций можно отметить металлы с явной направленностью связей, такие как марганец и технеций. МПД обработка марганца дала значения размеров кристаллитов 10 нм, а МПД чистого марганца при низкой температуре 78-80 К привела к его аморфизации.

Тугоплавкие металлы, такие как Mo, Ir, Re при МПД испытали структурную фрагментацию с размерами кристаллитов 20-30 нм и высоким уровнем упрочнения. Для иридия и рения значения микротвёрдости составили 20 – 25 ГПа, что в 3,5-4 раза превышает их исходную микротвёрдость.

Работа выполнена в рамках государственного задания МИНОБРНАУКИ России (тема «Давление», № АААА-А18-118020190104-3).

1. Pilyugin, V.P., Khlebnikova, Y.V., Egorova, L.Y. et al. Phys. Metals Metallogr. (2015) 116: 1203. https://doi.org/10.1134/S0031918X15120066

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.156

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРНЫХ ИЗМЕНЕНИЙ, ВЫЗВАННЫХ ВОЗДЕЙСТВИЕМ ЛАЗЕРНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ, В КРИСТАЛЛАХ $LiNbO_3$:Fe МЕТОДАМИ ВРЕМЯРАЗРЕШАЮЩЕЙ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКТОМЕТРИИ

Пиляк Ф.С., Благов А.Е., Куликов А.Г., Марченков Н.В., Писаревский Ю.В., Фридкин В.М., Ковальчук М.В.

ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия, FPilayk@yandex.ru

Одно из актуальных направлений современной физики связано с созданием планарных структур на базе материалов с заданными и даже управляемыми свойствами. Управление свойствами кристаллических материалов возможно за счет процессов локальной перестройки, возникающих при воздействии внешнего электрического поля вследствие обратного пьезоэлектрического эффекта и процессов миграции носителей заряда. Наиболее распространенный способ генерации в объеме кристалла постоянного электрического поля является применение высоковольтного источника, однако поле может быть индуцировано вследствие соответствующих физических явлений, например, фотовольтаического эффекта (ФВЭ).

Исследование процессов изменения свойств кристаллических материалов ранее проводились в основном электрофизическими методами. Однако подобные исследования возможно проводить методами рентгеновской дифрактометрии. Рентгеновское излучение обладает рядом преимуществ, такими как неразрушающий характер воздействия, высокое пространственное и временное разрешение, а также прецизионная чувствительность к реальной структуре образца. Метод времарязрешающей рентгеновской дифрактометрии позволяет получить высокоточные и информативные экспериментальные данные динамики изменения структуры образца.

В данной работе был впервые реализован метод времяразрешающей рентгеновской дифрактометрии в условиях воздействия на образец лазерного излучения. В основе предложенной методики лежит последовательная запись кривых дифракционного отражения (КДО) образца, подверженного внешнему воздействию. Исследуемые образцы – плоскопараллельные пластинки нецентросимметричного монокристалла ниобата лития с различной концентрацией примеси железа ($LiNbO_3$:Fe, Fe = 0,02%, 0,05%), в котором наблюдается аномально мощный ФВЭ. Исследования проводились на лабораторном рентгеновском источнике ($\lambda[MoK\alpha_1]$ = 0,70932 Å). В качестве источника лазерного излучения был использован лазерный модуль фирмы KVANT с регулируемой мощностью излучения до 2 Вт и длиной волны 532 нм. Измерения проводились на базе трехкристального рентгеновского спектрометра (ТРС), модернизированного для поставленной задачи.

Предварительные измерения методами электрофизики показало наличие аномального фотовольтаического эффекта в кристалле. По результатам, полученным в ходе применения вышеописанной методики, удалось выделить несколько типов процессов по кинетике их протекания и оценить их амплитуды. Наиболее быстрый эффект, возникающий за счет фотовольтаического эффекта и приповерхностной пьезоэлектрической деформации, удалось зарегистрировать при временах порядках 20 мс. Более медленный из наблюдаемых процессов вызван температурным расширением решетки и пироэлектрическим эффектом.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.157

ВЛИЯНИЕ ЧАСТИЦ B2-ФАЗЫ НА РАЗВИТИЕ α–γ'-МАРТЕНСИТНОГО ПРЕВРАЩЕНИЯ В [001]-МОНОКРИСТАЛЛАХ СПЛАВА FeMnAlNi

Поклонов В.В., Куксгаузен И.В., Чумляков Ю.И., Киреева И.В., Куксгаузен Д.А.
Национальный исследовательский Томский государственный университет, Томск, Россия
poklonov_vyacheslav@mail.ru

Высокая стоимость, а также сложность создания и обработки объемных заготовок из сплавов с эффектом памяти формы и сверхэластичностью (СЭ), таких как Ni-Ti, препятствуют их широкому использованию в промышленности. Разработанный в 2011 году сплав $Fe_{43,5}Mn_{34}Al_{15}Ni_{7,5}$ (ат.%) является более привлекательным, благодаря сочетанию низкой стоимости компонентов и обработки, а также возможностью создания большеразмерных структурных элементов с высокой пластичностью. Кроме того, данный сплав характеризуется необычным механизмом термоупругого мартенситного превращения (МП) из высокотемпературного α (ОЦК) аустенита в γ' (ГЦК) мартенсит, при котором напряжения $\sigma_{кр}$, необходимые для начала развития МП под нагрузкой, слабо зависят от температуры испытания.

В настоящей работе представлены результаты исследования СЭ в [001]-монокристаллах сплава $Fe_{43,5}Mn_{34}Al_{15}Ni_{7,5}$ (ат.%) при деформации сжатием. Выбор ориентации обусловлен тем, что при деформации сжатием теоретическая величина деформации решетки ε_0 определяется только вкладом образования сдвойникованной структуры мартенсита ε_{CVP}, а вклад деформации раздвойникованием γ'-мартенсита ε_{detw} отсутствует. Исследования проводились на монокристаллах после закалки и в состаренном состоянии. Закалка монокристаллов от температуры 1473 К в воду производилась для растворения γ-фазы, которая подавляет СЭ в кристаллах после роста. При старении данного материала при температуре 473 К в течение 3 часов в ОЦК матрице выделяются упорядоченные частицы NiAl размером 6-10 нм и объемной долей 34,3 %.

В экспериментах по исследованию температурной зависимости критических напряжений $\sigma_{кр}$ в температурном интервале от 203 К до 523 К обнаружено, что в кристаллах в закаленном и состаренном состоянии с ростом температуры испытания происходит линейный рост $\sigma_{кр}$, который описывается соотношением Клапейрона-Клаузиуса: $\alpha = d\sigma_{кр}/dT = \Delta H/\varepsilon_0 T_0$, где ΔH – изменение энтальпии при α–γ'-МП; ε_0 – деформация превращения; T_0 – температура химического равновесия фаз. Критические напряжения $\sigma_{кр}$ в кристаллах с упорядоченными частицами B2-фазы оказываются выше на 250 МПа, чем в закаленных кристаллах. Значение величины α для закаленных кристаллов составляет $\alpha_з = 0,51$ МПа/К, а после старения увеличивается до $\alpha_с = 0,62$ МПа/К. Показано, что СЭ в закаленных и состаренных кристаллах наблюдается в широком температурном интервале от 203 К до 523 К. В закаленных кристаллах максимальная величина СЭ при температуре 298 К составляет 5,7(± 0,2) % и величина механического гистерезиса Δσ, характеризующая рассеяние энергии при α–γ'-МП, составляет 120 МПа. Выделение частиц B2-фазы приводит к незначительному увеличению величины СЭ до 6,3(± 0,2) % и возрастанию механического гистерезиса в 3 раза (Δσ = 380 МПа), по сравнению с закаленным состоянием.

Таким образом, частицы B2-фазы приводят к упрочнению высокотемпературной фазы с сохранением большой величины СЭ и увеличению механического гистерезиса, что является важной характеристикой при проектировании демпфирующих элементов.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ №19-43-703008.
DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.158

ЭКСПЕМЕНТАЛЬНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ДОБАВОК ОКСИДОВ МЕТАЛЛОВ НА КИНЕТИКУ УПЛОТНЕНИЯ И СТРУКТУРУ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ В ПРОЦЕССЕ ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОГО ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ

Попов А.А., Болдин М.С., Нохрин А.В., Ланцев Е.А.
Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского, Россия, popov@nifti.unn.ru

В работе обсуждается влияние малого количества добавок оксидов магния, титана и циркония на эволюцию зеренной структуры керамики на основе оксида алюминия, полученных методом электроимпульсного плазменного спекания. В качестве параметров рассматривались скорости разогрева и время изотермической выдержки.

В качестве объектов исследования в работе выступали керамические образцы из систем порошков на основе чистого оксида алюминия α-Al_2O_3 дисперсностью 200 нм с добавкой 0,5%вес. оксида магния (MgO) дисперсностью <100 нм, оксида титана (TiO_2) дисперсностью <100 нм и оксида циркония (ZrO_2) дисперсностью <100 нм. Электроимпульсное плазменное спекание порошков проводилось на установке Dr. Sinter SPS-625 «SPS SYNTEX, INC.». Скорость нагрева $V_н$=50÷700 °С/мин, механическое напряжение в процессе спекания $P_{пресс}$= 6÷70 МПа. Спекание проводилось в вакууме 5 Па. Температура процесса спекания контролировалась оптическим пирометром, сфокусированным на поверхности графитовой пресс-формы с внутренним диаметром 12 мм. Максимальная температура – температура спекания ($T_{спек}$) лежала в интервале 1150 ÷ 1300 ^{0}С. Изотермическая выдержка при $T_{спек}$ составляла τ=0÷60 мин.

В работе проведено сравнение влияния введенных добавок на уплотнение керамических компактов в условиях квазистационарного и высокоскоростного разогрева. Анализ кинетики спекания оксидных композитов показал, что частицы оксида магния и циркония не оказывают влияния на кинетику протекания стадии интенсивного уплотнения ($Q(MgO)=30kT_m$, $Q(ZrO_2)$= в отличие от оксида титана $Q(TiO_2)=25kT_m$. Энергия активации зернограничной диффузии на II стадии спекания рассчитывалась на основании данных об уплотнении порошкового компакта при разогреве.

Установлено, что в условиях изотермической выдержки добавка оксида магния и оксида циркония тормозят рост зерен, при этом наблюдается уменьшение среднего размера зерна в 4 раза по сравнению с чистым Al_2O_3. Энергия активации зернограничной диффузии на III стадии при введении оксида магния и циркония составляет Q_b=30 kT_m.

Введении малого количества добавки оксида титана оказывает ускоряющий эффект на рост зерен, при этом наблюдается увеличение среднего размера зерна в 2 раза по сравнению с чистым Al_2O_3. Энергия активации зернограничной диффузии Q_b=25 kT_m.

Благодарности
Работа выполнена в рамках госзадания Минобрнауки РФ (проект №11.1114.2017/ПЧ).

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.159

ОСОБЕННОСТИ ВЫДЕЛЕНИЯ ИНТЕРМЕТАЛЛИДНЫХ ФАЗ В ЖАРОПРОЧНЫХ ТИТАНОВЫХ СПЛАВАХ И ИХ РОЛЬ В ФОРМИРОВАНИИ КОМПЛЕКСА СЛУЖЕБНЫХ СВОЙСТВ

А.А.Попов, Н.Г.Россина, М.А.Жилякова

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н.Ельцина. E-mail: a.a.popov@urfu.ru

Рассмотрены процессы выделения силицидных и алюминидных фаз в жаропрочных титановых сплавах различной легированности.

Показано, что в процессе изотермической выдержки в интервале температур 600…900°С или замедленного охлаждения с более высоких температур в сплавах, содержащих цирконий и кремний, формируются частицы силицидов типа $(Ti,Zr)_5Si_3$, которые преимущественно выделяются по межфазным α/β границам со стороны β-фазы. Выделение таких частиц понижает вязкостные свойства сплавов. При длительных выдержках в следствие их обогащения цирконием в процессе $\beta\rightarrow\alpha$ превращения происходит их трансформация в силициды типа $(Ti,Zr)_6Si_3$. Последние располагаются в теле α-фазы, что обусловливает обеднение твердого раствора по кремнию и цирконию и приводит к некоторому понижению служебных свойств.

В интервале температур 450…750°С возможно выделение алюминидов типа Ti_3Al (α_2- фаза), которые в зависимости от концентрации алюминия и температуры выдержки могут образовываться как по гетерогенному механизму (процесс зарождения и роста упорядоченной дисперсной фазы), так и по гомогенному механизму (процесс упорядочения α-твердого раствора). Выделение дисперсных частиц способствует охрупчиванию материала, в то время как при реализации гомогенного процесса вязкостные свойства остаются на достаточно высоком уровне при повышенных характеристиках жаропрочности.

Построена схематическая изотермическая диаграмма выделения силицидных и алюминидных частиц в жаропрочных титановых сплавах.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.160

ШКОЛА

ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИЧЕСКИХ И ТЕПЛОВЫДЕЛИТЕЛЬНЫХ СВОЙСТВ ГЕТЕРОСТРУКТУРНЫХ НАНОЧАСТИЦ МАГНЕТИТ-ЗОЛОТО ДЛЯ МАГНИТНОЙ ГИПЕРТЕРМИИ

Попова М.М.[1], Наленч Ю.А.[1], Щетинин И.В.[1], Савченко А.Г.[1], Мажуга А.Г.[1,2,3], Абакумов М.А.[1,4]

[1]*Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия*

[2]*Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева, Москва, Россия*

[3]*Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, Москва, Россия*

[4]*Российский национальный исследовательский медицинский университет имени Н.И. Пирогова, Москва, Россия*

m.popova@edu.misis.ru

Наночастицы (НЧ) металлов и их оксидов нашли широкое применение для диагностики и терапии онкозаболеваний: адресной доставки лекарств, магнитной гипертермии и в качестве контрастных агентов для МРТ-диагностики [1]. Гетероструктурные НЧ Au-Fe3O4 интересны своей морфологией, благодаря которой приобретают более высокую способность к выделению тепла и каталитическую активность, а также лучшие контрастные свойства в качестве контрастных агентов для томографии [2].

Эпитаксиальный рост магнетита на НЧ золота происходит таким образом, что кристаллографические плоскости (111) магнетита параллельны плоскостям (111) золота. Структура НЧ Au-Fe3O4 типа “nanoflowers” состоит из одного ядра золота и нескольких зародышей магнетита. Они имеют определенную ориентировку в пространстве, за счёт которой у НЧ, действующих синергически, наблюдаются повышенные значения SLP (specific loss power), и они могут потенциально использоваться при магнитной гипертермии в высокочастотном переменном магнитном поле [3].

В работе были синтезированы гетероструктурные НЧ Au-Fe_3O_4 типа “nanoflowers” путем термического разложения $Fe(CO)_5$ в высококипящем полярном растворителе в присутствии наночастиц золота. НЧ покрыли биосовместимым блок-сополимером Pluronic F127. Физические свойства исследовали методами просвечивающей электронной микроскопии, рентгеноструктурного анализа, магнитометрии с помощью вибромагнетометра и термогравиметрического анализа. Тепловыделительные свойства при магнитной гипертермии исследовали с помощью генератора высокочастотного переменного магнитного поля TOR UltraHT: по кривым нагрева образца рассчитывали удельную мощность потерь SLP. Полученные значения SLP НЧ Au-Fe_3O_4 типа “nanoflowers” превышают значения гантелевидных НЧ Au-Fe_3O_4 и НЧ магнетита такого же размера. Исследованные в работе НЧ позволяют проводить нагрев до температур 41-43 °C, используя меньшие концентрации НЧ, по сравнению с коммерчески доступными и применяемыми в клинике частицами для магнитной гипертермии Nanotherm™.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ в рамках проектов № 18-29-09061 и 18-29-09082.

Список источников:

1. Q. A. Pankhurst et al. Applications of magnetic nanoparticles in biomedicine // Journal of Physics D: Applied Physics, Volume 36, Number 13
2. Elvira Fantechi, Alejandro G. Roca et al. Seeded Growth Synthesis of Au–Fe3O4 Heterostructured Nanocrystals: Rational Design and Mechanistic Insights // Chemistry of Materials 2017 29 (9), 4022-4035
3. Blanco-Andujar C. et al. Design of iron oxide-based nanoparticles for MRI and magnetic hyperthermia // Nanomedicine (Lond). 2016 Jul;11(14):1889-910.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.161

МОДИФИКАЦИЯ САПФИРА, ИМПЛАНТИРОВАННОГО Zn И ОТОЖЖЕННОГО В КИСЛОРОДЕ, С ПОМОЩЬЮЮ ОБЛУЧЕНИЯ БЫСТРЫМИ ИОНАМИ Xe

В.В. Привезенцев[1, 2], А.П. Сергеев[1], В.А. Скуратов[3], В.С. Куликаускас[4], О.С. Зилова[5], А.А. Бурмистров[5], Т.С. Титова[6], Д.А. Киселев[6], А.Н. Терещенко[7]

[1] ФГУ ФНЦ НИИСИ РАН, 117218 Москва, Россия
[2] ФТИАН им. К.А. Валиева РАН, 117218 Москва, Россия
[3] ОИЯИ, Дубна, Моск. обл., Россия
[4] НИИЯФ, МГУ им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия
[5] НИУ «МЭИ», 111250 Москва, Россия
[6] НИТУ «МИСиС», 119049 Москва, Россия
[7] ИФТТ РАН, 117218 Черноголовка, Моск. обл., Россия

Свойства наночастиц (НЧ) ZnO широко исследуются из-за их возможного применения в современных оптоэлектронных устройствах. Известен способ для контроля формы и размера НЧ с помощью облучения быстрыми тяжелыми ионами (ОБТИ). Это воздействие приводит к образованию неупорядоченных областей нанометрового размера в подложке вокруг траектории движения быстрых ионов, что вызывает изменение свойств самой подложки и НЧ в ней. В данной работе мы исследовали модификацию с помощью ОБТИ приповерхностного слоя сапфире, имплантированного Zn и отожженного в кислороде.

Монокристаллические подложки Al_2O_3 (012) имплантировали ионами $^{64}Zn^+$ с дозой 5×10^{16}/см^2 и энергией 100кэВ. Затем образцы отжигались в диапазоне 400-900^{o}C в кислороде с шагом в 100^{o}C изохронно в течение 1ч на каждом шаге. После отжига при 700^{o}C, который является наиболее оптимальным для образования фазы ZnO, образцы облучали при комнатной температуре ионами $^{132}Xe^{26+}$ с энергией 167МэВ и флюенсом в диапазоне 5×10^{12}-2×10^{14}/см^2 по нормали к поверхности.

Образцы были изучены методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) в режимах эмиссии вторичных электронов (ВЭ) и обратно рассеянных электронов (ОРЭ) в сочетании с рентгеновской энерго-дисперсионной спектроскопией (ЭДС) на приборе MIRA3 (TESCAN). Визуализация поверхности образцов проводилась в полуконтактной моде (AC Air Topography) на сканирующем зондовом микроскопе MFP-3D (Asylum Research). Структура сапфира анализировалась на *cross-section* образцах методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) на приборе Titan 80-300 (FEI) при ускоряющем напряжении 200кэВ. Этот микроскоп был оснащен высокоугловым кольцевым детектор темного поля (HAADF) для работы в сканирующего ПЭМ (СПЭМ) режиме. Оптические свойства сапфира изучали с помощью фотолюминесценции (ФЛ) в видимом диапазоне при 300 и 10К.

Из исследований РЭМ-ВЭ и РЭМ-ОРЭ с учетом ЭДС следует, что после окисления при 700^{o}C на поверхности сапфира наблюдаются яркие мелкие пятна (Zn-содержащих НЧ) и темные кратеров с размером около 10нм. Как вытекает из ПЭМ исследований, это связано с формированием в приповерхностном слое сапфира НЦ ZnO шарообразной формы с размером около 5нм и возможной диффузией Zn в атмосферу во время окисления. Из АСМ исследований следует, что шероховатость образцов за время термообработки возрастает от R_a=1.62нм до 2.56нм при 800^{o}C, причем в последнем случае зафиксированы поры глубиной до 22.5нм.

После облучения Xe с флюенсом 2×10^{14}/см^2 на поверхности сапфира обнаружены кратеры с поперечными размерами 20-50нм и глубиной около 5нм, а также Zn-содержащие НЧ с размером около 10нм, а в приповерхностном слое образца НЧ оксида цинка не зафиксированы. ФЛ исследования показали, что после облучения Xe с флюенсом 2×10^{14}/см^2 происходит гашение люминесценции в ZnO на длине волны 380нм, которая наблюдалась после отжига при 700^{o}C, а растет ФЛ зона с максимумом на длине волны 400нм и пологим спадом в длинноволновую область вплоть до длины воны 600нм, вызванный дефектами, обусловленными кислородными вакансиями (F-центры).

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.162

РЭМ, АСМ и РФЭС/ОЭС ИССЛЕДОВАНИЕ КВАРЦА, ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНО ИМПЛАНТИРОВАННОГО ЦИНКОМ И ФТОРОМ

В.В. Привезенцев[1, 2], Ф.А. Юдкин[1], О.С. Зилова[3], А.А. Бурмистров[3], Т.С. Титова[4], Д.А. Киселев[4]

[1] ФГУ ФНЦ НИИСИ РАН, 117218 Москва, Россия
[2] ФТИАН им. К.А. Валиева РАН, 117218 Москва, Россия
[3] НИУ «МЭИ», 111250 Москва, Россия
[4]НИТУ «МИСиС», 119049 Москва, Россия

В настоящее время наночастицы (НЧ) оксидов металлов в прозрачным матрицах широко изучаются из-за их возможного применения в микроэлектронных устройствах. Особый интерес представляют НЧ оксида цинка, поскольку ZnO является прямозонным материалом с шириной запрещенной зоны 3.37эВ и имеет большую энергию связи в экситона 60мэВ. Обычно НЧ оксида цинка в кварце создаются с помощью имплантации Zn и термического окисления. В настоящей работе исследуются структура и химический состав кварца, последовательно имплантированный ионами Zn и F и отжигом в инертной среде.

Кварцевые пластины были имплантированы с дозой 5×10^{16}см$^{-2}$ сначала ионами $^{64}Zn^{+}$ с энергией 50кэВ, а затем ионами $^{19}F^{+}$ с энергией 17кэВ. Проекционный пробег для обоих ионов составлял около 40нм. Отжиг проводился в Ar при 400-900^{o}C с шагом 100^{o}C и длительностью 1ч на каждом шаге.

Образцы исследовали с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ) MIRA3 (TESCAN) при использовании энерго-дисперсионной спектроскопии (ЭДС). Визуализация поверхности проводилась в полуконтактной моде на атомно-силовом микроскопе (АСМ) MFP-3D (Asylum Research). Химическое состояние примесей и их концентрационные профили исследовали с помощью рентгеновского фотоэлектронного спектрометра (РФЭС) PHI5500VersaProbeII. Для послойного анализа использовали травление ионами Ar^{+} с энергией 2кэВ.

Из РЭМ исследований с учетом ЭДС установлено, что после имплантации Zn/F на поверхности находятся Zn-содержащие частицы с поперечными размерами около 1μм, а в процессе отжигов диапазоне 400-900°C эти НЧ уменьшаются в размере до значения около 100нм (при 900^{o}C). Из АСМ данных следует, что после Zn/F имплантации шероховатость поверхности составляет 0.63нм. В процессе отжигов она вначале увеличивается до значения 16.3нм (при 600^{o}C), а затем уменьшается до 1.57нм (при 900°C) при очень развитой поверхности, что связано с образованием в приповерхностном слое НЧ оксида цинка.

Из концентрационных профилей примесей, определенных по интегральным интенсивностям РФЭС линий, следует, что после Zn/F имплантации образцы загрязнены углеводородами, но после отжига при 600^{o}C толщина пленки C уменьшается до 5нм, а при 800-900^{o}C становится вовсе незначительной. Имеем также, что после отжига при 600^{o}C максимум концентрации Zn (5,5ат.%) расположен на глубине 25нм, а максимум концентрации F (1,6ат.%) на глубине 9нм.

Оже-спектры Zn LMM на поверхности и в глубине (31.5нм) расположены при $E_{кин}$=986.0эВ, но имеют несимметричную форму. С учетом погрешности измерения (ΔE=0,2эВ) следует, что Zn находится в окисленном состоянии (NIST). Однако оба эти оже-спектра можно представить в виде суммы двух спектров с гауссовой формой, отвечающих фазе ZnO и фазе Zn. Иначе говоря, в пленке ZnO присутствует некоторая часть неокисленного цинка Zn^{o} с нулевым зарядовым состоянием.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.163

ВЛИЯНИЕ КАССЕТНОЙ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА ВЫРАЩИВАЕМЫХ ПЛАСТИН ХАЛЬКОГЕНИДОВ

[1]<u>Простомолотов А.И.</u>, [2]Бублик, В.Т., [1]Верезуб Н.А., [2]Воронин А.И., [2]Табачкова Н.Ю.

[1]Институт проблем механики им. А.Ю. Ишлинского РАН, Москва, РФ
[2]НИТУ «МИСиС», Москва, РФ

prosto@ipmnet.ru

Основной проблемой, возникающей при кассетном выращивании пластин термоэлектрического материала [1], является неустойчивость роста поликристалла, которая проявляется в виде дендритного роста. В этом случае возникает химическая и фазовая микро-неоднородность, которая не только отрицательно сказывается на уровне и однородности термоэлектрических параметров, но и на механических свойствах получаемых пластин, приводя к их разрушению в процессе вырезки из них элементов термобатарей.

Основной технологической целью является получение достаточно однородных пластин термоэлектрического материала и обладающих благоприятной текстурой для реализации анизотропии электрофизических свойств характерной для ромбоэдрической кристаллической решетки. Однородность слитков по длине и периметру и четкая текстура материала, при которой плоскости базиса располагаются параллельно оси роста, обеспечивают не только хорошие термоэлектрические свойства, но и достаточную прочность получаемого материала. В то время как дендритный тип кристаллизации характеризуется случайными кристаллографическими ориентировками кристаллов по отношению к оси роста. Поэтому основной задачей является подавление ликвации при выращивании слитков ТЭМ и получение высокой воспроизводимости термоэлектрических свойств в выращенных поликристаллических пластинах.

Пластины термоэлектрических материалов n и p-типа проводимости на основе тройных твердых растворов $Bi_2Te_{3-X}Se_X$ и $Bi_XSb_{2-X}Te_3$ были получены кассетной кристаллизацией из расплава. Скорость кристаллизации изменяли от 1.2 мм/мин до 0.15 мм/мин. Математическое моделирования тепловых процессов в кассете показало, что при достаточно быстром снижении нагревательной мощности может происходить смена устойчивого вертикального градиента температуры в кассете на неустойчивый профиль, что вызывает конвективное движение, существенно искривляющее форму фронта кристаллизации, а последнее способствует возникновению дендритного роста. Рентгено-дифрактометрический контроль однородности состава проведен по длине и сечению образцов для измерения параметра решетки и анализа структуры образцов по уширению дифракционных линий. С помощью построения прямых полюсных фигур исследована ориентация плоскостей спайности относительно плоскости пластины и оси роста. Дана рентгеноструктурная оценка формы фронта кристаллизации. Измерение термоэлектрических свойств проведено методом Хармана.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ: 18-02-00036.

1. Белов Ю.М. и др. // Патент РФ, № 2402111. 20.10.2010. 15 с.
DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.164

ОСОБЕННОСТИ ТЕПЛОВЫХ ПРОЦЕССОВ ПРИ КАССЕТНОЙ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ ХАЛЬКОГЕНИДОВ

Простомолотов А.И. , **Верезуб Н.А.**

Институт проблем механики им. А.Ю. Ишлинского РАН, Москва, РФ

prosto@ipmnet.ru

Рассмотрены результаты математического моделирования тепловых процессов для новой модификации метода Бриджмена в виде процесса «кассетной» кристаллизации термоэлектрических материалов на основе халькогенидов [1]. Выполнено моделирование процесса кристаллизации как для отдельной кассеты, так и для всей геометрии ростового узла. Они опираются на методические разработки авторов по сопряжению конечно-элементных и конечно-разностных моделей и их программные реализации [2].

При определенных технологических условиях в кассете может возникать тепловая неустойчивость, вызванная действием тепловой гравитационной конвекции. Для отдельной кассеты процессы гидродинамики и теплопереноса с учетом кристаллизации расплава моделировались численно на основе решения уравнений Навье-Стокса и теплопереноса в приближении Буссинеска. Процесс кристаллизации описывался введением в уравнение теплопереноса источника выделения скрытой теплоты кристаллизации в некотором переходном слое – между изотермой ликвидуса T_L = 859 K и солидуса T_S = 857 K. В ростовом процессе при медленном охлаждении реально реализуется слабый конвективный режим, при котором возникают симметричные вихревые структуры в расплаве, обеспечивающие слегка выпуклый в расплав фронт кристаллизации. Однако при быстром снижении нагревательной мощности происходит смена устойчивого вертикального градиента температуры в кассете на неустойчивый профиль, что вызывает конвективное движение, существенно искривляющее форму фронта кристаллизации, а последнее способствует возникновению дендритного роста.

В трехмерной модели теплового узла учитывается радиационный нагрев блока кассет от резистивного нагревателя играет значительную роль. Уравнения радиационно-кондуктивного теплопереноса и кристаллизации решаются для сложной геометрии теплового узла, состоящего из элементов с разными теплофизическими свойствами [2]. Устойчивый вертикальный температурный градиент сохранялся на всех стадиях процесса кристаллизации. Уменьшение этого градиента во время ростового процесса происходило путем снижения тепловой мощности нагревателя. Проведена оптимизация тепловой системы для снижения нагревательной мощности во время ростового процесса, а также предложены способы улучшения конструкции и теплоизоляционных материалов ростового узла.

Работа выполнена на вычислительной базе ИПМех РАН (тема № АААА-А17-117021310373-3) при поддержке гранта РФФИ: 18-02-00036.

1. Белов Ю.М. и др. // Патент РФ, № 2402111. 20.10.2010. 15 с.
2. Простомолотов А.И., Верезуб Н.А., Ильясов Х.Х. Дистанционное и сопряженное моделирование тепломассопереноса и дефектообразования в технологических процессах // Изв. ВУЗов. МЭТ. 2015. Т. 18, № 1. С. 31–36.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.165

РЕНТГЕНОВСКАЯ ТОПОГРАФИЯ
В ФИЗИЧЕСКОМ МАТЕРИАЛОВЕДЕНИИ:
НОВЫЕ ВОЗМОЖНОСТИ И ДОСТИЖЕНИЯ

Прохоров И.А.[1], **Подурец К.М.**[2], **Калоян А.А.**[2]
[1]*Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия*
[2]*Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва, Россия*
igor.prokhorov@mail.ru

Практически все полезные свойства кристаллов в той или иной степени связаны со структурными дефектами. Рентгеновская топография (дифракционная микроскопия) – это группа методов, позволяющих получить изображение вариаций интенсивности, дифрагируемой различными точками объема и поверхности кристаллов [1], и таким образом "увидеть" дефекты кристаллической структуры, определить их тип и пространственное положение.

К настоящему времени разработаны и широко используются ряд однокристальных (метод Ланга, аномального прохождения рентгеновских лучей, секционная топография, метод углового сканировании и т.д.) и различные варианты многокристальных топографических методов, особенности применения которых рассмотрены в многочисленных обзорах (см., например, [2, 3]).

Возможности рентгеновской топографии существенно возросли при использовании синхротронного излучения (СИ). Оно позволяет изучать очень слабые отражения, предельно малые деформации, рост кристаллов in situ, зарождение и миграцию дефектов в кристаллах и тонких пленках, динамику доменов и фазовых переходов и т.п. Сочетание высокой яркости СИ с возможностями современных цифровых CCD детекторов существенно расширило информативность экспериментов, объединив преимущества рентгеновской топографии (визуализация дефектов кристаллической решетки) и рентгеновской дифрактометрии (количественные измерения углового положения, интенсивности брэгговских пиков и их полуширины).

В настоящей работе обобщается опыт практического применения топографических методов для изучения закономерностей формирования реальной структуры объемных монокристаллов и тонких пленок. Представлены примеры использования топографических методов для изучения и оптимизации технологии изготовления ряда практически важных материалов микроэлектроники. На примере кристаллов $ZnGeP_2$ продемонстрированы возможности плосковолновой рентгеновской топографии, топографии в белом пучке СИ и топографии в монохроматизированном пучке СИ с угловой разверткой кристалла [4]. Исследования на СИ проводили на станции «Медиана» Курчатовского источника синхротронного излучения. Выявлены основные дефекты структуры: дислокации, малоугловые границы (МУГ), полосы роста. Установлено, что МУГ распространяются вдоль оси роста кристаллов и делят их на области, разориентированные до одной угловой минуты. Построены карты распределения интегральной и пиковой интенсивностей, а также полуширины кривых качания, характеризующие совершенство кристаллов с микронным разрешением.

В настоящее время без использования рентгеновской топографии практически невозможно решать фундаментальные и прикладные задачи, связанные с ростом кристаллов и созданием приборов на их основе.

1. Authier A. // Dynamical theory of X-ray diffraction. Oxford: University press, 2003, p. 513.
2. Суворов Э.В. // Поверхность. Рентген., синхротр., и нейтр. исслед. 2018, №9, с. 3.
3. Шульпина И.Л., Прохоров И.А. Кристаллография. 2012, Т. 57, №5, с. 740.
4. Kaloyan A.A., Podurets K.M., Prokhorov I.A. et al. Cryst. Res. Technol. 2018, 1800154.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.166

Развитие методов QEXAFS с использованием рентгеновского адаптивного изгибного пьезоактуатора

<u>А.И. Проценко</u>[1,2], А.Е. Благов[1,2], А.В. Таргонский[1,2], Я.А. Элиович[1,2], А.В. Рогачев[1], С.Н. Якунин[1], М.В. Ковальчук[1,2]

[1] НИЦ «Курчатовский институт»
[2] ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН
e-mail: 8xenderx8@gmail.com

На синхротронной станции «Ленгмюр» ККСНИ НИЦ «Курчатовский институт» реализована однокристальная схема быстрого управления энергией рентгеновского пучка с помощью адаптивного изгибного рентгеноакустического элемента [1] для записи тонкой структуры спектра поглощения (EXAFS) К-края брома (Br).

Для управления параметрами излучения и записи спектра поглощения использовалась система возбуждения и контроля ультразвуковых колебаний, а регистрация рентгеновского пучка, прошедшего через образец, дифрагированного рентгенооптическим изгибным элементом и ограниченного щелями осуществлялась с помощью сцинтилляционного детектора, подключенного к многоканальному анализатору. Рентгеноакустический элемент возбуждался за счет обратного пьезоэффекта путем подачи переменного синусоидального электрического сигнала амплитудой 90 В на первой резонансной гармонике $f_{рез}$= 239 Гц. В процессе экспериментов регистрировалась интенсивность пучка в зависимости от фазы управляющего сигнала, которая затем пересчитывалась в спектр поглощения.

Установлено, что энергия края поглощения и радиус первой координационной сферы совпадают для рентгеноакустического и механического спектров. Достигнутый диапазон энергетического сканирования составил 13.25-13.65 кэВ (400 эВ). Максимальное временное разрешение, которое может быть достигнуто при использовании рентгеноакустического метода составляет 2.1 мс, а время необходимое для записи спектра, качество которого достаточно для последующего анализа, в проведенном эксперименте, составило около 30 секунд и может быть уменьшено за счет использования детектора с высоким динамическим диапазоном и скоростью счета, а также оптимизации рентгенооптической схемы измерений.

Разработанная схема перспективна для реализации методов QEXAFS при исследовании кинетики химических реакций, например, циклической реакции Белоусова-Жаботинского [2], а также деформационных процессов в твердых телах в условиях внешних воздействий.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке грантов РФФИ № 18-32-20108 мол_а_вед, а также гранта МК-2451.2018.2

1. А.Е. Благов, А.С. Быков и др. ПТЭ, 2016, № 5, с. 109
2. M Hagelstein, T Liu et al. // J. of Physics: ConferenceSeries 430 (2013) 012123

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.167

СТРУКТУРА МНОГОСЛОЙНЫХ КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ Cu-Ta, (СВАРКА ВЗРЫВОМ)

Пушкин М.С., Пацелов А.М., Гринберг Б.А.

Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН, Екатеринбург, Россия

limon.5ddd@yandex.ru

Представлен анализ исследования структуры многослойных композитов на основе Cu-Ta, получаемых посредством сварки взрывом. На основе электронно-микроскопических исследований проведено сравнение многослойных композитов с двуслойными композитами Cu-Ta. Выявлено сходство и различие микроструктур, а также причины различия. Особое внимание обращается на промежуточные слои, играющие роль буферов. За счет разработки многослойных композитов удается повысить прочность соединений при одновременном сочетании с достаточной пластичностью. Авторами настоящего доклада для композитов на основе Cu-Ta (двуслойных и многослойных) получены приоритетные результаты, излагаемые далее.

Многослойный композит получен используя схему из нескольких последовательно соударяющихся пластин при их параллельном расположении и специальном устройстве (подпорки), обеспечивающем их раздвижку. На верхней (плакирующей) пластине размещался заряд взрывчатого вещества. При инициации ВВ под действием детонационной волны метаемая медная пластина ломает подпорки и вместе с пластиной тантала падает на следующую медную пластину, образуя первую границу раздела. Аналогичным образом были получены шесть исследуемых границы раздела.

Обнаружены характерные особенности, определяющие как сходство, так и различие двуслойных и многослойных композитов на основе Cu-Ta.

Сходство:

1) В случае многослойного композита нами не была получена плоская граница раздела. Наблюдалась квазиволновая граница, содержащая всплески и волны, подобная наблюдаемой ранее для двуслойного композита.

2) В структуре переходных зон были обнаружены участки локального расплавления материала, что является характерной особенностью и для двуслойного композита.

Различие:

1) Все шесть переходных зон (1)-(6), как оказалось, обладают квазиволновой границей. Видны участки, где проявляется хорошая волнообразная структура, а также участки плоской границы, покрытой отдельными всплесками. Однако, наблюдается также и совсем гладкая поверхность, на которой нет никакой шероховатости. Для переходной зоны (6) реализуется одновременно три состояния: гладкая поверхность, плоская граница, состоящая из отдельных выступов. и волнообразная граница. Подобного рельефа для двуслойного композита не наблюдалось.

2) Ранее мы предполагали, что при интенсификации режима сварки происходит переход от плоской границы к квазиволновой, а затем к волнообразной границе. Переходная зона (6) имеет более высокую подводимую энергию, чем (1)-(5). Однако, всем зонам соответствует волнообразная граница, а для (6) были найдены совсем гладкие участки. Такая картина также не характерна для двуслойного композита.

3) В случае многослойного композита были найдены зоны локального расплавления. Однако, структура в виде застывших частиц тантала в расплавленной меди не наблюдалась. Фрагментация, которая активно исследуется в случае сварного соединения медь-тантал, для многослойного композита не была обнаружена.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.168

Динамическое разрушение ультрамелкозернистых материалов

Разоренов С.В.
Институт проблем химической физики РАН, Черноголовка Московской обл., Россия
razsv@ficp.ac.ru

Обсуждаются исторические и методические аспекты формирования субмикрокристаллической структуры в металлах. Представлены результаты измерения пределов текучести и откольной прочности при ударном сжатии титана, алюминия и железа и других металлов с различным размером зерна, регулируемым интенсивной пластической деформацией, выполненные с целью поиска корреляции между спектром дефектов в материале и сопротивлением деформированию и разрушению при субмикросекундных длительностях нагрузки. Результаты измерений недвусмысленно демонстрируют влияние структурных факторов на сопротивление высокоскоростному деформированию и разрушению. Несовершенства структуры, которые являются упрочняющим фактором, ослабляют зависимость предела текучести от скорости деформирования. Различие скоростных зависимостей может быть настолько большим, что, в случае титана и алюминия, изменяется знак влияния структурных факторов с переходом от квазистатического к высокоскоростному нагружению.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.169

ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ В СЛОИСТЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛАХ ПРИ ДЕФОРМАЦИИ КРУЧЕНИЕМ ПОД ВЫСОКИМ ДАВЛЕНИЕМ

Рогачев С.О., Никулин С.А., Хаткевич В.М.

Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия

E-mail: csaap@mail.ru

Изучены особенности формирования структуры в слоистых металлических материалах при деформации методом кручения под высоким давлением. В качестве материалов для исследования использовали следующие плоские трехслойные композиции (сэндвичи), подвергнутые совместной деформации методом КВД: (1) сталь / ванадиевый сплав / сталь; (2) сталь / циркониевый сплав / сталь; (3) ванадиевый сплав / циркониевый сплав / ванадиевый сплав; (4) сталь / медь / сталь; (5) ванадиевый сплав / медь / ванадиевый сплав; (6) циркониевый сплав / медь / циркониевый сплав; (7) сталь / сталь / сталь.

Композиции выбирали таким образом, чтобы обеспечить одинаковое или различное механическое поведение слоев при больших деформациях. В композициях (1)–(6) в качестве среднего слоя был выбран более мягкий материал по сравнению с материалами внешних слоев, а в композиции (7) все слои были сделаны из близких по механическим свойствам материалов.

Исходные слои (пластины) диаметром 8 мм вырезали электроэрозионным способом из листов сталей 08Х17Т и 15Х25Т и ванадиевого сплава V-10Ti-5Cr, а также из прутков сплава Zr-2.5%Nb (Э125) и меди чистотой 99.95 %. В композициях (1), (2), (4) и (7) в качестве материала внешних слоев использовали сталь 08Х17Т. В композиции (7) в качестве материала среднего слоя использовали сталь 15Х25Т. Далее все пластины подвергали механической полировке с обеих сторон и собирали из них трехслойные композиции: нижний слой толщиной 0.3 мм, средний слой толщиной 0.2 мм, верхний слой толщиной 0.5 мм. Совместное КВД собранных трехслойных композиций проводили на установке типа наковальни Бриджмена при комнатной температуре, при квазигидростатическом давлении P = 6 ГПа и числе оборотов N = 5.

Показано, что в зависимости от характеристик исходных слоев (твердости, механического поведения и способности к упрочнению) при КВД формируется либо гладкая граница раздела между слоями, либо происходит «перемешивание» слоев и формирование ультратонкой мультислоистой «вихревой» структуры.

В композициях, в которых внешние слои обладают большей твердостью по сравнению со средним слоем, формируется преимущественно гладкая граница раздела между слоями. Такая же граница формируется в случае, когда все слои характеризуются близким механическим поведением при КВД. Формирование структуры такого типа наблюдалось в композициях (4) – (7). Следует учитывать тот факт, что слои в процессе КВД упрочняются, что может как увеличить разницу в уровне твердости слоев, так и уменьшить ее.

В композициях, в которых все слои в ходе КВД приобретают близкий уровень твердости, формируется ультратонкая мультислоистая «вихревая» структура (важно, чтобы при этом слои характеризовались различным механическим поведением при КВД). Формирование такого типа структуры наблюдалось в композициях (1) – (3).

Acknowledgement: *The work was carried with financial support from the grant of President of the Russian Federation (No. MK-6239.2018.8). The authors greatly thank Sundeev R.V. for the help with the HPT-deformation of the samples.*

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.170

МИКРОМЕХАНИКА ДИСЛОКАЦИЙ В ТОНКОПЛЕНОЧНЫХ МАТЕРИАЛАХ ЭЛЕКТРОНИКИ И ОПТОЭЛЕКТРОНИКИ

Романов А.Е.

Университет ИТМО, Санкт-Петербург, Россия

Релаксация механических напряжений в тонкопленочных гетероструктурных материалах электроники и оптоэлектроники, для которых типично наличие решёточного несоответствия между слоями, обычно происходит путем образования дислокаций несоответствия (ДН) на границах слоев и сопровождается генерацией высокой плотности пронизывающих (проникающих) дислокаций (ПД) в объеме материала. Наличие последних негативно влияет на работу различных устройств электроники и оптоэлектроники, включая светодиоды (СИД) и лазерные диоды (ЛД), поскольку ПД оказываются в активной области таких устройств. Релаксация в напряженных гетерослоях также приводит к их растрескиванию, изменению морфологии поверхности и изгибу во время роста и/или при процессировании.

В последние десятилетия проведены детальные экспериментальные и теоретические исследования релаксации напряжений в тонкоплёночных гетероструктурах и предложены методики снижения плотности ПД в активных областях устройств. В настоящем докладе рассматриваются общие подходы к моделированию ДН и ТД в гетероструктурах, а также подробно обсуждается конкретные дислокационные модели [1-8].

Полосчатая (cross-hatch) морфология поверхности, часто наблюдаемая при росте полупроводниковых гетероструктур, оказывается напрямую связанной с релаксацией напряжений и может быть объяснена в рамках подхода, учитывающего скольжение ПД, образование ДН и формирование поверхностных ступенек [5]. Данные механизм работает для материалов с наклонными плоскостями скольжения, например, для слоев материалов с ГЦК структурой, выращенных в ориентации типа {001}. Другой специфический механизм релаксации напряжений реализуется при прорастании наклонных ПД [4]. Например, это наблюдается для полярных III-нитридных слоев с кристаллической структурой вюрцита, выращенных в ориентации (0001). Для полуполярных III-нитридных гетероструктур релаксация осуществляется путем скольжения дислокаций либо в базисных (0001)/<11-20>, либо в призматических {10-10}/<11-20> системах скольжения [6,7].

При изучении поведения ПД выявлены основные физические процессы, ответственные за снижение их плотности: (i) относительное движение ПД и (ii) реакции между ПД [1]. Первый вариант движения ПД реализуется в напряженных слоях, когда мобильная ПД производит новый сегмент ДН, уменьшая таким образом напряжение несоответствия в слое [3]. Второй вариант эффективного движения ПД имеет место даже в релаксировнных слоях, когда точка, в которой наклонная ПД встречает поверхность слоя, смещается в латеральном направлении при росте слоя [2]. Для снижения плотности ПД важны реакции аннигиляции и слияния дислокаций. Для количественного описания отмеченных выше процессов были выведены уравнения «кинетики-реакции» для плотностей ПД и ДН, которые были проанализированы как аналитически, так и численно [1-3].

Результаты моделирования дислокаций в тонкопленочных материалах электроники и оптоэлектроники сопоставлены с экспериментальными данными по релаксации напряжений в типичных системах пленка/подложка для гетероструктур полупроводниковых соединений A3B5 и SiGe в ориентациях типа {001} и {111}, а также III-нитридов, выращенных как в полярной, так и полуполярной ориентациях.

References

[1] A.E. Romanov et al., APL **69** (1996) 3342.
[2] J.S. Speck et al., JAP **80** (1996) 3808.
[3] A.E. Romanov at al., JAP **85** (1999) 182.
[4] A.E. Romanov and J.S. Speck, APL **83** (2003) 2569.
[5] A.M. Andrews et al., JAP **95** (2004) 6032.
[6] A.E. Romanov et al., JAP **109** (2011) 103552.
[7] A.M. Smirnov et al., APL Materials **4** (2016) 016105.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.171

МЕТОДЫ ДВУХКРИСТАЛЬНОЙ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКТОМЕТРИИ И ТОПОГРАФИИ В АНАЛИЗЕ РЕАЛЬНОЙ СТРУКТУРЫ КРИСТАЛЛОВ

Романов Д.А.[1], Прохоров И.А.[1], Волошин А.Э.[2], Большаков А.П.[3], Ральченко В.Г.[3]
[1]Россия, Калуга, Лаборатория Космического материаловедения ИК РАН - филиал ФНИЦ«Кристаллография и фотоника» РАН
[2]Россия, Москва, Институт кристаллографииим. А.В. Шубникова ФНИЦ«Кристаллография и фотоника» РАН
[3]Россия, Москва, Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН
E-mail: oxly13@mail.ru

Кристаллы - основа многочисленных приборов и устройств современной техники. Все реальные кристаллы содержат разнообразные несовершенства структуры, которые сильно, иногда кардинально, изменяют свойства кристаллов и оказывают непосредственное влияние на эксплуатационные характеристики приборов, изготовленных на их основе.

Для изучения закономерностей формирования и контроля реальной структуры кристаллов в настоящее время используют широкий круг физических методов исследования. Методы двухкристальной рентгеновской дифрактометрии (ДРД) и топографии нашли широкое распространение в лабораторной практике, как наиболее доступные и относительно простые в техническом исполнении. Использование этих методов при исследовании эпитаксиальных структур позволяет определить: структурное совершенство подложки и пленки; несоответствие в межплоскостных расстояниях кристаллических решеток подложки и пленки и их взаимную разориентацию; толщину эпитаксиальной пленки по периоду осцилляции интенсивности (Pendellösung); когерентность сопряжения решеток; кривизну пластины и, соответственно, уровень упругих напряжений в системе, а также изменение состава по толщине и структуру межфазной границы при обработке кривой качания с использованием методов математического моделирования.

В настоящей работе возможности методов ДРД и топографии анализируются на примере исследования объемных HPHT кристаллов и CVD-пленок алмаза, которые благодаря уникальным свойствам: высокой твердости, химической и радиационной стойкости, малому коэффициенту теплового расширения и высокой теплопроводности – находят все более широкое применение в различных областях науки и техники [1, 2]. Выявлены основные дефекты структуры (дислокации, дефекты упаковки, микросегрегационные полосы роста, включения второй фазы и др.) возникающие в кристаллах в процессе их получения. Обнаружено формирование пучков дислокаций, зарождающихся на границе плёнка-подложка из-за возможных приповерхностных нарушений подложки и релаксации упругих макронапряжений, возникающих из-за несоответствия периодов кристаллических решёток подложки и плёнки. В изотопически модифицированных пленках алмаза ^{13}C (99, 96%), выращенных на подложках Ib алмаза, методом ДРД выявлено существенное уменьшение периода кристаллической решетки $(\Delta a/a)_{relax} \sim (1.1\div1.2)\cdot10^{-4}$. Представлены данные об особенностях релаксационных процессов в эпитаксиальных CVD-пленках алмаза и его кристаллографического аналога германия. Обсуждаются возможные причины появления значительного (с радиусом кривизны до R~2 м) остаточного изгиба ряда исследованных CVD-пластин алмаза отделенных от подложки.

1. Wandersande J.W. In: Properties and Growth of Diamond. L.: The Inst. Electric. Eng. 1994. P. 33
2. Ральченко В.Г., Большаков А.П. CVD-алмаз: синтез и свойства // в книге «Углеродная фотоника» под ред. Конова В.И., М.: Наука, 2017. С. 9.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.172

АНАЛИЗ СВОЙСТВ ОДНО И ДВУХКРАТНО НАПЛАВЛЕННОГО УПРОЧНЯЮЩЕГО СЛОЯ НА НИЗКОУГЛЕРОДИСТУЮ СТАЛИ

Рубанникова Ю.А., Романов Д.А., Громов В.Е., Кондратова О.А.
Сибирский государственный индустриальный университет, г. Новокузнецк, Россия, e-mail: rubannikova96@mail.ru

Проблема повышения эксплуатационной стойкости деталей машин и механизмов решается за счет целенаправленного изменения свойств их рабочих поверхностей за счет различных видов концентрированных потоков энергии. Практически все процессы износа, коррозии, роста усталостных трещин (и т.д.), приводящие к отказам изделий, начинаются с поверхности и определяются свойствами относительно тонкого поверхностного слоя. Наплавка является одним из основных методов создания покрытий с целью получения специальных свойств на поверхности изделий, а также восстановления изношенных деталей машин. Это позволяет решать одну из важнейших задач – обеспечение оптимального соотношения свойств поверхности и объема материала.

Целью настоящей работы является анализ структуры, механических и трибологических свойств слоев, наплавленных электродуговым методом на сталь Hardox 450 порошковой проволокой.

В качестве подложки использовали сталь марки Hardox 450 ((вес. %): 0,26 C; 0,70 Si; 1,6 Mn; 0,025 P; 0,010 S; 0,25 Cr; 0,25 Ni; 0,25 Mo, 0,004 B; остальное – Fe). Наплавку осуществляли порошковой проволокой следующего химического состава (вес. %): 0,7 C; 2,0 Mn, 1,0 Si, 2,0 Ni, 6,5 B, остальное – Fe. Наплавку проводили в среде защитного газа состава 98 % Ar, 2 % CO2 при сварочном токе 250–300 А и напряжении на дуге 30–35 В. Наплавленный слой формировали за один проход и за два прохода.

Результаты ,полученные методами дифракционной электронной микроскопии тонких фольг, позволяет утверждать, что сталь Hardox 450 в исходном состоянии имеет структуру, сформировавшуюся при низкотемпературном отпуске мартенсита пакетной морфологии. В объеме кристаллов мартенсита и на их границах, границах пакетов и зерен присутствуют наноразмерные частицы карбидной фазы (карбид железа, цементит).

Одинарный или двойной наплавленные слои характеризуются подобным типом структуры. Выявлено формирование эвтектики пластинчатого типа. Особенностью фазового состава наплавленного за один проход слоя является формирование в эвтектике пластин борида железа преимущественно состава Fe_2B; в двойном наплавленном слое в эвтектике формируется преимущественно борид железа состава FeB. Можно отметить, что при формирование высокопрочного поверхностного слоя в один проход, микротвердость изменяется в пределах (12,0 – 14,0) ГПа и ≈17 ГПа при двойном проходе. Следовательно, твердость наплавленного слоя при одном проходе более чем в 2,7 раза превышает твердость металла при толщине наплавленного слоя не менее 7 мм. При двойном проходе твердость наплавленного слоя более чем в 3 раза превышает твердость основы при толщине модифицированного слоя не менее 10 мм. Установлено, что наплавленный слой обладает высокой износостойкостью, превышающей износостойкость исходной стали в ≈2 раза, а коэффициент трения наплавленного слоя в ≈2,2 раза ниже коэффициента трения стали в исходном состоянии.

Исследование выполнено при финансовой поддержке гранта РФФИ Кемеровской области в рамках научного проекта № 18-48-420001 р_а.
DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.173

МОДЕЛЬ ДРОБЛЕНИЯ ПЛАСТИН КРЕМНИЯ В АЛЮМИНИИ ПРИ ЭЛЕКТРОННО-ПУЧКОВОЙ ОБРАБОТКЕ

Сарычев В.Д., Полунин В.М., Невский С.А., Громов В.Е.

Сибирский государственный индустриальный университет, Новокузнецк, Россия
nevskiy.sergei@yandex.ru

Высокие эксплуатационные требования к узлам некоторых механических систем и деталям машин, в частности в авиационной, автомобильной и оружейной промышленностях, обуславливают и повышенные требования к исходному материалу. Одним из широко используемых подобных материалов является силумин – сплав на основе алюминия с добавлением кремния. Объемная доля кремния – от 4 до 22 процентов – может варьироваться, определяя марку и свойства сплава. Также в силумин могут добавляться и прочие элементы, что также сказывается на конечных свойствах материала. Однако сплав алюминий-кремний, полученный металлургическим путем, имеет ряд структурных особенностей, приводящих к ограничениям в его эксплуатации. Последнее объясняется тем, что пластины кремния в основном объеме алюминия имеют грубую структурную форму, что снижает прочностные и износостойкие свойства конечного изделия. Для измельчения частиц кремния применяют термическую обработку. Перспективным видом данной обработки является электронно-пучковая обработка, которая модифицирует структуру поверхности за 1 – 100 мкс и более. При этом в зоне термического влияния происходит дробление пластин кремния. В настоящей работе Предложен механизм распада частиц кремния в алюминии в зоне термического влияния низкоэнергетического сильноточного электронного пучка. Это включение моделировалось круглой пластиной радиусом R и толщиной h. Предполагалось, что распад включения кремния осуществляется за счет несоответствия модуля упругости и термического коэффициента линейного расширения за счет развития динамической неустойчивости. В условиях высокоскоростного охлаждения пластина кремния нагружена сжимающими напряжениями, так как коэффициент линейного расширения алюминия больше чес кремния. Под действием этих сил возникает неустойчивость пластины, а затем ее разрушение. Оценка величины этих напряжений методами теории упругости показало, что при температуре эвтектики оно может достигать порядка 1 ГПа. Начальная стадия этой неустойчивости изучалась с привлечением методов теории пластин и оболочек. В рамках данной теории, оценено значение критического напряжения в приближении защемленных концов пластины и шарнирно опертых пластин, которое составляют $\sim 10^7 - 10^9$ Па. Это позволяет сделать вывод о том, что предложенный механизм дробления частиц кремния в зоне термического влияния электронного пучка является наиболее вероятным. Еще одним возможным механизмом распада частиц может являться неустойчивость Рэлея-Тейлора границы раздела включения и матрицы. Линейный анализ этой неустойчивости показал, что длина волны, на которую приходится максимум скорости роста возмущений составляет ~ 4 мкм, для включений размером ~ 1 мкм, что на порядок больше экспериментальных данных. Это объясняется ограниченностью вязко-потенциального приближения

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта Президента для государственной поддержки молодых ученых МК-118.2019.2 и государственного задания Министерства науки и высшего образования № 3.1283.2017/4.6
DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.174

ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРЫ И ФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СЛАБОЛЕГИРОВАННЫХ МАНГАНИТОВ ЛАНТАНА $La_{0.95}A_{0.05}MnO_3$ (A = Ca, Sr) СТЕХИОМЕТРИЧЕСКОГО СОСТАВА

Седых В.Д.[1], Пчелина Д.И.[2], Чистякова Н.И.[2], Русаков В.С.[2], Целебровский А.Н.[2], Алехина Ю.А.[2], Максимочкин В.И.[2]

[1] Институт физики твердого тела Российской академии наук, Черноголовка, Московская обл., Россия
[2] Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия
E-mail: sedykh@issp.ac.ru

Проведено исследование особенностей структуры и магнитных свойств слаболегированных манганитов лантана $La_{0.95}A_{0.05}Mn_{0.98}Fe_{0.02}O_3$ (A = Ca, Sr) стехиометрического состава (LCM-S и LSM-S) с использованием мессбауэровской спектроскопии и магнитных измерений (намагниченности, коэрцитивной силы, магнитной восприимчивости) в широкой температурной области. В отличие от однофазных образцов нестехиометрического состава [1] в образцах стехиометрического состава формируется смесь орторомбических фаз *PnmaI*, *PnmaII* и *PnmaII**, т.е. появляется фазовое расслоение, которое наиболее сильно проявляется в оксидах, легированных кальцием [2]. При понижении температуры исследуемые образцы демонстрируют суперпарамагнитное поведение, обусловленное формированием малоразмерных магнитных кластеров в структуре. На основании сделанной оценки размеров кластеров из модели многоуровневой суперпарамагнитной релаксации, предполагается, что их размер зависит от типа легирующего элемента. Показано также, что при понижении температуры фазы *PnmaII* и *PnmaII** переходят в антиферромагнитное состояние, а фаза *PnmaI* - в ферромагнитное. Исследование именно слаболегированных манганитов позволило выявить при малом количестве легирующего элемента конкурирующие процессы – наличие орбитального порядка, связанного с эффектом Яна-Теллера (основной ян-теллеровский ион Mn^{3+}), и разрушение орбитального порядка, обусловленное появлением не ян-теллеровских ионов Mn^{4+}. Из температурной зависимости магнитной восприимчивости в широком диапазоне температур: от 70 до 425 К, определены температуры Нееля и Кюри для всех образцов. В образцах LCM-S при низких температурах наблюдалось наличие одной ферромагнитной и двух антиферромагнитных фаз, для образца с LSM-S - наличие двух магнитных фаз. По данным мёссбауэровской спектроскопии, в этом образце интенсивность антиферромагнитной фазы *PnmaII* настолько мала, что в рамках магнитных измерений может не проявляться. Результаты, полученные в ходе проведения магнитных исследований, коррелируют и подтверждают данные анализа мессбауэровских измерений. Проводится сравнение двух исследуемых систем.

1. Медвецкая И.Ю., Пчелина Д.И., Чистякова Н.И, Русаков В.С., Седых В.Д., Алехина Ю.А. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования №11 (**2018**) 3-8.
2. Медвецкая И.Ю., Пчелина Д.И., Чистякова Н.И, Русаков В.С., Седых В.Д., Алехина Ю.А. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования №6 (**2019**) 3-9.
DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.175

ВЛИЯНИЕ КАТИОННОГО ЗАМЕЩЕНИЯ НА ФОРМИРОВАНИЕ ДИНАМИЧЕСКИ РАЗУПОРЯДОЧЕННОЙ СИСТЕМЫ ВОДОРОДНЫХ СВЯЗЕЙ В КРИСТАЛЛАХ-СУПЕРПРОТОНИКАХ

Селезнева Е.В.[1], Макарова И.П.[1], Малышкина И.А.[2], Толстихина А.Л.[1], Гайнутдинов Р.В.[1], Коморников В.А.[1]

[1] *ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия*
[2] *Физический факультет МГУ имени М.В. Ломоносова, Москва, Россия*

msdmitricheva@yandex.ru

Для изучения влияния изоморфного замещения на кинетику фазовых переходов были получены монокристаллы твердых растворов $(K_{1-x}(NH_4)_x)_3H(SO_4)_2$, принадлежащие системе $K_3H(SO_4)_2$ – $(NH_4)_3H(SO_4)_2$ – H_2O, крайние составы которой претерпевают суперпротонный фазовый переход с принципиально различной кинетикой. По результатам исследований комплексом физико-химических методов, установлена взаимосвязь структуры кристаллов $(K_{1-x}(NH_4)_x)_3H(SO_4)_2$ с их физическими свойствами. Обнаружено, что кристаллы, в состав которых вошло от 3 до 6 % аммония имеют структурный тип, как у соединения $K_3H(SO_4)_2$. Замещение калия на аммоний приводит к образованию дополнительных водородных связей в структуре, существенному изменению кинетики формирования суперпротонной фазы и увеличению проводимости на порядок в сравнении с кристаллами $K_3H(SO_4)_2$ [1].

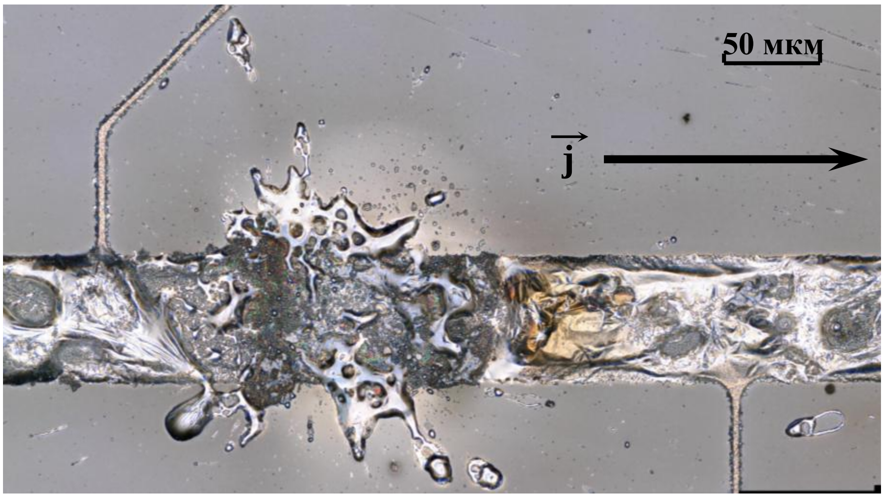
Кристаллы, в состав которых вошло от 57 до 81 % аммония, в отличие от исходных соединений $K_3H(SO_4)_2$ и $(NH_4)_3H(SO_4)_2$, претерпевающих при нагревании суперпротонный фазовый переход с повышением симметрии (из моноклинной в тригональную сингонию), уже при комнатной температуре имеют такой же структурный тип, как у суперпротонной фазы $(NH_4)_3H(SO_4)_2$ [2]. Тригональная симметрия фазы обусловлена соотношением заселенности позиций K/N и соответствующей координацией групп NH_4. Оси симметрии третьего порядка соответствует разупорядочение позиций атомов кислорода, участвующих в водородных связях, что приводит к формированию системы динамически разупорядоченных водородных связей и появлению суперпротонной проводимости. Методом микроскопии пьезоэлектрического отклика при температуре 9°C был зарегистрирован переход из парофазы в сегнетоэлектрическое состояние. Методом импедансной спектроскопии при понижении температуры также были обнаружены температурные точки, при которых происходит изменение величины энергии активации, что свидетельствует о наличии структурных переходов, обуславливающих изменение механизма протонного транспорта. Для определения структуры низкотемпературной фазы были проведены дифракционные эксперименты с использованием нейтронов на станции D19a ILL (Гренобль, Франция).

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (№ 18-32-20050).

[1] Селезнева Е.В., Макарова И.П., Гребенев В.В., и др. // Кристаллография, 2018, 63(4), 548-558.
[2] Selezneva E.V., Makarova I.P., Malyshkina I.A. et al. Acta Cryst, 2017, B73, 1105-1113.
DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.176

ФОРМИРОВАНИЕ РАСПЛАВЛЕННЫХ ЗОН ПРИ ЭЛЕКТРИЧЕСКОМ ВЗРЫВЕ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПЛЕНОК НА ПОВЕРХНОСТИ КРЕМНИЯ

Скворцов А.А., Зуев С.М., Корячко М.В., Груздев А.С.
Московский политехнический университет, Москва, Россия
Skvortsovaa2009@yandex.ru



В работе обнаружено формирование и миграция расплавленных зон в процессе электрического взрыва алюминиевых пленок токовыми импульсами амплитудой $j<8\cdot10^{10}$ А/м^2 и длительностью до 1000 мс. Экспериментально изучены процессы формирования оплавленных зон на основе алюминия, а также их динамика в процессе прохождения импульса тока.

Экспериментальная установка включала в себя источник прямоугольных токовых импульсов амплитудой до 60 А и длительностью до 1 мс, задающий генератор, цифровой запоминающий осциллограф и оптический микроскоп (Метам Р1) с «цифровым» окуляром [1].

Экспериментальное изучение разрушения систем металлизации проводилось на тестовых структурах по осциллограммам включения U(t) [1,2]. Начало деградационных процессов диагностировалось по резкому росту U(t), связанному с плавлением Al. При увеличении плотности тока до значений $j\sim8\cdot10^{10}$ А/м^2 разрушение алюминия происходило в условиях электрического взрыва. Типичный характер разрушения приведен на рис.1.

Выявлены основные механизмы перемещения межфазной границы (тепловыделение на границе раздела твердой и жидкой фаз) в условиях термоудара, создаваемого токовым импульсом. Экспериментально определены скорости распространения жидкой фазы вдоль дорожки металлизации (~50 m/s) в рассматриваемых условиях, а также предложена методика, позволяющая рассчитывать длину оплавленной зоны после импульсного токового воздействия и прогнозировать область безопасной работы систем металлизации на кремнии.

1. Skvortsov A.A., Zuev S.M., Koryachko M.V. Key Engineering Materials. 2018. 771. P. 118-123.
2. T.A. Nguyen, P.-Y. Joubert, S. Lefebvre, G. Chaplier, L. Microelectronics Reliability. 2011. 51. P.1127–1135.
3. Skvortsov, A., Khripach, N.A., Papkin, B.A., Pshonkin, D.E. Microelectronics International. 2018. 35 (4). P. 197-202.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.177

ВЛИЯНИЕ ФЕРРОМАГНИТНЫХ ВКЛЮЧЕНИЙ НА ФОРМИРОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВА АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ

Скворцов А.А.[1], Моргунов Р.Б.[2], Пшонкин Д.Е.[1], Красавин А.В.[1]
[1]Московский политехнический университет, Москва, Россия
[2] Институт проблем химической физики РАН, Черноголовка, Россия
Skvortsovaa2009@yandex.ru

Работа посвящена экспериментальному изучению влияния предварительной экспозиции образцов в постоянном магнитном поле на ползучесть и микротвердость. Анализ химического состава образцов алюминиевого сплава показал, что в нем содержатся включения второй фазы (средний размер ~2,5 мкм). Присутствие атомов железа было обнаружено не только в самих включениях (от 30 до 50% массы включения), но и в матрице парамагнитного алюминия (C_{Fe}~ 0,5%). Наличие отдельных ионов Fe в парамагнитной алюминиевой матрице было подтверждено зависимостью магнитного момента M(H) от температуры. Концентрация включений в сплаве составила 10^{15}м$^{-3}$. По полученным мёссбауэровским спектрам было выявлено, что включения представляют собой сплав FeAl, определямый по химическому сдвигу в мёссбауэровском спектре.

Результаты исследований механических свойств показали, что предварительная экспозиция образца в постоянном магнитном поле (время экспозиции в МП составляло 30 минут) способствует увеличению деформации алюминиевого сплава.

По результатам измерения микротвердости HV_{100} была выявлена разница в значениях HV_{100} образцов, прошедших предварительную экспозицию в постоянном магнитном поле (HV_{100}=310±30 МПа), и образцов- свидетелей (HV_{100}=420±30 МПа). Таким образом, в работе обнаружено, что предварительная экспозиция в постоянном магнитном поле (B≤0,7 Тл) способствует увеличению деформации сплава (до 30). Изменения, вносимые постоянным магнитным полем, подтверждаются также динамикой начальных скоростей ползучести на неустановившейся стадии ползучести. Экспериментально зафиксированы релаксационные процессы после экспозиции сплава в постоянном магнитном поле: выявлены характерные времена релаксации (~25 часов).

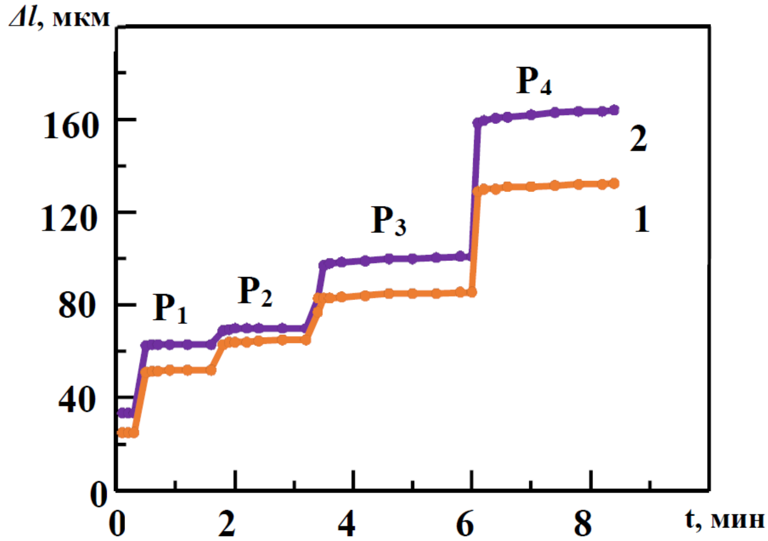


Рис.1. Кривые ползучести для алюминия, снятые при ступенчатом напряжении в диапазоне нагрузок (P=150…180 Н) при комнатной температуре. 1 – Образец-свидетель. 2 –Экспозиция образца в магнитном поле B = 0.4 Тл.

Работа выполнена в рамках проекта Минобрнауки России № 9.8392.2017

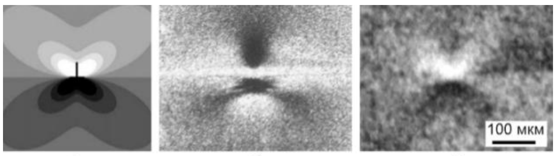
DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.178

ОБРАЗОВАНИЕ ДИФРАКЦИОННОГО ИЗОБРАЖЕНИЯ ДИСЛОКАЦИЙ В ПРОЕКЦИОННОЙ РЕНТГЕНОВСКОЙ ТОПОГРАФИИ

И.А. Смирнова[1], Е.В. Шулаков[2], Э.В. Суворов[1]
[1] Институт физики твердого тела РАН,
[2] Институт проблем технологии микроэлектроники РАН,
142432 г. Черноголовка, Московская область, Россия
E-mail: suvorov@issp.ac.ru

Проанализированы особенности формирования изображения краевой дислокации, расположенной перпендикулярно поверхности образца в случае аномального прохождения рентгеновского излучения. Рассмотрены экспериментальные секционные и проекционные изображения краевой дислокации в случае аномального прохождения рентгеновского излучения. Проведено численное моделирование дифракционного эксперимента.

Установлено что проекционное изображение краевой дислокации состоит из центральной части, которая передает форму контуров локальных угловых разориентаций, как в поляризационно-оптической микроскопии, и изображения аналогичного контрасту дефекта упаковки со стороны отсутствующей полуплоскости. Показано что основным фактором в формировании изображения является межветвевое рассеяние на градиентах локального поля смещений связанного с дислокацией. На рисунке приведены а) - поле локальных угловых разориентаций отражающих плоскостей (110) краевой дислокации в окрестности краевой дислокации лежащей в плоскости (110) вдоль направления [111] в монокристалле кремния (коэффициент Пуассона ν=0.22). Значок в центре поля показывает положение дополнительной полуплоскости краевой дислокации; и соответствующие дифракционные изображения: б) - секционное; в) - проекционное (излучение $CuK_{\alpha1}$, толщина кристалла 1810 мкм).



Анализ экспериментальных и расчетных изображений, приведенных в работе, позволяет сделать следующие выводы:

В работе предложен новый механизм формирования изображения дефектов в случае аномального прохождения рентгеновского излучения. При рассеянии излучения на дефекте каждый атом формирует квазимонохроматическую сферическую волну, что в сумме составляет вторичный некогерентный протяженный источник.

Проекционное изображение краевой дислокации в поглощающем кристалле в целом не имеет элементов симметрии и состоит из центральной части, которая соответствует розетке эффективных разориентаций и кинематического изображения дислокационной линии.

Изображение краевой дислокации на секционной топограмме зависит от ее положения в треугольнике рассеяния и ориентации вектора Бюргерса. В поглощающем кристалле изображение дислокации не имеет элементов симметрии. Контраст изображения краевой дислокации в проекционной топографии существенно ниже, чем в секционной топографии.

Список литературы

[1] A. Authier. Dynamical Theory of X-Ray Diffraction. Oxford Science Publications, (2001). 661 p.
[2] Э.В. Суворов, И.А. Смирнова. Успехи физических наук **185**, 9, 897 (2015).
[3] И.А. Смирнова, Э.В. Суворов, Е.В. Шулаков. ФТТ **49**, 1050 (2007).

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.179

КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКАЯ АНИЗОТРОПИЯ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ СУПЕРЛОКАЛИЗАЦИИ ДЕФОРМАЦИИ МОНОКРИСТАЛЛОВ ИНТЕРМЕТАЛЛИДОВ СО СВЕРХСТРУКТУРОЙ $L1_2$

Соловьева Ю.В., Старенченко В. А.

Томский государственный архитектурно-строительный университет, Томск, Россия

j_sol@mail.ru

Рассматривается явление, получившее название высокотемпературной суперлокализации или макроскопической локализации пластической деформации интерметаллидов со сверхструктурой $L1_2$, которое заключается в практически неограниченном развитии пластического течения в локальных объемах материала. Наблюдается деформационное расслоение кристаллов при температурах $\geq 0{,}5T_{пл}$ на локальные зоны интенсивного сдвигообразования внутри практически недеформируемой матрицы. Величина локальной сдвиговой деформации в полосах локализации при этом составляет тысячи процентов при общей средней деформации образца порядка десятков процентов.

В работе проведено исследование влияние направления оси деформации монокристаллов на процессы формирования полос суперлокализации. Выясняются причины потери или сохранения устойчивости однородной пластической деформации монокристаллов интерметаллидов со сверхструктурой $L1_2$ при высоких температурах. В качестве объектов исследования были выбраны монокристаллы сплава Ni_3Ge, имеющие три различные ориентировки оси сжатия: [0 0 1], [$\bar{1}$ 3 9], [$\bar{2}$ 3 4]. Ориентации оси деформации исследованных монокристаллов Ni_3Ge подбирались таким образом, чтобы обеспечить различное напряженное состояние в кубических плоскостях скольжения. У кристаллов с ориентировкой [0 0 1] кубические системы скольжения не нагружены: факторы Шмида для кубических систем скольжения равны нулю. Для ориентации оси деформации [$\bar{1}$ 3 9] напряжения в кубических плоскостях скольжения {0 0 1} отличны от нуля. В случае ориентировки [$\bar{2}$ 3 4] приведенное скалывающее напряжение в кубической системе скольжения (001)[1 $\bar{1}$ 0] превышает напряжение в первичной октаэдрической системе скольжения. Высокотемпературная суперлокализация пластического течения была обнаружена у монокристаллов [0 0 1] и [$\bar{1}$ 3 9] при температуре 873К и выше. Для монокристаллов [$\bar{2}$ 3 4], имеющих ориентировку благоприятную для развития одиночного кубического скольжения, высокотемпературная суперлокализации пластической деформации не наблюдалась. Имеется выраженная кристаллографическая анизотропия суперлокализации пластической деформации монокристаллов сплава Ni_3Ge.

Обсуждаются механизмы суперлокализации пластического течения, которые реализуются в полной мере при высокотемпературной деформации монокристаллов с ориентацией оси деформации [0 0 1]. Отклонение ориентации оси от точного направления [0 0 1] способствует включению альтернативных механизмов деформации, связанных с вовлечением в процесс деформации кубического скольжения. Увеличение интенсивности кубического скольжения, которая определяется ориентировкой оси деформации кристалла, снижает степень проявления суперлокализации, вплоть до ее полного исчезновения.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.180

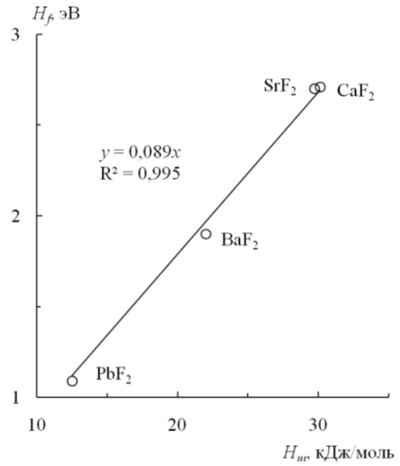
КОРРЕЛЯЦИЯ МЕЖДУ ЭНТАЛЬПИЯМИ ДЕФЕКТОБРАЗОВАНИЯ И ПЛАВЛЕНИЯ ДИФТОРИДОВ СО СТРУКТУРОЙ ФЛЮОРИТА

Сорокин Н.И.

ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН, Москва, Россия
E-mail: nsorokin1@yandex.ru

Кристаллы MF_2 (M = Ca, Sr, Ba, Cd, Ra, Pb^{2+}, Sm^{2+}, Eu^{2+}, Yb^{2+}, Hg^{2+}) со структурой флюорита (пр. гр. $Fm\bar{3}m$, Z = 4) являются одним из важнейших семейств фторидов. Для решения научных и практических задач важно знание энергетических характеристик механизма дефектообразования в них. Измерение энтальпии образования дефектов H_f в ионных кристаллах представляет сложную процедуру, поэтому актуальным является поиск корреляций [1], связывающих H_f с физическими свойствами. В [2–4] обнаружено, что процессы образования дефектов и плавления взаимосвязаны. В работе изучена взаимосвязь между энтальпиями образования дефектов H_f и плавления H_m для флюоритовых фторидов MF_2.

В настоящее время данные по H_m имеются для шести кристаллов CaF_2, SrF_2, BaF_2, PbF_2, CdF_2 и EuF_2, данные по H_m – для пяти кристаллов CaF_2, SrF_2, BaF_2, PbF_2 и CdF_2. Наиболее надежные значения H_f и H_m, полученные для четырех кристаллов MF_2 (M = Ca, Sr, Ba, Pb), показаны на рисунке. Можно видеть, что они прямо пропорциональны между собой и связаны соотношениями (коэффициент корреляции 0.995): H_f (эВ) = $0.089H_m$ (кДж/моль) и H_f (кДж/моль) = $8.6H_m$ (кДж/моль).



Корреляция между энтальпиями H_f и H_m для флюоритовых кристаллов MF_2.

Полученная корреляция позволила рассчитать значения H_f для кристаллов CdF_2 и EuF_2 (по имеющимся H_m), которые равны 2.0 и 2.6 эВ соответственно. Она может иметь прогностический характер для других кристаллов семейства флюоритовых фторидов.

[1] *Varotsos P.A., Alexopoulos K.D.* Thermodynamics of point defects and their relation with bulk properties. Amsterdam: North-Holland. 1986. 474 p.
[2] *Bollmann W.* // Phys. Status Solidi (a). 1980. V. 61. P. 395-410
[3] *Uvarov N.F., Hairetdinov E.F., Boldyrev W.* // J. Solid State Chem. 1984. V. 51. P. 59-68
[4] *Uvarov N.F., Hairetdinov E.F., Bollmann V.V.* // Cryst. Res. Technol. 1989. V. 24. P. 413-420.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН.
DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.181

СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ ИОННОЙ ПРОВОДИМОСТИ ТВЕРДЫХ ЭЛЕКТРОЛИТОВ $Bi_{1-y}Ba_yF_{3-y}$ И $La_{1-y}Ba_yF_{3-y}$ ПРИ y = 0.05–0.07

<u>Сорокин Н.И.</u>[1], Ардашникова Е.И.[2], Соболев Б.П.[1]

[1] *ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН, Москва, Россия*
[2] *Московский государственный университет, Россия*
E-mail: nsorokin1@yandex.ru

Твердые растворы $La_{1-y}Ba_yF_{3-y}$ со структурой тисонита (LaF_3) являются твердыми электролитами (ТЭЛ) для фтор-ионных источников тока нового поколения. BiF_3 имеет структуру типа β-YF_3. Введение BaF_2 в BiF_3 образует $Bi_{1-y}Ba_yF_{3-y}$ со структурой типа LaF_3 [1]. ТЭЛ на основе BiF_3 рассматривают как перспективные компоненты для электродных композиций во фтор-ионных батареях.

Целью работы является синтез $Bi_{1-y}Ba_yF_{3-y}$ и сравнительный анализ кондуктометрических характеристик $Bi_{1-y}Ba_yF_{3-y}$ и $La_{1-y}Ba_yF_{3-y}$ при $y = 0.06\pm0.01$.

$Bi_{0.94}Ba_{0.06}F_{2.94}$ (состав по шихте) получен твердофазным синтезом при 600±10 °С в течение 3 ч. по керамической технологии. Параметры тригональной элементарной ячейки a = 7.1482, c = 7.3279 Å (Guinier 670 фирмы Huber, излучение CuK_α). Статическую электропроводность σ_{dc} керамики $Bi_{0.94}Ba_{0.06}F_{2.94}$ определяли методом комплексного импеданса (прибор Tesla BM-507). Параметры решетки a и c, значения σ_{dc} при 20 и 200 °С и энтальпия активации проводимости ΔH_σ приведены в таблице.

Для сравнения взяты усредненные кондуктометрические данные для двух монокристаллов $La_{0.95}Ba_{0.05}F_{2.95}$ [2] и $La_{0.93}Ba_{0.07}F_{2.93}$ [3].

ТЭЛ	a, Å	c, Å	$\sigma_{20\,°C}$, См/см	$\sigma_{200\,°C}$, См/см	ΔH_σ, эВ	Источник
$Bi_{0.94}Ba_{0.06}F_{2.94}$ керамика	7.148	7.328	2×10^{-5}	2×10^{-2}	0.50	настоящая работа
$Bi_{0.9}Ba_{0.1}F_{2.9}$ керамика	7.18	7.32	4×10^{-6}	8×10^{-3}	0.58	[1]
$La_{0.95}Ba_{0.05}F_{2.95}$ монокристалл	7.203	7.372	8×10^{-5}	9×10^{-3}	0.36	[2]
$La_{0.93}Ba_{0.07}F_{2.93}$ монокристалл	7.22	7.44	4×10^{-5}	5×10^{-3}	0.38	[3, 4]

При 200 °С σ_{dc} у $Bi_{0.94}Ba_{0.06}F_{2.94}$ выше по сравнению с $La_{1-y}Ba_yF_{3-y}$ в ~3 раза, но при 20 °С ниже в 3 раза. Это связано с тем, что энтальпия активации ΔH_σ для $Bi_{0.94}Ba_{0.06}F_{2.94}$ значительно выше (на ~ 0.13 эВ), чем у $La_{1-y}Ba_yF_{3-y}$. Поскольку ионные радиусы катионов Bi^{3+} (1.17 Å) и La^{3+} (1.16 Å) практически равны, то на величину ΔH_σ для $Bi_{0.94}Ba_{0.06}F_{2.94}$ оказывает сильное влияние электронная поляризуемость катиона Bi^{3+} (неподеленная электронная пара).

[1] *Rhandour A., Reau M.J. et al.* // Mat. Res. Bull. 1985. V. 20. P. 1309–1327.
[2] *Сорокин Н.И., Фоминых М.В. и др.* // ФТТ. 1998. Т. 40. № 4. С. 658–661.
[3] *Roos A., Aalders A.F. et al.* // Solid State Ionics. 1983. V. 9-10. P. 571–574.
[4] *Roos A.* // Mat. Res. Bull. 1983. V. 18. P. 405–409.

В синтезе принимал участие студент химфака МГУ Д.У. Биккулов. Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.182

АНИЗОТРОПИЯ ФТОР-ИОННОГО ПЕРЕНОСА В КРИСТАЛЛАХ CeF_3

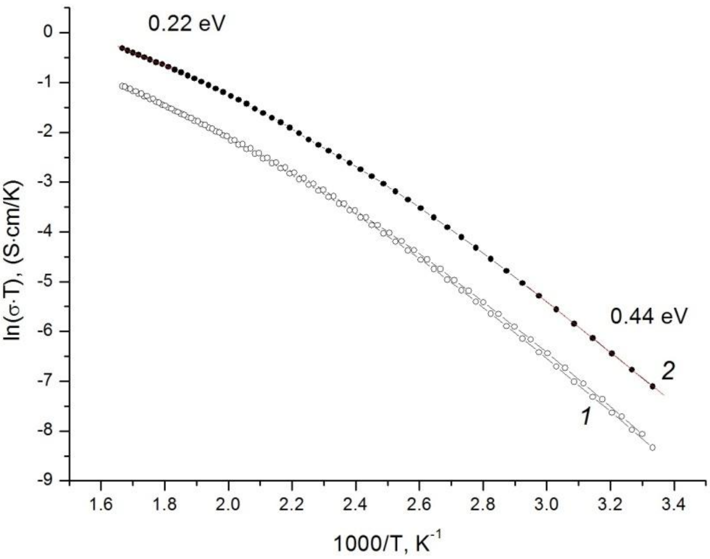
Сорокин Н.И., Каримов Д.Н., Гребенев В.В., Соболев Б.П.

ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН, Москва, Россия
E-mail: nsorokin1@yandex.ru

Трифториды редкоземельных элементов (РЗЭ) со структурой типа тисонита (LaF_3) и твердые растворы на их основе являются одними из лучших фтор-проводящих электролитов. Изучение эффекта анизотропии ионной проводимости позволяет определить структурные пути ионного переноса и выявить особенности механизма ионной проводимости в кристаллах трифторидов РЗЭ.

Проведены температурные (300–600 K) измерения ионной проводимости кристаллов трифторида церия по кристаллографическим направлениям [001] (ось c) и [100] (ось a). Кристаллы CeF_3 выращены из расплава методом вертикальной направленной кристаллизации Бриджмена во фторирующей атмосфере. Структура кристаллов CeF_3 относится к тригональной сингонии (пр. гр. $P\bar{3}c1$, z = 6 с параметрами ячейки a = 7.1310, c = 7.2875 Å)

Статическую электропроводность σ_{dc} на постоянном токе монокристаллов CeF_3 определяли из спектров импеданса в диапазоне частот $1–3\times10^7$ Гц (электроды Pt, установка Novocontrol-1200, прибор Alpha-A-impedance analyser). Относительная погрешность измерений σ_{dc} < 2%.



Температурные зависимости проводимости $\sigma_{dc}(T)$ кристаллов CeF_3: *1* - $\sigma_{||a}$, *2* - $\sigma_{||c}$.

Обнаружено, что кристаллы CeF_3 обладают слабой анизотропией ионной проводимости $\sigma_{||c}/\sigma_{||a}$ = 2–3 в интервале 300–600 K. Величина проводимости кристалла вдоль оси c составляет $\sigma_{||c} = 1\times10^{-4}$ См/см при 500 K. В структуре CeF_3 нет выделенных каналов проводимости, поэтому наблюдается практически трехмерная 3*D*-проводимость.

В работе обсуждается эффект анизотропии фтор-ионного переноса в трифторидах РЗЭ со структурой типа LaF_3 в связи с особенностями их атомного строения.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.183

ВЛИЯНИЕ НЕРАВНОВЕСНОЙ ДИСЛОКАЦИОННОЙ СТРУКТУРЫ ОКСИДА ЦИНКА НА ЕГО ФОТОКАТАЛИТИЧЕСКУЮ АКТИВНОСТЬ

Соснин И.М.[1,2], **Романов А.Е.**[2], **Викарчук А.А.**[1]

1)Тольяттинский государственный университет, Тольятти, Россия, Белорусская ул., 14, 445020.

2)Университет ИТМО, Санкт-Петербург, Россия, Кронверский пр., 49, 197101

Зонная структура полупроводниковых наноматериалов является ключевой характеристикой, определяющей их функциональные свойства. В частности, величина ширины запрещенной зоны полупроводников численно равна энергии фотонов света, при облучении которыми, осуществляется фотокаталитический процесс. Фотокатализ является одним из методов очистки воды, основанном на химической деструкции растворенных органических веществ. Уменьшение ширины запрещенной зоны позволяет осуществлять фотокатализ без использования УФ-ламп под действием видимого света. Использование солнечной радиации в фотокатализе позволяет снизить себестоимость и повысить экологичность водоочистки. Особая дислокационная структура оксида цинка позволяет добиться фотокаталитической активности под действием видимого света, не прибегая к допированию ZnO токсичными металлами.

Нами были получены наночастицы ZnO полиольным методом с последующим отжигом [1]. Формирование наночастиц протекало в растворе этиленгликоля и воды в ходе термической деструкции гидроксида цинка. Отжиг осуществлялся в течение 3 часов при 650^{o}C на воздухе с последующим медленным охлаждением. Полученные частицы были охарактеризованы до и после отжига, а также испытаны на фотокаталитическую активность под видимым и ультрафиолетовым светом.

Полученные частицы обладали формой пластинок толщиной 20-50 нм, длиной и шириной около 200 нм. Рентгеноструктурный анализ показал, что кристаллическая решетка наночастиц представляет собой оксид цинка со структурой вюрцита, пространственная группа P63mc. Размер областей когерентного рассеяния (ОКР) исходного образца составил 36 нм, в ходе отжига размер ОКР возрос более, чем в 3 раза и достиг 140 нм. Отношение параметров решетки *c/a* не изменилось и составило 1,602. Измерение полуширины рентгеновских линий в отожженных образцах по теории Кривоглаза показало, что она пропорционально тангенсу угла скольжения, что свидетельствует о наличии в частицах упорядоченной дислокационной структуры, что также подтверждаются расчетами по методу Вильямсона и Холла. Плотность дислокаций в ходе отжига снизилась с 0,62 до 0,18 10^{15}*$м^{-2}$.

Эволюция субструктуры частиц оксида цинка в ходе отжига сводится к трансформации исходной субструктуры с хаотичным расположением дислокаций в упорядоченную дислокационную субструктуру после отжига. Отожженные частицы ZnO продемонстрировали увеличение скорости фотокаталитического окисления под действием УФ-лампы (365 нм) в сравнении с исходными в 3 раза. Также частицы, полученные в ходе отжига, проявили фотокаталитическую активность в реакции окисления фенола под действием видимого света с длиной волны 410 нм.

[1] Способ получения фотокатализатора на основе оксида цинка. Викарчук А.А. Малкин В.С., Соснин И.М., Белько В.Л. Патент РФ. 2 678 983

Работа выполнена при поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации, государственное задание № 16.2314.2017/4.6.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.184

ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ ПОД ВОЗДЕЙСТВИЕМ КРУЧЕНИЯ ПОД ВЫСОКИМ ДАВЛЕНИЕМ

Страумал Б.Б., Мазилкин А.А.
Институт физики твердого тела РАН, 142432, Черноголовка, Россия
straumal@issp.ac.ru

Интенсивная пластическая деформация (ИПД) всегда приводит к сильному измельчению зёрен. Логично предположить, что в двух- и многофазных сплавах ИПД должна всегда вызывать фрагментацию частиц второй фазы и их растворение в матрице. Однако не так давно было установлено что – в отличие от этой общепринятой точки зрения – ИПД может приводить к распаду пересыщенного твёрдого раствора и формированию частиц второй фазы. В данной работе мы анализируем (как экспериментально, так и теоретически) конкуренцию между этими одновременными процессами: (1) растворением преципитатов и (2) распадом пересыщенного твёрдого раствора с образованием частиц второй фазы. В результате возникает динамическое равновесие между этими процессами, а концентрация второго компонента в твёрдом растворе достигает некоторого стационарного значения.

В данной работе мы изучили воздействие кручения под высоким давлением (КВД) на поведение двухфазного сплава Cu–3.9 масс. % Ag в двух состояниях (1) литом, где в твёрдом растворе (Cu) содержалось 1.9 ат.%, а остальные 2 ат.% Ag содержались в метких частицах второй фазы и (2) практически однородном твёрдом растворе с растворёнными 3.9 ат.% Ag, полученном отжигом при T=780 °C, 900 часю с последующей закалкой. КВД при комнатной температуре в литых образцах приводит к частичному растворению частиц серебра в матрице, а в гомогенизированных образцах – к частичному распаду твёрдого раствора (Cu). В результате, после КВД концентрация серебра в твёрдом растворе оказывается одинаковой (около 2.9-3.0 ат.% Ag). Таким образом, эта концентрация не зависит от исходного состояния и сильно превышает предел растворимости серебра в меди при температуре КВД (комнатной).

В работе также предложена модель, описывающая динамическое равновесие между растворением частиц и распадом твёрдого раствора. Предположив, что КВД фиксирует концентрацию на границах раздела частиц и матрицы, мы показали, что вызванный КВД диффузионный массоперенос определяет наблюдаемую стационарную концентрацию в матрице и средний размер частиц.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проекты № 18-03-00067, 19-58-06002, 19-53-70002).

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.185

ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ «АМОРФНОЕ СОСТОЯНИЕ ⇔ КРИСТАЛЛ» В МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВАХ ПРИ БОЛЬШИХ ПЛАСТИЧЕСКИХ ДЕФОРМАЦИЯХ

Сундеев Р.В.[1,2,3], Шалимова А.В.[2], Глезер А.М.[2,3]

[1] *РТУ МИРЭА, Москва, Россия*
[2] *ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина», Москва, Россия*
[3] *НИТУ «МИСиС», Москва, Россия*
sundeev55@yandex.ru

В настоящее время активно продолжаются систематические исследования структурных закономерностей, присущих металлическим материалам в процессе больших пластических деформаций. В частности, много интересных и важных результатов было получено при кручении образцов под высоким квазигидростатическим давлением (КВД) в камере Бриджмена. К наиболее значимым среди них следует отнести надежно установленное в экспериментах явление фазового перехода некоторых кристаллических твердых растворов и интерметаллидов в аморфное состояние и, наоборот, превращение первоначально аморфного состояния сплавов в кристаллическое состояние под действием КВД.

В работе были рассмотрены особенностей деформационной кристаллизации аморфных сплавов $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$, $Fe_{50}Ni_{33}B_{17}$, $Fe_{54}Ni_{29}B_{17}$, $Fe_{58}Ni_{25}B_{17}$, $Fe_{72}Cr_{10}B_{18}$, $Fe_{48}Co_{19}Cr_{15}B_{18}$, $Co_{68}Fe_5Cr_4Si_{11}B_{12}$, $Fe_{75}Si_8B_{17}$, $Fe_{65}Cr_{15}Zr_2B_{16}C_2$ и деформационной аморфизации закристаллизованных аморфных сплавов $Ni_{50}Ti_{30}Hf_{20}$, $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$, $Zr_{50}Ni_{18}Ti_{17}Cu_{15}$ и $Fe_{78}B_{8.5}Si_9P_{4.5}$ в ходе деформации в наковальнях Бриджмена. Все образцы деформировали методом КВД: квазигидростатическое давление 6 ГПа, число оборотов подвижной наковальни (n) изменяли от 1/4 до 9 при постоянной скорости вращения 1 об/мин. Обнаружено, что склонность к деформационной аморфизации кристаллических сплавов и соответствующих кристаллических фаз при КВД можно описать, рассматривая три фактора влияния: механический, термодинамический и концентрационный. Методами рентгеноструктурного анализа, просвечивающей электронной микроскопии и EXAFS спектроскопии подробно исследованы стадии аморфизации кристаллического сплава $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$ в ходе КВД. Оказалось, что аморфная фаза зарождалась на границах кристаллических фрагментов. При продолжении деформации сетка утолщалась и трансформировалась в массивную деформационно-индуцированную аморфную фазу, которая охватывала практически, весь объем материала. Показано, что возникающая в ходе КВД кристаллического сплава $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$ аморфная фаза имеет различную локальную атомную структуру в зависимости от величины деформации.

Выявлено, что при КВД аморфных сплавов на основе железа с различными температурами кристаллизации в материале, протекают процессы кристаллизации. Экспериментально обнаружено, что, чем ниже значение температуры кристаллизации аморфного сплава, тем большие значение объёмной доли кристаллической фазы наблюдается после деформации. Эффект деформационной кристаллизации в аморфных сплавах на основе железа при КВД обусловлен как адиабатическим выделением тепла и соответствующим повышением температуры в деформационных, сильно локализованных полосах сдвига, так и заметным увеличением концентрации областей избыточного свободного объема в этих полосах.

Работа выполнена при финансовой поддержке РНФ (грант 19-72-20066).

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.186

ВЛИЯНИЕ ДЕФОРМАЦИИ В КАМЕРЕ БРИДЖМЕНА НА ИЗМЕНЕНИЕ ЛОКАЛЬНОЙ АТОМНОЙ СТРУКТУРЫ В АМОРФНЫХ СПЛАВАХ НА ОСНОВЕ ЖЕЛЕЗА

Сундеев Р.В. [1], Шалимова А.В.[2], Глезер А.М. [2], Менушенков А.П.[3], Чернышова О.В.[3], Умнова Н.В.[4]

[1] РТУ МИРЭА, Москва, Россия
[2] ФГУП « ЦНИИчермет им. И.П.Бардина», Москва, Россия
[3] НИЯУ МИФИ, Москва, Россия
[4] ИМЕТ РАН им. А.А. Байкова, Москва, Россия
sundeev55@yandex.ru

В настоящее время активно продолжаются систематические исследования структурных закономерностей, присущих металлическим материалам в процессе больших пластических деформаций. В частности, много интересных и важных результатов было получено при кручении образцов под высоким квазигидростатическим давлением (КВД).

В рамках работы изучали структурные изменения аморфных магнитно-мягких сплавов на основе железа: $Fe_{50}Ni_{33}B_{17}$, $Fe_{54}Ni_{29}B_{17}$, $Fe_{58}Ni_{25}B_{17}$ и $Fe_{75}Si_{8}B_{17}$ в ходе КВД при 77К и 293К. Использовали комплекс структурных методов исследования: EXAFS-спектроскопия в синхротронном излучении, рентгеновская дифракция, просвечивающая электронная микроскопия и дифференциальная сканирующая калориметрия. Установлено влияние режимов КВД на характер локального атомного окружения атомов железа и никеля. Магнитные свойства сплавов измеряли с помощью вибрационного магнитометра при комнатной температуре. Выявлена корреляция между значениями удельной намагниченности насыщения и параметрами локальной атомной структуры. Показано, что аморфное состояние после КВД характеризуется существенным изменением намагниченности насыщения и коэрцитивной силы по сравнению со значениями этих параметров в исходном состоянии.

При комнатной температуре исходные аморфные сплавы на основе Fe кристаллизуется в разной степени в ходе КВД. Объемная доля нанокристаллов в исследуемых сплавах при КВД зависит от температуры кристаллизации этих сплавов: чем ниже температура кристаллизации, тем полнее проходит кристаллизация при одинаковой величине деформации.

При этом было обнаружено, что при снижении температуры КВД до 77К удается подавить проявление эффектов кристаллизации в аморфных сплавах на основе Fe. Методом EXAFS при использовании синхротронного излучения было установлено, что КВД при 77К разрушает ближний композиционный и топологический ближний порядок в расположении атомов и уплотняет аморфную матрицу, повышая среднее координационное число и снижая средний радиус между парами атомами различного типа в первой координационной сфере атомов железа.

Работа выполнена при финансовой поддержке РНФ (грант 18-72-00026).

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.187

ГИСТЕРЕЗИС ЗЕРНОГРАНИЧНОЙ ПОДВИЖНОСТИ ПРИ ФАЗОВЫХ ПЕРЕХОДАХ НА ГРАНИЦАХ ЗЁРЕН

Сурсаева В.Г., Семёнов В.Н.

Институт физики твердого тела, РАН, Черноголовка, Московская область, 142432, Россия

E-mail: sursaeva@issp.ac.ru

Экспериментально наблюдался гистерезис зернограничной подвижности. Фазовые переходы как правило демонстрируют гистерезис. Он обычно проявляет себя при изучении температурнозависимых свойств. Сложный характер зернограничного движения не позволяет однозначно судить о причинах проявления гистерезиса. Одной из вероятных причин гистерезиса зернограничных свойств может быть структурное фазовое превращение - превращение упорядоченной структуры границы в неупорядоченную при повышении температуры и наоборот при понижении температуры. Предположим, что это является главной причиной гистерезиса. Для экспериментального исследования температурных зависимостей подвижностей была выбрана высокоподвижная граница наклона $[10\bar{1}0]$ с углом разориентации 30° и обратной плотностью узлов совпадения по границы Σ9. Бикристаллические образцы выращивали методом направленной кристаллизации в атмосфере аргона. Схема и видеокадр плоского бикристалла из 99.999% Zn в форме четверть петли показаны на Рис. 1. Наблюдалось и фиксировалось *in-situ* движение и форма зернограничной четверти петли в ходе высокотемпертурного отжига в температурном интервале 300С ÷ 410С с использованием поляризованного света в оптическом микроскопе. Для изотермических отжигов применялась схема ступенчатого нагрева на 5÷10С и схема ступенчатого охлаждения на 5÷10С.

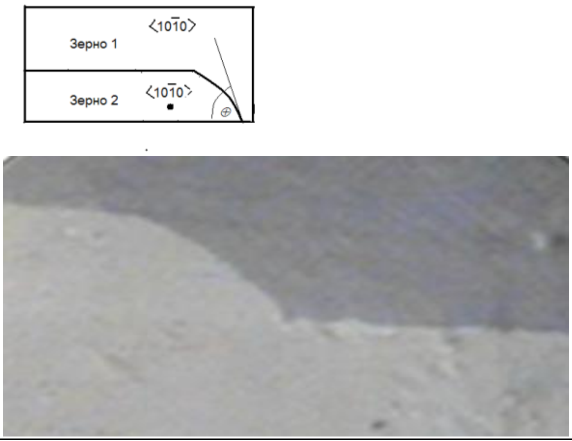


Рис.1. Видеокадр образца с границей зерна в форме четверть петли

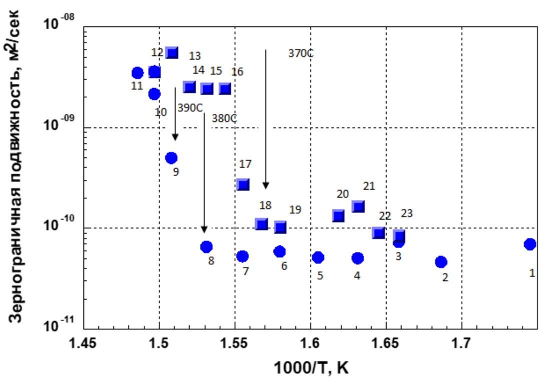


Рис.2. Температурная зависимость зернограничной подвижности границы,

Точки1-11 соответствуют значениям подвижности, полученной при изотермических отжигах по схеме ступенчатого нагрева Точки 12-23 соответствуют значениям подвижности, полученной при изотермических отжигах по схеме ступенчатого охлаждения. Температура Т= 370С является температурой зернограничного фазового перехода превращения упорядочнной структуры в неупорядоченную, что соответствует 0.94 $T_{пл.}$

Работа выполнена в рамках госзаказа и при частичной финансовой поддержке РФФИ (грант № 19-03-00168)

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.188

ВЛИЯНИЕ УЛЬТРАФИОЛЕТОВОГО ИЗЛУЧЕНИЯ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА АМОРФНЫХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ КОБАЛЬТА И НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО СПЛАВА НА ОСНОВЕ ЖЕЛЕЗА

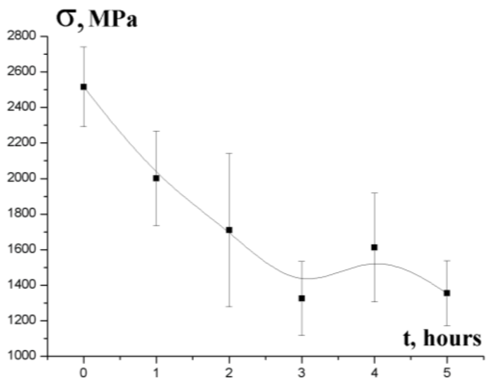
Федоров В.А., Бойцова М.В., Плужникова Т.Н.

ФГБОУ ВО «Тамбовский государственный университет имени Г.Р. Державина», г. Тамбов, Россия, fedorov@tsutmb.ru

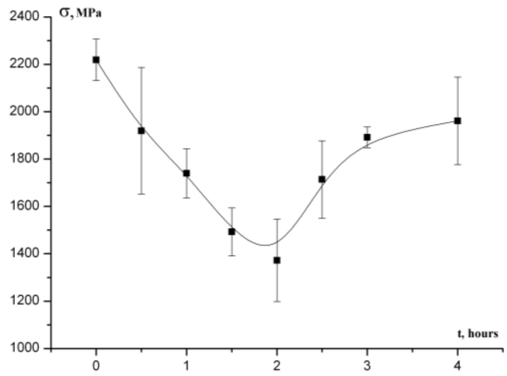
Влияние ультрафиолетового излучения (УФ) на полимерные материалы достаточно хорошо изучено. Однако работ, связанных с влиянием УФ излучения на аморфные сплавы на основе кобальта и на нанокристаллические сплавы на основе железа практические нет.

В работе использовали аморфный сплав на основе кобальта $Co_{85,41}Fe_{2,27}Si_{5,15}Mn_{4,07}B_2Cr_{1,1}$ (АМАГ-186) и нанокристаллический сплав на основе железа $Fe_{80,22}Si_{8,25}Nb_{10,09}Cu_{1,44}$. Облучение образцов проводили с использованием ртутно-кварцевой лампы ПРК-2. Длина волны 250-410 нм. Время облучения от 1 до 4 часов. После облучения образцы испытывали на разрывной машине Instron-5565, скорость движения траверсы 0,1 мм/мин.

Экспериментально установлено, что при воздействии ультрафиолетового излучения происходит значительное падение предела прочности с последующим частичным его восстановлением (рис. 1).



а)



б)

Рис. 1. Зависимость предела прочности материалов от времени предварительного облучения: а) АМАГ-186; б) АМАГ-200.

Рентгеноструктурные исследования показали, что сплав при всех временах облучения сохраняет рентгеноаморфность.

Можно предположить, что при воздействии ультрафиолетового излучения происходят дополнительные процессы окисления и как результат коррозионные разрушения. Поскольку аморфные сплавы в небольших количествах содержат неметаллы (бор, кремний), которые могут играть роль легирующих элементов. В результате воздействия ультрафиолетового излучения, возможен переход этих элементов в оксиды, что существенно снижает их легирующее действие. Однако, растровая микроскопия не показала существенного изменения состава. Количество кислорода составляет в исследуемых образцах менее 1 % и его количество. При увеличении времени облучения практически не меняется.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант № 18-01-00513_а), часть исследований выполнена на оборудовании ЦКП ТГУ имени Г.Р. Державина.
DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.189

ЗАКОНОМЕРНОСТИ СБРОСОВ МЕХАНИЧЕСКОГО НАПРЯЖЕНИЯ В ЛЕНТОЧНЫХ АМОРФНЫХ СПЛАВАХ ПРИ ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОМ ВОЗДЕЙСТВИИ

Федоров В.А., Плужникова Т.Н., Яковлев А.В., Федотов Д.Ю., Васильева С.В.
Тамбовский государственный университет имени Г.Р. Державина, Тамбов, Россия
E-mail: fedorov@tsutmb.ru

Цель работы – установить факторы, влияющие на величину сброса механической нагрузки, обусловленной воздействием импульсного электрического тока в аморфном сплаве.

В качестве материала для исследования было выбрано металлическое стекло (МС) на основе кобальта (АМАГ-180), полученное методом спиннингования. Использовали образцы с размерами 80×3,54×0,02 мм, l_0=80×10^{-2} м. Эксперименты по одноосному растяжению образцов проводили на электромеханической машине для статических испытаний Instron-5565 со скоростью движения траверсы 0,1 мм/мин. Во время деформации образца подавали импульсы тока путем разрядки конденсатора. Плотность тока (j), протекающего через образцы, варьировали от $1\cdot10^8$ до $1\cdot10^9$ А/м^2. Использовали импульсы с длительностью $\tau \sim 5$ мс [1].

Получена диаграмма нагружения σ(ε) МС АМАГ – 180 при одновременном воздействии импульсным током разной величины и соответствующая ей зависимость температуры нагрева образца с течением времени при воздействии. Из диаграммы можно определить значения $\Delta\sigma$ и ΔT и используя закон Гука и закон теплового расширения для изменения длины, получаем следующие значения. Согласно закону Гука, применимому к упругой деформации, наблюдаемой в нашем случае, т.к. после сброса, напряжение восстанавливается до исходного значения, получаем $\Delta l_y = (\Delta\sigma\times l_0)/E = 25{,}5\times10^{-5}$ м. Закон теплового расширения дает другое значение $\Delta l_T = \alpha\times l_0\times\Delta T = 6{,}3\times10^{-5}$ м. Как показали расчеты учет теплового действия тока, включающий в себя точное измерение нагрева образцов и оценку влияния этого нагрева на деформацию образцов, является существенным моментом в исследовании причин сброса механического напряжения, но его доля достигает 25 % от общей величины сброса механического напряжения. Из полученных значений следует, что изменение длины, полученное только за счет сброса механического напряжения на 50% превышает значение, полученное при термическом расширении, что говорит о том, что в образцах помимо термического расширения происходят другие обратимые процессы ответственные за сброс механического напряжения, например конкурирующие процессы направленной структурной релаксации, процессы топологического упорядочивания, которые могут быть ответственны за такое поведение механического напряжения у исследуемых материалов.

Таким образом, величина сброса механического напряжения, обусловленная воздействием импульсного электрического тока, в аморфном сплаве может быть объяснена не только термическим расширением, но и протеканием других процессов, обусловленных спецификой воздействия на аморфные сплавы.

Список литературы:

1. Федотов, Д.Ю., Влияние процессов релаксации на величину сбросов механического напряжения в ленточных аморфных и нанокристаллических сплавах при электроимпульсном воздействии / Федотов Д.Ю., Сидоров С.А., Федоров В.А., Плужникова Т.Н., Яковлев А.В. // Известия ВУЗов. Черная металлургия. – 2017. – Том 60. – № 7. – С. 538-543.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант № 18-01-00513).
DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.190

ОЦЕНКА ШИРИНЫ ЗАПРЕЩЕННОЙ ЗОНЫ МОЛИБДАТОВ.

Федюнин Ф.Д.[1], Спасский Д. А.[2]
[1]МГУ им. М.В. Ломоносова, физический факультет, Москва, Россия
[2]НИИЯФ МГУ им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия
E–mail: veter.vett@yandex.ru

Молибдаты являются перспективными сцинтилляционными материалами, которые применяются в криогенных сцинтилляционных болометрах для регистрации редких событий [1]. Одним из важных свойств сцинтилляторов является световой выход, определяемый рядом параметров: $N_{ph} = \left(\frac{E}{\beta E_g}\right) SQ$, где N_{ph}-число фотонов сцинтилляций на энергию падающего излучения E; S, Q – квантовые эффективности на стадиях переноса энергии термализованных носителей заряда на центры свечения и непосредственно центра люминесценции, β- параметр, принимающий значения от 2 до 3 для большинства материалов, E_g - ширина запрещенной зоны [2]. Таким образом, определение ширины запрещенной зоны является важной задачей для корректной оценки светового выхода сцинтиллятора. Существуют различные способы её определения. Например, двух-фотонная спектроскопия, обнаружение границы образования разделенных электронов и дырок на основе данных по фотопроводимости или термостимулированной люминесценции. Оптические спектры поглощения также позволяют оценить E_g. Распространенным методом является оценка E_g с использованием построения Таука [3], однако полученные результаты с использованием этого метода зависят от толщины кристалла и не учитывают возможности создания экситонов. Другим, более точным методом, является аппроксимация температурной зависимости края фундаментального поглощения с использованием формулы Урбаха [4]. В докладе будут представлены результаты исследований температурной зависимости края фундаментального поглощения для ряда молибдатов и проведена аппроксимация полученных результатов с использованием формулы Урбаха.

Проведены измерения спектров отражения и поглощения образцов монокристаллов $CaMoO_4$, $MgMoO_4$, Pb_2MoO_5, $PbMoO_4$, $SrMoO_4$ и $ZnMoO_4$. Измерения спектров проводились с использованием спектрофотометра Perkin-Elmer Lambda 950. Для измерения спектров поглощения в температурном диапазоне 80-500 К образцы помещались в вакуумный оптический криостат CRYOTRADE LN-120. Аппроксимация полученных спектров поглощения была проведена с использованием формулы Урбаха $\alpha(E) = \alpha_0 \exp\left(-\sigma\frac{E_0 - E}{kT}\right)$, где σ - эмпирический коэффициент наклона, α_0 – коэффициент поглощения при $E_0 \sim E_g$, k – константа Больцмана, E – энергия падающего излучения, E_g – ширина запрещённой зоны, T – температура образца [4]. Аппроксимация с использованием формулы Урбаха позволила определить значения E_0, которые могут быть использованы для оценки значения E_g молибдатов: $CaMoO_4$ – 4,45 эВ, $MgMoO_4$ – 4,56 эВ, Pb_2MoO_5 – 3,91 эВ, $PbMoO_4$ – 3,65 эВ, $SrMoO_4$ – 4,57 эВ и $ZnMoO_4$ – 4,76 эВ. Анализ спектров отражения с учетом полученных результатов позволил сделать вывод о проявлении экситонных пиков только у Pb_2MoO_5 и $PbMoO_4$. Полученные данные по параметру σ позволили сделать вывод о возможности автолокализации экситонов.

[1] P. Belli, A. Incicchitti, and F. Cappella, Int. J. Modern Physics A 29 (2014) 1443011.
[2] M. Nikl, Measurement Science and Tecnology, Meas. Sci. Technol. 17 (2006) R37-R54.
[3] D. L. Wood, J. Tauc, Phys. Rev. B 5 (1972) 3144 – 3151.
[4]. K. S. Song and R. T. Williams, Self-Trapped Excitons, 2nd ed., Springer Ser. Solid-State Sci., Vol. 105 (Springer-Verlag, Berlin, 1996).

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.191

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ЗАКАЛОЧНЫХ ДЕФЕКТОВ НА ПАРАМЕТРЫ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ РЕШЕТКИ α-Fe

<u>Филиппова В.П.</u>[1,*], Жуков О.П.[1], Блинова Е.Н.[1], Сундеев Р.В.[1,2], Глезер А.М.[1,3]

[1,*] *Федеральное государственное унитарное предприятие "Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии имени И. П. Бардина", Москва, Россия;*

[2] *Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "МИРЭА - Российский технологический университет" (РТУ МИРЭА), Москва, Россия;*

[3] *Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (НИТУ «МИСиС»), Москва, Россия;*

**E-mail: varia.filippova@yandex.ru*

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.

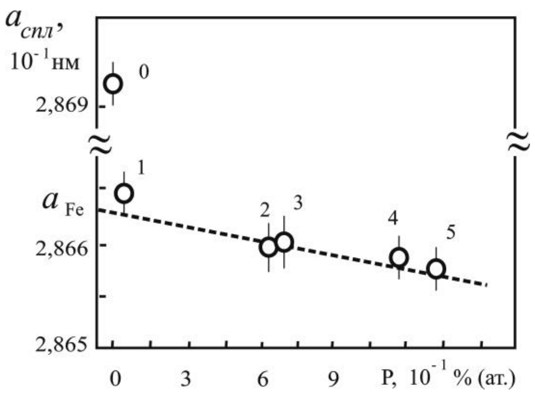


Рис.1. Экспериментальные данные, полученные методом рентгеновской дифрактометрии, по периоду ОЦК кристаллической решетки ($a_{спл}$) сплавов на основе α-Fe в зависимости от P.

Как показано на рис.1, фосфор (P) уменьшает период решетки α-Fe: ($a_{спл}$<a_{Fe}). Однако, для образцов с малым содержанием P (№0 и №1), наблюдается отклонение от линейной концентрационной зависимости в сторону увеличения периода решетки. Причем, чем меньше концентрация P, тем больше отклонение ($a_{спл}$ > a_{Fe}). Результаты компьютерного моделирования, выполненного с использованием потенциала парного взаимодействия атомов Fe-Fe, показывают, что вакансии вносят сжимающую деформацию в ОЦК кристаллическую ячейку α-Fe, а бикакансии – растягивающую.

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 P после закалки в воду из предплавильных температур (смотри рис.1) является образование бивакансий, приводящее к растягивающим упругим искажениям кристаллических ячеек.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, в рамках гранта РФФИ № 19-08-00959.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.192

ИЗУЧЕНИЕ СТРУКТУРНЫХ ОСОБЕННОСТЕЙ ПЛЕНОК БЕЛКА ЛИЗОЦИМА С ПРИМЕНЕНИЕМ МЕТОДОВ РЕНТГЕНОВСКОЙ РЕФЛЕКТОМЕТРИИ И СТОЯЧИХ РЕНТГЕНОВСКИХ ВОЛН

Фоломешкин М.С., **Бойкова А.С., Волковский Ю.А., Дьякова Ю.А. , Марченкова М.А., Просеков П.А., Серегин А.Ю., Тимофеев В.И., Писаревский Ю.В., Благов А.Е., Ковальчук М.В.**

ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия, folmaxim@gmail.com

Развитие методов формирования и исследования органо-неорганических гибридных планарных систем на основе белковых молекул является важной задачей современного материаловедения в области природоподобных технологий, включая микро- и наноэлектронику, биосенсорные и биомедицинские технологии [1,2]. При этом важным аспектом при получении таких систем является возможность формирования органических молекулярных пленок с контролируемой структурой и заданными параметрами: однородностью, плотностью, упорядоченностью и т.д.

Модифицированный метод Ленгмюра-Шеффера (ЛШ), представленный в работах [3,4], является перспективной методикой получения плотноупакованных тонких пленок, сформированных сплошными слоями олигомеров белка, участвующих в процессе кристаллизации в качестве отдельных упорядоченных структурных единиц. В данном подходе для формирования ленгмюровского монослоя белковых молекул используется предварительно подготовленный раствор белка (с добавлением осадителя), параметры которого соответствуют условиям кристаллизации. Эффективными методиками исследования подобных органо-неорганических слоистых систем и тонких пленок являются рентгеновские методы, использующие скользящую геометрию падения пучка, к которым можно отнести рентгеновскую рефлектометрию (РР) [5] и метод стоячих рентгеновских волн при полном внешнем отражении (СРВ в ПВО) [6,7].

В настоящей работе методами РР и СРВ в ПВО исследовались тонкие пленки белка лизоцима, перенесенные на кремниевые подложки модифицированным методом ЛШ с использованием кристаллизационного раствора с осадителем KCl. Предложен подход к обработке экспериментальных данных РР и СРВ в ПВО на основе моделирования структуры молекул белка, позволивший получить дополнительную информацию о структуре белковых пленок. Разработана методика подготовки поверхности кремниевых подложек перед нанесением на них белковых пленок, что позволило повысить воспроизводимость пленок при использовании протравленных подложек с идентичным качеством поверхности.

Структурные особенности сформированных пленок были исследованы с применением методов РР и СРВ в ПВО. Показано, что пленки белка лизоцима, сформированные из раствора с осадителем, являются более однородными и плотными по сравнению с пленками, сформированными из чистого раствора белка; также показано, что ионы осадителя образуют тонкие слои над поверхностью пленок, формируя, таким образом, слоистую структуру.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ №18-32-00381-мол_а

[1] Fraden J., Cham: Springer International Publishing, 2017. 758
[2] Ковальчук М.В., Российские нанотехнологии. 13-23 (2011) 6
[3] Ковальчук М.В. и др., Кристаллография. 650-656 (2017) 62
[4] Бойкова А.С. и др., Кристаллография. 703-707 (2018) 63
[5] Parratt L., Phys. Rev. 359-369 (1954) 95
[6] Bedzyk M.J., et al., Phys. Rev. Lett. 1376-1379 (1989) 62
[7] Новикова Н.Н. и др., Кристаллография. 727-734 (2014) 57

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.193

Исследование структурных и магнитных свойств нанокомпозитов типа «ядро-оболочка» системы FeO@C

Фунтов К.О., Старчиков С.С., Баскаков А.О.

ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, 119333, Москва, Россия

E-mail: funtov.ko@gmail.com

Уже более десятилетия магнитные наночастицы привлекают большой интерес исследователей благодаря возможности их применения в различных областях науки и техники, в особенности, в биомедицине и биотехнологиях [1].
Однако, чистые магнитные наночастицы склонны к окислению под воздействием окружающей среды, что приводит к ухудшению их свойств и налагает ограничения на область их применения [2]. Поэтому были предложены различные способы защиты наночастиц, в частности, покрытие органическими и неорганическими материалами, такими как углерод, поскольку углерод является недорогим и биосовместимым материалом.

Наноструктуры магнетита Fe_3O_4 с углеродной оболочкой также все более активно применяют в различных областях техники. Зачастую, в качестве ядра нужно использовать чистую фазу магнетита, в то время как наличие примеси антиферромагнитных оксидов, таких как вюстит или гематит, уменьшает возможности использования наночастиц оксидов железа. Поскольку фазовая чистота является прямым результатом синтеза наночастиц, остается еще одна важная задача - понять, как условия синтеза влияют на образование наночастиц. Обычно процесс получения материалов типа «ядро-оболочка» протекает в два этапа: сначала синтезируется материал ядра, очищается, а затем, на второй стадии, ядро покрывается материалом оболочки уже другим способом.
В данной работе представлены результаты получения наночастиц магнетита, покрытых оболочкой углерода, методом одностадийного термического пиролиза. Серия наночастиц с температурами синтеза от 350 до 400 ° C была исследована с помощью комплекса методов, включая просвечивающую электронную микроскопию, порошковую рентгеновскую дифракцию, рамановскую и мессбауэровскую спектроскопию, а также магнитные измерения.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» в части исследований рамановской спектроскопии и электронной микроскопии.

Автор выражает благодарность д.ф.-м.н. Любутину Игорю Савельевичу

[1] M. Mahmoudi, H. Hosseinkhani, M. Hosseinkhani, S. Boutry, A. Simchi, W. Shane Journeay, K. Subramani and S. Laurent, Magnetic resonance imaging tracking of stem cells in vivo using iron oxide nanoparticles as a tool for the advancement of clinical regenerative medicine, *Chem. Rev.*, 2011, **111**, 253–280

[2] M. R. Ghazanfari, M. Kashefi, S. F. Shams, M. R. Jaafari, M. R. Ghazanfari, M. Kashefi, S. F. Shams and M. R. Jaafari, Perspective of Fe_3O_4 Nanoparticles Role in Biomedical Applications, *Biochem. Res. Int.*, 2016, **2016**, 1–32.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.194

ВОЛНОВОДНЫЕ УСИЛИТЕЛИ НА ОСНОВЕ НАНОКОМПОЗИТНЫХ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ

<u>Хайдуков К.В.,</u> Горячук И.О., Ашарчук И.М., Каримов Д.Н.

Федеральный научно-исследовательский центр «Кристаллография и фотоника» Российской академии наук, Москва, Россия, haidukov_11@mail.ru

Синтезированы новые наноразмерные кристаллические фосфоры легированные эрбием и другими редкоземельными элементами, и исследованы их фотолюминесцентные свойства. Такие нанофосфоры обладают высоким квантовым выходом в даун-конверсии в телекоммуникационном C-диапазоне длин волн 1525-1565 нм и рассматриваются в настоящее время как наиболее перспективные наполнители при создании композитных полимерных материалов для интегральной оптики и фотоники. Они востребованы, в частности, при разработке компактных волноводных усилителей для высокоскоростных оптических межсоединений в микропроцессорных вычислительных системах на печатной плате, а в перспективе - и на кремниевом чипе.

Работа выполнена при поддержке: РФФИ (проект № 19-02-00877) в части выращивания кристаллических образцов и РФФИ (проект № 18-32-00948 мол_а) в части измерения потерь энергии ИК излучения при прохождении по волноводу методом последовательного скалывания.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.195

«ДИФФУЗИЯ МЕДИ ПО ГРАНИЦАМ ЗЕРЕН СЕРЕБРА»

Хайруллин А. Х., Жевненко С.Н., Родин А.О.
НИТУ МИСиС, Москва, Россия
aika-88@inbox.ru

Границы зерен принято считать путями ускоренного диффузионного проникновения вещества. Однако, в работах [1,2,3] было показано, что существуют системы, в которых диффундирующие примеси ведут себя особым образом (например, Fe и Co в Cu). В этих системах наблюдаемая скорость зернограничной диффузии близка к объемной в температурно-временных интервалах, соответствующих режиму «B» по Харрисону [4]. Таким образом, глубина диффузионного проникновения вещества вдоль границ зерен такая же, как по объему зерен. При этом, замедление диффузии по границам зерен коррелирует с концентрационным поведением поверхностной энергии [5,6]. В тех системах, где поверхностная энергия растет с увеличением концентрации второго компонента, наблюдается замедление зернограничной диффузии.

Система Cu-Ag интересна тем, что в ней в определенном концентрационном диапазоне поверхностная энергия твердого раствора растет с ростом концентрации меди [7], а кроме того возможно определение поверхностной энергии и параметров диффузии по границам зерен в одинаковых температурных интервалах. В работе были получены данные по объемной и зернограничной диффузии Cu в чистом серебре и в твердом растворе Ag+3.6 ат.% Cu методом микрорентгеноспектрального анализа. Было показано, что диффузия по границам зерен серебра в обоих случаях незначительно превышает объемную диффузию. Эти результаты подтверждают идею о том, примесь, которая увеличивает поверхностную энергию, диффундирует по поверхностям медленнее.

Работа выполнена при поддержке РФФИ проект № 18-38-00498 мол_а

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ:

1. J. Bernardini, J. Cabane, Acta Metall, 1972, 21, 2161-2167
2. D.S. Prokoshkina,V.A. Esin, A.O. Rodin, Defect and Diffusion Forum, 2012, 323-325, 171-176.
3. А.А. Ицкович, А.Х. Хайруллин, А.О. Родин, Научные ведомости БГУ им. Шухова, 2012, 23, 134-138
4. L.G. Harrison Trans. Faraday Society,1961, 57, 1191-1198
5. S. N. Zhevnenko, J. Phys. Chem., 2015, 119 (5), 2566–2571
6. S.N.Zhevnenko, E.I.Gershman, Journal of Alloys and Compounds, 2012, 536, 554-558
7. S.N. Zhevnenko, A.K. Khairullin Materials Letters, 2019, 248,127-129

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.196

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОВЕРХНОСТНОГО НАТЯЖЕНИЯ КРИСТАЛЛИТОВ В КИНЕТИЧЕСКОЙ МОДЕЛИ РАСЧЕТА МИКРОСТРУКТУРЫ ПРИ ЛАЗЕРНОЙ НАПЛАВКЕ

Хоменко М.Д., Мирзаде Ф.Х.

Институт проблем лазерных и информационных технологий РАН, филиал ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Шатура, Россия

hmd@laser.ru

Лазерная наплавка (ЛН) - это перспективная аддитивная технология, позволяющая производить готовые металлические изделия и покрытия произвольной формы методом послойного нанесения порошкового материала. Поиск оптимальных режимов проведения процесса для достижения целевых параметров микроструктуры детали требует глубокого понимания происходящих физических процессов, разработки специализированных моделей и применения методов численного моделирования. Для процесса ЛН существует множество микроструктурных моделей рекристаллизации металлов и сплавов, и они, как правило, содержат трудноопределимые параметры. В этом случае сопоставление кинетических параметров модели ЛН экспериментальным данным по микроструктуре позволяет найти соответствующие действительности параметры. Это дает возможность использовать разработанные модели для эффективного исследования и оптимизации процесса ЛН.

Самосогласованная численная модель, включающая в себя теплопроводность, гидродинамику и кинетику фазового перехода представлена в работе [1]. Одним из сложно определяемых параметров такой модели расчета микроструктуры является поверхностное натяжение кристаллитов. Сравнение рассчитанного среднего размера кристаллических зерен с полученными экспериментальными данными позволяет снизить неопределенность значения поверхностного натяжения кристаллитов при ЛН и использовать модель для оптимизации процесса. Используя верифицированные параметры модели показана возможность управления микроструктурными свойствами валиков с одинаковой геометрией, при котором средний размер кристаллитов идентичных валиков может целенаправленно изменяться.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках Государственного задания ФНИЦ “Кристаллография и фотоника РАН” в части оптимизации процесса наплавки, а также Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 19-51-60002 ЮАР_т) в части расчетов микроструктурных свойств нанесенных слоев.

Цитируемые труды

x

1. Хоменко М.Д., Мирзаде Ф.Х., Низьев В.Г. Параметрическое исследование микроструктурных свойств при лазерной наплавке // Кристаллография, Vol. 64, No. 4, 2019. pp. 663-667.

x

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.197

ДИНАМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СУБМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ МЕДИ И СПЛАВОВ МЕДИ, ПОЛУЧЕННЫХ ВЫСОКОСКОРОСТНЫМ ПРЕССОВАНИЕМ

И.В. Хомская[1], С.В. Разоренов[2], Е.В. Шорохов[3], Г.В. Гаркушин[2], Д.Н. Абдуллина[1]

[1] *Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН, Екатеринбург, Россия*
khomskaya@imp.uran.ru,
[2] *Институт проблем химической физики РАН, Черноголовка, Россия*
razsv@ficp.ac.ru
[3] *РФЯЦ–ВНИИ технической физики им. акад. Е.И. Забабахина, Снежинск, Россия*

Изучено влияние дисперсности кристаллической структуры меди и низколегированных сплавов Cu-Cr и Cu-Zr на их сопротивление высокоскоростному деформированию и разрушению. Испытания проводились в условиях ударного сжатия интенсивностью 5,4-7,0 ГПа и скоростью деформации $(0,9\text{-}2,1)\cdot10^5$ $с^{-1}$. Регистрация волновых процессов в образцах осуществлялась с помощью Доплеровского измерителя скорости VIZAR. Субмикрокристаллическая (СМК) структура в исследуемых образцах была получена методом динамического канально-углового прессования (ДКУП). При ДКУП материалы деформируются со скоростями до $\sim10^5 с^{-1}$, т.е. на шесть порядков выше, чем при РКУП. На результирующую структуру материала при ДКУП оказывают влияние высокоскоростная деформации простого сдвига, ударно-волновая деформация сжатия и температура. Формирование неравновесной СМК структуры в меди при ДКУП происходит в результате циклических процессов фрагментации и динамической рекристаллизации; в сплавах меди протекают процессы фрагментации и деформационного старения, с выделением наноразмерных частиц вторых фаз.

Показано, что высокоскоростное деформирование методом ДКУП в один проход (n=1), приводящее к измельчению зерна от 100 до 0,5 мкм, в 6 раз увеличивает динамический предел упругости (σ_{HEL}) и динамический предел текучести (Y) меди. Увеличение степени деформации при увеличении количества проходов ДКУП до n=4, приводящее к измельчению зерна до 0.05-0.40 мкм, увеличивает в 1.4 раза откольную прочность (σ_{sp}) меди, по сравнению с исходным КК состоянием. Определено, что ДКУП, n=1 сплавов Cu-0,03%Zr и Cu-0,1%Cr, приводящее к измельчению кристаллитов от 300 мкм до 0,5-1 мкм увеличивает σ_{HEL} и Y в 1,9-2,8 раза, σ_{sp} в 1,3 раза, соответственно, по сравнению исходным КК состоянием. ДКУП, n=4, приводящее к измельчению кристаллитов до 0,2-0,3 мкм, увеличивает в 1,5-4,0 раза динамические характеристики сплава Cu-0,1%Cr.

Откольная прочность меди и сплавов Cu-0,03%Zr и Cu-0,1%Cr с неравновесной и дефектной СМК структурой, полученной при ДКУП, составляет 2510, 2760 и 2900 МПа, что в 5,7 раза превышает статическое предельное сопротивление σ_B данных материалов с аналогичными структурами. Повышенный уровень механических свойств сплавов, по сравнению медью, связан с дополнительным упрочнением, обусловленным выделением наноразмерных частиц Cr и Cu_5Zr в процессе ДКУП.

Работа выполнена в рамках государственного задания по теме «Структура» №АААА-А18-118020190116-6, Программе Президиума РАН «Конденсированное вещество и плазма при высоких плотностях энергии» и проекту № 18-10-2-39 Программы УрО РАН.
DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.198

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ МНОГОКРАТНЫХ МАРТЕНСИТНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ С БОЛЬШИМ КОЛИЧЕСТВОМ ЦИКЛОВ НА МИКРОСТРУКТУРУ И ТЕМПЕРАТУРЫ МАРТЕНСИТНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ СПЛАВА TI-50,86 АТ.%NI

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. Одним из видов термообработки является термоциклирование (ТЦ) через интервал мартенситных превращений, которое заключается в многократном повторении цикла «охлаждение ниже $M_н$ – нагрев выше $A_к$». 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 литературе представлено большое число исследований по влиянию многократных мартенситных превращений на сплавы TiNi, но несмотря на это не установлено зависимости изменения структуры и температур мартенситных превращений от количества циклов. В качестве материала исследования был использован интерметаллид системы TiNi. Сплав Ti-50,86 ат.%Ni - 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°C) в воду. Термоциклирование образцов осуществлялось путем последовательного погружения образцов в жидкий азот (-196 ºC) с последующим нагревом до температуры 150 °C, что заведомо ниже и выше температур $M_н$ и $A_к$ мартенситного превращения. Число термоциклов «нагрев – охлаждение» составило от 0 до 250. В ходе увеличения количества термоциклов наблюдается увеличение плотности дислокаций и дефектов в структуре. Кроме этого при многократных теплосменах уменьшается размер зерна с 50±3 мкм до 20±2 мкм, при исследовании тонкой структуры методом ПЭМ – ширина мартенситных пластин. При этом в состоянии n=50 обнаружены составные нанодвойники с шириной в несколько нанометров, ширина которых при последующем увеличении количества термоциклов до n=250 также уменьшается. Изменение температур мартенситных превращений имеет немонотонный характер зависимости от количества термоциклов, начиная с n=50, превращение протекает через промежуточную R фазу.

Работа выполнена при поддержке Гранта Республики Башкортостан Российской Федерации для молодых ученых (№28 ГР от 07.03.2019).

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.199

ОРИЕНТАЦИОННЫЕ ЭФФЕКТЫ ПРИ КАНАЛИРОВАНИИ КИЛОВОЛЬТНЫХ ЭЛЕКТРОНОВ В ЖИДКИХ СРЕДАХ

Шипко М.Н.[1], Степович М.А.[2], Сибирев А.Л.[3], Мельникова О.С.[1], Смирнова А.И.[4], Усольцева Н.В.[4]

[1]*Ивановский государственный энергетический университет им. В.И. Ленина, Иваново, Россия, michael-1946@mail.ru*

[2]*Калужский государственный университет им. К.Э. Циолковского, Калуга, Россия, m.stepovich@rambler.ru*

[3]*Ивановский государственный химико-технологический университет, Иваново, Россия, alsibirev@mail.ru*

[4]*Ивановский государственный университет, НИИ наноматериалов, Иваново, Россия, nv_usoltseva@mail.ru*

Эффекты каналирования частиц хорошо известны в кристаллофизике твёрдых тел. В меньшей степени каналирование изучено в жидких средах. В настоящей работе изложены результаты исследований влияния слабых импульсов магнитного поля на ориентационные эффекты, наблюдающиеся при прохождении киловольтных электронов (9 кэВ) в жидких средах: изотропном мицеллярном растворе поверхностно-активного вещества (ПАВ) цетилтриметиламмония бромистого. Картины углового распределения электронов, прошедших через исследованные водные среды, изучались по вызванному ими в воздухе и регистрируемому в ГРВ камере [1] скользящему газовому разряду. ГРВ-изображения представляли собой совокупность максимумов, соответствующих направлениям (каналам) облегченного движения электронов. Установлено, что магнитоимпульсная обработка раствора приводит к формированию индуцированного данным воздействием упорядочения, отражающегося в возникновении ближнего порядка мицеллярных структур и анизотропии свойств водной системы. Тип картин оптоэлектронной эмиссии зависит от числа импульсов магнитного поля и соответствует стереографическим проекциям плоскостей различных модификаций кубических и гексагональных упаковок [2-4]. Перераспределения (перегруппировки) ближнего порядка мицелл при увеличении числа импульсов проявляются в изменении количества и пространственного расположения каналов облегчённого движения электронов, а также в изменении их распределений по энергии. Установлен характер зависимости ГРВ-изображений от концентрации ПАВ. Полученные результаты указывают на возможность использования эффекта каналирования низкоэнергетических электронов для создания и изучения типа упорядочения мицеллярных растворов, изучения структуры и физических свойств упорядоченных жидких сред.

Исследования проведены при частичной финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 19-03-00271), РФФИ и правительства Ивановской области (проект № 18-43-370012), а также РФФИ и правительства Калужской области (проект № 18-41-400001).

1. Коротков К.Г. Принципы анализа в ГРВ биоэлектрографии. – СПб.: Реноме, 2007. 286 с.
2. Шаскольская М.Л. Кристаллография. – М.: Высшая школа, 1976. 391 с.
3. Шипко М.Н., Степович М.А., Сибирев А.Л., Усольцева Н.В., Масленникова О.М., Смирнова А.И. // Известия РАН. Серия физическая. 2018. Том. 82, № 8. С. 1058-1062.
4. Шипко М.Н., Усольцева Н.В., Сибирев А.Л., Масленникова О.М., Смирнова А.И., Степович М.А., Габдулсадыкова Г.Ф. // Жидкие кристаллы и их практическое использование. 2018. Том. 18, № 1. С. 47-52.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.200

СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ ПРИ ОТЖИГЕ Al-Zn-Mg- Fe -Ni СПЛАВА ПОСЛЕ КРУЧЕНИЯ ПРИ ВЫСОКОМ ДАВЛЕНИИ

И.Г. Ширинкина, И.Г. Бродова, Т.К. Акопян

Институт физики металлов УрО РАН, г. Екатеринбург, Россия

e-mail: Shirinkina@imp.uran.ru

Для изучения структурно-фазовых превращений при отжиге деформированного Al-Zn-Mg- Fe Ni сплава (никалина) были выбраны образцы после КВД с разной степенью деформации (n=2; 4,5 и 6,5). Согласно результатам ПЭМ, при КВД формируется СМК состояние, которое при n=2 характеризуется фрагментированной структурой, состоящей из зерен-субзерен, разделенных МУГ и БУГ и содержащих большое количество дислокаций, образуются объемные дислокационные сетки и дислокационные субграницы. С увеличением накопленной деформации (n=4,5) процессы фрагментации идут более активно, увеличивается число зерен с неоднородным внутренним контрастом, свидетельствующим о высоком уровне внутренних напряжений. При n=6,5 структурное состояние характеризуется смешанной структурой, состоящей из более крупных фрагментированных зерен-субзерен, окруженных неравновесными МУГ и БУГ, и мелких зерен с единичными дислокациями, образованных динамической рекристаллизацией. Таким образом, в результате КВД было получено три разных структурных состояния с высокой твёрдостью (H_V = 1700-2100 МПа), отличающиеся размером зерна и уровнем внутренних напряжений.

Для получения данных об устойчивости СМК структуры и разупрочнении сплава в процессе нагрева в зависимости от его деформированного состояния, проведены изохронные отжиги при одинаковых условиях в интервале температур 150-400^{0}C. Построены температурные зависимости H_V от времени отжига. Анализируя эти данные, можно утверждать, что немонотонность снижения H_V с ростом температуры свидетельствует о прохождении нескольких релаксационных процессов, а именно возврате, старении и рекристаллизации. Снижение H_V при низких температурах, обусловленное снятием наклепа, замедляется при одновременном прохождении процесса распада пересыщенного твердого раствора. Эффект дисперсионного твердения четко проявляется при t=150^{0}C для КВД образцов (n=2 и n=4,5) после 0,5 и 1 часа отжига, но значения H_V не достигают уровня твердости сплава после КВД. Наложение двух конкурирующих процессов разупрочнения и упрочнения приводит к тому, что независимо от природы деформированной структуры (при разных n) высокие значения твердости (1000 МПа) сохраняются в материале при его нагреве до 200^{0}C и выдержке 4 часа.

Методом EBSD-анализа были исследованы структурные превращения в СМК никалине после последней степени нагрева при 400^{0}C, 4 часа. Установлено, что независимо от степени деформации и характеристик деформированной структуры в процессе нагрева происходит ее деградация, средний размер зерен-субзерен увеличивается на порядок до 2-3 мкм. Число зерен, сохраняющих субмикронный размер (<1 мкм), увеличивается с ростом степени деформации от 19 до 24%, при этом доля БУГ возрастает с 55 до 70 %, а средний угол разориентировки составляет 25-31^o. Таким образом, в процессе нагрева неравновесная деформированная СМК структура заменяется на размерно-неоднородную с коэффициентом вариации К=0,7-0,8 отожженную структуру (где К – величина отношения среднего размера зерна к среднеквадратичному отклонению).

Работа выполнена в рамках государственного задания МИНОБРНАУКИ России (тема «Структура», №АААА-А18-118020190116-6) и проекта РФФИ №18-03-00102

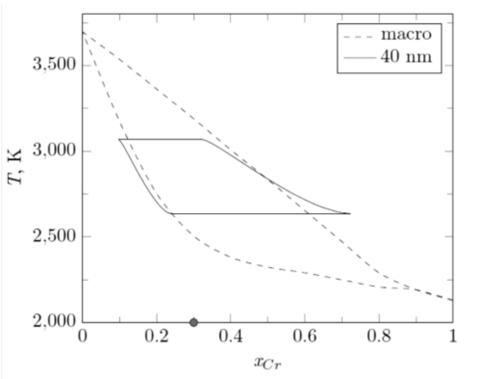
DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.201

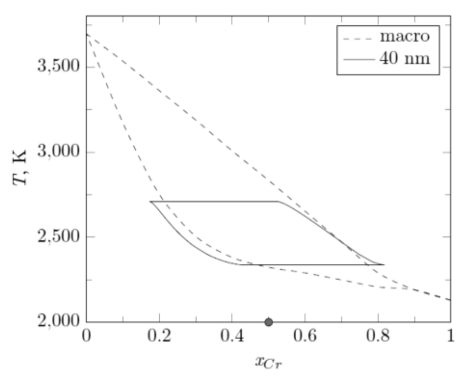
ОСОБЕННОСТИ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫХ ФАЗОВЫХ РАВНОВЕСИЙ В НАНОЧАСТИЦАХ ТЯЖЕЛЫХ СПЛАВОВ $W_{1-x}Cr_x$

Шишулин А.В., Федосеев В.Б.

ИМХ РАН им. Г.А. Разуваева, Нижний Новгород, Россия
chichouline_alex@live.ru

Тяжелые сплавы системы $W_{1-x}Cr_x$ благодаря высоким коррозионной стойкости и прочностным характеристикам при динамическом нагружении являются перспективными материалами для ряда медицинских и специальных приложений. Высокие температуры плавления компонентов вызывают интерес к аддитивным технологиям порошковой металлургии [1] (например, селективному лазерному сплавлению наночастиц). В работе методами равновесной химической термодинамики смоделированы фазовые равновесия при плавлении наночастиц данной системы различного исходного состава сферической формы, при этом предполагалось, что при фазовом равновесии в двухфазной области в частице образуется твердое сферическое включение, окруженное сферическим слоем расплава. Равновесный фазовый состав системы определялся минимизацией функции Гиббса с учетом энергетического вклада всех границ раздела. Полученные результаты отображаются на приведенных ниже диаграммах [2,3] для частиц диаметром 40 нм с x=0.3 (слева) и x=0.5 справа; боковые стороны трапециевидных кривых показывают зависимость от температуры равновесного состава жидкой и твердой фаз в наночастице данного состава, а верхние и нижний горизонтали – температуры ликвидуса и солидуса (штриховая линия соответствует фазовой диаграмме для макросистемы). Показано, что в отличие от систем макрокопического размера равновесные составы жидкой и твердой фаз при заданной температуре различаются для наночастиц различного диаметра и исходного состава. Температура ликвидуса наночастицы любого состава ниже температуры ликвидуса макросистемы, температура солидуса частицы нанометрового размера может быть в зависимости от состава как ниже, так и выше температуры солидуса макросистемы [2,3]. При переходе в область нанометровых размеров температурный интервал двухфазной области сужается. Полученные результаты объясняются реализацией нескольких механизмов понижения свободной энергии системы [3,4].





Работа выполнена в соответствии с государственным заданием ИМХ РАН, а также при поддержке РФФИ (проекты 18-08-01356-а и 19-33-90107).

1. Z.S. Cordero, R.E. Carpenter, C.A. Schuh, B.J. Schuster // Int. j. impact eng. 2016. V. 91. P. 1-5.
2. A. Shirinyan, G. Wilde, Y. Bilogorodskyy // J. mater. sci. 2018. V. 53. №4. P. 2859-2879.
3. А.В. Шишулин, В.Б. Федосеев // Неорган. матер. 2019. Т. 55. №1. С. 16-20.
4. A.V. Shishulin, V.B. Fedoseev // J. mol. liq. 2019. V. 278. P. 363-367.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.202

ФОНОННАЯ ТЕПЛОПРОВОДНОСТЬ И ФАЗОВЫЕ РАВНОВЕСИЯ В НАНОЧАСТИЦАХ СИСТЕМЫ Bi-Sb ФРАКТАЛЬНОЙ ФОРМЫ

Шишулин А.В.[1,*], Федосеев В.Б.[1], Шишулина А.В.[2,3]

[1]ИМХ РАН им. Г.А. Разуваева, Нижний Новгород, Россия
[2]ННГУ им. Н.И. Лобачевского, Нижний Новгород, Россия
[3]ДПИ НГТУ им. Р.Е. Алексеева, Дзержинск, Россия
[*]chichouline_alex@live.ru

Твердые растворы системы $Bi_{1-x}Sb_x$ являются одними из наиболее эффективных термоэлектрических материалов в условиях низких температур [1]. Использование данных материалов, тем не менее, значительно осложняется тем, что низкие значения фононной составляющей коэффициента теплопроводности (необходимые для повышения термоэлектрической добротности материалов [2]) достигаются в твердых растворах с x>0.10, которые при низких температурах в системах макроскопического размера являются термодинамически неустойчивыми. Однако размерные эффекты и эффекты формы, проявляющиеся при фазовых превращениях в системах нанометрового размера (наночастицах, зернах нанокристаллического материала) в заметном изменении равновесных фазовых составов и температур фазовых переходов (величины этих изменений зависят от объема и формы наночастицы [3,4]), способны существенно изменить область составов термодинамически устойчивых в наносистеме фаз. В общем случае геометрическая конфигурация наночастиц описывается методами фрактальной геометрии [3].

В докладе методами равновесной химической термодинамики показано влияние объема и формы наночастицы системы Bi-Sb эквиатомного состава на равновесный фазовый состав частицы и связанную с ним величину фононной составляющей коэффициента теплопроводности. В качестве критерия равновесного фазового состава рассматривался минимум функции Гиббса системы с учетом энергетического вклада всех границ раздела [3,4]. Предполагается, что в наночастицах при распаде раствора эквиатомного состава реализуется конфигурация типа *core-shell*, и показано, что в *core-shell*-структуре возможны два термодинамически устойчивых гетерогенных состояния, отличающиеся тем, какой из сосуществующих твердых растворов находится в положении *core*-фазы. В системе макроскопического размера равновесный фазовый состав в данных состояниях одинаков, в частицах нанометрового размера составы и объемные доли сосуществующих *core*- и *shell*-фаз заметно отличаются и существенно зависят от объема и формы наночастицы. При этом в частицах с низкой фрактальной размерностью (сложной морфологии) распад раствора термодинамически невыгоден, и положение термодинамического равновесия соответствует гомогенному состоянию. Расчеты *ab initio* в рамках модели [1] показывают, что гомогенизация наночастицы приводит к падению фононной составляющей ее коэффициента теплопроводности в различных кристаллографических направлениях на 70-80% [4].

Работа выполнена в соответствии с государственным заданием ИМХ РАН, а также при поддержке РФФИ (проекты 18-08-01356-а и 19-33-90107).

1. S. Lee, K. Esfarjani, J. Mendoza, M.S. Dresselhaus, G. Chen // Phys. rev. B. 2014. V. 89. 85206.
2. E.M.N. Rowe. Thermoelectric handbook macro to nano. CRC press, Boca-Raton, 2006. 1022 p.
3. A.V. Shishulin, A.A. Potapov, V.B. Fedoseev. In Advances in artificial systems for medicine and education II / Ed. by Z. Hu, S. Petouhov, M. He. Springer, Cham, 2020. P. 405-413.
4. А.В. Шишулин, В.Б. Федосеев, А.В. Шишулина // ЖТФ. 2019. Т. 89. №4. С. 556-561.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.203

ВЛИЯНИЕ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫХ ОТЖИГОВ НА ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КРИСТАЛЛОВ НИОБАТА ЛИТИЯ ПРИ КОМНАТНОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ

Шпортенко А.С.*, Кубасов И.В., Кислюк А.М., Турутин А.В., Малинкович М.Д., Пархоменко Ю.Н.

НИТУ «МИСиС», г. Москва, Россия
****e-mail: kapmah666@yandex.com***

Ниобат лития (НЛ) – сегнетоэлектрический материал, нашедший применение в таких важных для современной науки и техники областях, как квантовая, акусто- и оптоэлектроника. Он применяется при изготовлении линий задержки на поверхностных акустических волнах, электрооптических модуляторов лазерного излучения, а является перспективным для применения в датчиках вибраций, акселерометрах, устройствах сбора бросовой энергии, актюаторах и высокочувствительных сенсорах магнитных полей [1–3].

Для указанных приложений ниобата лития весьма важным являются знание электрических свойств кристаллов, а также способов управления ими. Одним из таких способов является отжиг в бескислородной среде, приводящий, с одной стороны, к увеличению электропроводности, а с другой – к появлению окраски у кристаллов за счет возникновения в структуре точечных дефектов. С целью уточнения влияния высокотемпературных отжигов в бескислородной среде на электрофизические параметры ниобата лития проведены сравнительные исследования различных материалов электродов для измерения электропроводности. Проанализировано влияние времени выдержки образца под постоянным напряжением перед измерением.

Выяснено, что вольт-амперные характеристики (ВАХ) образцов зависят не только от времени отжига и атмосферы в печи, но и от материала электродов. Обнаружены гистерезис и нелинейность на ВАХ кристаллов, прошедших отжиг в печи инфракрасного нагрева, в случае использования электродов из оксида индия-олова (ITO). Анализ спектров пропускания образцов ниобата лития после отжигов в резистивной печи в вакууме показали, что поглощение значительно увеличивается в видимой области света. Сравнение результатов экспериментов с литературными данными позволяет предположить, что восстановительные отжиги кристаллов приводят к образованию биполяронной проводимости, причем концентрация биполяронов возрастает с увеличением времени отжига, что приводит к росту электропроводности при комнатной температуре.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-32-00941.

1. *Turutin A.V., Vidal J.V., Kubasov I.V. et al.* // J. Magn. Magn. Mater. 2019. V.486. P.165209.
2. *Kubasov I.V., Kislyuk A.M., Turutin A.V. et al.* // Sensors. 2019. V.19. P. 614.
3. *Kubasov I.V., Kislyuk A.M., Malinkovich M.D. et al* // Acta Phys. Pol. A. 2018. V.134. P.90.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.204

ЗАКОНОМЕРНОСТИ ИЗМЕНЕНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ТИТАНА В ПРОЦЕССЕ КРУЧЕНИЯ ПОД ВЫСОКИМ ДАВЛЕНИЕМ

Шурыгина Н.А. [1], **Черетаева А.О.** [1], **Глезер А.М.** [1,2], **Сундеев Р.В.** [1,3], **Дьяконов Д.Л.** [1], **Медведева А.Д.** [3], **Томчук А.А.** [1,4]

[1] *ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина», Москва, Россия,*
[2] *НИТУ «МИСиС», Москва, Россия*
[3] *РТУ МИРЭА, Москва, Россия*
[4] *МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва, Россия*
shnadya@yandex.ru

Титановые сплавы применяются во многих областях промышленности благодаря высокой удельной прочности, пластичности, высокой устойчивости к появлению коррозии в агрессивных средах и долговечности. Для ряда областей, в частности - медицины, технически чистый титан наиболее предпочтителен из-за высокой биосовместимости, коррозионной стойкости и отсутствия в нем токсичных элементов. Перспективным методом повышения прочности титана до уровня сильно легированных сплавов является большая пластическая деформация кручением под высоким гидростатическим давлением в камере Бриджмена.

Цель данной работы заключалась в выявлении закономерностей влияния степени деформации при кручении под высоким давлением в камере Бриджмена на фазовые превращения, протекающие в материале, микротвердость и электрохимическое поведение технически чистого титана с учетом длительной выдержки в коррозионной среде. В качестве материала для исследований были выбраны технически чистый (сплав 1) и максимально технически чистый (сплав 2) титан для изучения влияния небольшого количества примесей на изменение структуры и коррозионной стойкости в процессе больших пластических деформаций. Образцы толщиной 50 мкм были подвергнуты деформации кручением под высоким квазигидростатическим давлением (P = 6 ГПа) в камере Бриджмена при комнатной температуре 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.

После деформации сплава 1 ω-фаза появляется при N = ¼ в количестве V_ω= 0.08 и ее относительный объем плавно увеличивается с увеличением N до V_ω = 0.23 (N = 4). Для сплава 2 ω фаза резко возрастает уже при малых степенях МПД, ее количество при N = ¼ достигает V_ω= 0.37 и затем практически не изменяется с увеличением степени деформации. Микротвердость сплава 1 уже при N = ¼ возрастает с 2,6 до 3,75 ГПа и затем выходит на насыщение при 2 оборотах и достигает значения 4,25 ГПа. Микротвердость сплава 2 при N = ¼ возрастает с 2,35 до 2,95 ГПа и выходит на насыщение при 1 обороте, достигая значение 3,3 ГПа.

Максимально технически чистый титан (сплав 2) более инертен и коррозионностоек (потенциалы стационарной коррозии исходного и продеформированных образцов более электроположительны) в 1М HCl по сравнению со сплавом 1. Увеличение степени деформации до трех оборотов и более приводит к понижению стационарного потенциала E_{cor} и выход на уровень коррозионной стойкости исходного материала. Длительная выдержка более 90 суток в 1М соляной кислоте не оказывает влияния на коррозионную стойкость сплава 1. Исходный и продеформированный материал находятся в пассивном состоянии ($E_{cor} > 0$) и не подвержены коррозии.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (грант № 18-08-00640а).

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.205

ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРЕТУРЫ НА ПРОЦЕССЫ ДЕФОРМАЦИИ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ СОЕДИНЕНИЯ $Sm_2Fe_{17}N_{2.8}$

Щетинин И.В.[1], Сундеев Р.В.[2], Камынинн А.В.[1,3], Вербецкий В.Н.[4], Менушенков В.П.[1], Савченко А.Г.[1]

[1] Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия, ingvar@misis.ru
[2] Российский технологический университет МИРЭА, Москва, Россия
[3] АО «СПЕЦМАГНИТ», Москва, Россия
[4] Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова, Москва, Россия

Нитриды интерметаллического соединения Sm_2Fe_{17} обладают фундаментальными характеристиками выше, чем широко известное соединение $Nd_2Fe_{14}B$, что делает нитриды перспективными материалами для разработки постоянных магнитов. В связи с этим исследования формирования структуры и магнитных свойств данных материалов, полученных методами интенсивной пластической деформации является актуальной задачей.

В данной работе сплавы системы Sm-Fe были получены методом индукционной плавки и гомогенизационного отжига при 1100 °C в течение 40 часов. Азотирование сплавов проводилось после процессов гидрирования - дегидрирования в атмосфере азота при температуре 450 °C в течение 40 часов. Интенсивная пластическая деформация проводилась в камере Бриджмена с давлением 6 ГПа и количеством оборотов n = 2 и 5 при температуре 77 и 300 K. Исследования структурных превращений и магнитных свойств проводились методами рентгеноструктурного анализа, просвечивающей электронной микроскопии, мессбауэровской спектроскопии и измерения магнитных свойств.

Согласно данным рентгеноструктурного анализа сплавы после выплавки и гомогенизации представляли собой однофазное состояние с фазой Sm_2Fe_{17}. Азотирование сплавов приводило к образованию нитрида $Sm_2Fe_{17}Nx$. По данным измерения периодов решеток и объема элементарной ячейки установлено, что содержание азота составило x = 2.8. Интенсивная пластическая деформация при температуре 77 K не приводила к изменению фазового состава и изменению периодов решетки фазы $Sm_2Fe_{17}N_x$ и сопровождалось только уширением дифракционных линий. По данным просвечивающей электронной микроскопии в процессе деформации размер зерен уменьшался до 20-50 нм. Измельчение структуры сопровождалось резким повышением всех гистерезисных характеристик и, в частности, коэрцитивной силы до 7 кЭ. По данным фазового анализа образцы непосредственно деформации при 300 K представляли собой нанокомпозит, состоящий из смеси фаз $Sm_2Fe_{17}N_x$ и α-Fe, причем количество α-Fe увеличивалось при увеличении степени деформации. За счет малого размера зерен фаз (~ 10 нм) фазы $Sm_2Fe_{17}N_x$ и α-Fe находились в обменносвязанном состоянии.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда, соглашение № 18-72-00249.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.206

ИССЛЕДОВАНИЕ ФОРМИРОВАНИЯ СМЕКТИЧЕСКИХ УЧАСТКОВ В ПЛЕНКАХ АНТИСЕГНЕТОЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ЖИДКОГО КРИСТАЛЛА

Эгамов М.Х.

Горно-металлургический институт Таджикистана, г. Бустон, Республика Таджикистан, egamov62@mail.ru

Изучение жидких кристаллов (ЖК) в электрическом поле считается актуальной задачей оптоэлектроники и фотоники. Интерес к этим сферам обусловлен тем, что ЖК, сочетая в себе свойства обычных изотропных жидкостей и кристаллов, обладают спонтанным ориентационным порядком и высокой чувствительностью к внешним воздействиям. Нелинейное взаимодействие ориентационного упорядочения и деформационного поля приводит к большому многообразию физических явлений, а именно, к возникновению ориентационных неустойчивостей разного рода. Повышенный интерес вызывают жидкокристаллические материалы с органическими включениями в виде частиц, вызывающие переориентации молекулы ЖК. Этот механизм переориентации был реализован в свободно взвешенных пленках сегнетоэлектрического ЖК [1]. В качестве включений использовались смектические участки большей толщины, чем пленка образует слоевую структуру.

В данной работе исследуется поведение смектических участков в пленках антисегнетоэлектрического ЖК, т.к. его структурные и полярные особенности существенно расширяют возможности манипуляции смектическими участками электрическим полем по сравнению с сегнетоэлектрическими пленками.

Оказалось, что в полярных смектических фазах молекулы наклонены по отношению к нормали, поэтому поляризация слоев складываются. В антисегнетоэлектических ЖК молекулы в соседних слоях наклонены в противоположные стороны, соответственно, поляризация слоев также направлены в противоположные стороны. Для описания ориентации молекул в антисмектических пленках были использованы векторный параметр порядка, который является проекцией длинных осей молекул на смектическую плоскость. Модуль вектора параметра порядка характеризует наклон молекул в слоях, т.е. угол θ, а фаза – азимутальную ориентацию молекул, т.е. угол φ:

$$F_{in} = \frac{1}{2} \cdot a_1 \cdot \sum_i \xi_i \xi_{i+1} + \frac{1}{8} \cdot a_2 \cdot \sum_i \xi_i \xi_{i+2}$$

В данной выражении первая компонента описывает взаимодействия между соседними смектическими слоями, а вторая – взаимодействия через один молекулярный слой. В тех случаях, когда взаимодействия между соседними слоями становится ведущим, формируются сегнетоэлектрическая или антисегнетоэлектрическая фазы.

Сопоставительный анализ полученные нами данные позволили установить, что при выполнении условии $a_1<0$ минимуму энергии соответствует параллельная ориентация ξ_i в соседних слоях и она свидетельствует о формировании сегнетоэлектрика, а при $a_1 \square 0$ – антипараллельная ориентация ξ_i, сопровождающиеся формированием антисегнетоэлектрика. Следовательно, многообразие электрооптических эффектов, связанных с наличием слоевой поляризации, делает их перспективными материалами для нового поколения быстродействующих ЖК систем отображения информации и разнообразных электрооптических устройств, в том числе с использованием фотонных свойств полярных смектиков.

Литература

1.Блинов Л.М. Электро- и магнитооптика жидких кристаллов. М.: Наука, 1978. – 384 с.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.207

НЕЙТРОННЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ОСТАТОЧНЫХ НАПРЯЖЕНИЙ НА РЕАКТОРЕ ИР-8 НИЦ «КУРЧАТОВСКИЙ ИНСТИТУТ»

Эм В.Т., Карпов И.Д., Рылов С.А.

Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва, Россия, Em_VT@nrcki.ru

В большинстве деталей в процессе изготовления (механическая обработка, термообработка, сварка и т.д.) или в процессе эксплуатации возникают остаточные внутренние напряжения. Эти напряжения, складываясь с напряжениями, прилагаемыми при эксплуатации детали, могут стать причиной её преждевременного разрушения. Кроме того, остаточные напряжения могут значительно ухудшить коррозионную стойкость и стойкость к образованию трещин сплавов. С другой стороны, остаточные напряжения могут быть полезными и могут быть специально внесены в деталь, чтобы увеличить срок её службы. Поэтому количественная информация об остаточных напряжениях важна для выбора оптимальной технологии изготовления и конструкции детали. Она важна так же для верификации различных расчетных моделей остаточных напряжений.

Благодаря большой проникающей способности нейтронов в большинстве материалов нейтронный метод является единственным неразрушающим методом, позволяющим измерить деформации/напряжения внутри массивных изделий (толщиной до 50мм в стали). Рентгеновский метод позволяет измерить напряжения только вблизи поверхности на глубине в несколько десятков микрон.

Суть метода состоит в измерении смещения положения дифракционных пиков от положений, определяемых параметрами элементарной ячейки недеформированного материала. Это дает прямую информацию об изменении межплоскостных расстояний (то есть деформациях), которая может быть легко преобразована в данные о напряжениях.

В связи с важностью нейтронного метода для решения прикладных и фундаментальных задач материаловедения, в последние 15-20 лет во всех ведущих нейтронных исследовательских центрах были созданы специализированные стресс-дифрактометры. В 2016 году на реакторе ИР-8 НИЦ «Курчатовский институт» был введен в строй дифрактометр для исследования внутренних деформаций/напряжений СТРЕСС, который по своим характеристикам не уступает современным зарубежным стресс-дифрактометрам на более мощных реакторах. Прибор позволяет проводить исследование распределения напряжений в различных поликристаллических материалах с пространственным разрешением 0.2 - 5мм.

Приведены примеры исследований напряжений в стальных сварных швах и деталях, полученных методами аддитивных технологий.

Совместно с НИЦ «Курчатовский институт» - ЦНИИ КМ «Прометей» проведено исследование распределения напряжений по глубине в сварном шве высоколегированной конструкционной стали АБ3А с Х-образной разделкой кромок.

Совместно с ИЛИСТ (СПбГУ) проведено исследование распределения напряжений в вертикальных пластинах из сплавов Ti-6Al-4V, Инконель 625 и стали AISI 410, выращенных методом прямого лазерного выращивания (ПЛВ) на жесткой подложке в режиме, близком к режиму выращивания крупногабаритных деталей.

Совместно с ВИАМ проведено исследование распределения напряжений в прямоугольной призме, выращенной методом селективного лазерного сплавления (СЛС) из стали AISI 316L.

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.208

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ПРОЦЕССЫ, ПРОИСХОДЯЩИЕ ПРИ ЭЛЕКТРОННОМ И РЕНТГЕНОВСКОМ ОБЛУЧЕНИИ ЩЕЛОЧНО-ГАЛОИДНЫХ КРИСТАЛЛОВ

Юрина У.В.*, Сидоров А.И., Подсвиров О.А.***

*Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, Санкт-Петербург, Россия, office@spbstu.ru
**Университет ИТМО, Санкт-Петербург, Россия, od@mail.ifmo.ru

Ранее было показано, что облучение электронами с энергией 5-50 кэВ стекол с ионами серебра и последующая термообработка приводят к формированию наночастиц серебра вблизи поверхности стекла [1, 2]. Целями настоящей работы были исследование возможности синтеза наночастиц натрия и калия в монокристаллах NaCl и KCl методом локального электронного облучения и сравнение полученных результатов с результатами, полученными при облучении кристаллов рентгеновским излучением. Облучение электронами проводилось на сканирующем электронном микроскопе JEBD-2 с энергией электронов E = 50 кэВ и дозах 10−100 мКл/см^2 при комнатной температуре. Рентгеновское облучение проводилось на длине волны λ=0.6136 Å ($Rh_{к\alpha}$) в течение 16 min при комнатной температуре. Доза облучения составляла 8 МДж/см^2.

В тонком приповерхностном слое при электронном облучении кристаллы изменили свою окраску в местах облучения, интенсивность которой увеличивалась с увеличением дозы облучения. Методами оптической спектроскопии показано, что облучение кристаллов NaCl и KCl электронами с энергией 50 кэВ приводит к формированию сферических наночастиц натрия и калия, обладающих плазмонными резонансами в видимой области спектра (450 и 550 нм). Наночастицы в кристалле устойчивы и сохраняют свои свойства как минимум несколько месяцев. Наночастицы натрия и калия образуются в результате полевой диффузии положительных ионов металла в отрицательно заряженную область вблизи поверхности стекла и восстановления ионов до нейтрального состояния термализованными электронами. В длинноволновой области спектра при этом возникают 2-3 полосы поглощения, связанные с интерференционными эффектами в тонком слое кристаллов, содержащем наночастицы металла. При облучении рентгеном изменение окраски наблюдается по всей толщине кристалла. На спектрах поглощения при этом появляются полосы поглощения (620 нм и 560 нм), характерные для радиационных дефектов типа F-центров. В течение 1-2 часов окраска кристаллов и полосы поглощения полностью исчезают. Это указывает на нестабильность данных дефектов. Таким образом, несмотря на то, что оба типа излучений являются ионизирующими, облучение приводит к разным результатам. Основной причиной этого является заряд приповерхностного слоя кристалла электронами, что приводит к существенному пространственному перераспределению положительных ионов металла и образованию металлических наночастиц. Полученные результаты могут быть использованы в устройствах нанофотоники и нелинейной оптики, а также при создании метаматериалов.

1. А.И. Игнатьев, А.В. Нащекин, В.М. Неведомский, О.А. Подсвиров, А.И. Сидоров, А.П. Соловьев, О.А. Усов, *ЖТФ*, **81**, №5, 75−80, (2011).
2. О.А. Подсвиров, А.И. Сидоров, В.А. Цехомский, А.В. Востоков, *ФТТ*, **52**, №9, 1776−1779, (2010).

DOI: 10.26201/ISSP.2019.45.557/Def.Mater.209

АВТОРСКИЙ УКАЗАТЕЛЬ