АПП-2021/ФШМ-2021
13-17 сентября 2021
г.Тольятти

Идентификация источников акустической эмиссии в полимерном композиционном материале в условиях циклического растяжения

Брянский А.А.*[1], Башков О.В.[1]

[1]Комсомольский-на-Амуре государственный университет, Комсомольск-на-Амуре, Россия

КОМСОМОЛЬСКИЙ-НА-АМУРЕ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

Аннотация

Работа посвящена выявлению типовых повреждений в образцах стеклопластика в условиях циклического нагружения. Решалась задача выбора информативных параметров сигналов АЭ, выступившими спектрами Фурье, для идентификации природы структурных повреждений и использованием метода кластеризации самоорганизующейся карты Кохонена (SOM). Также использован анализ пиковых частот и энергий уровней вейвлет-декомпозиции сигналов. Установлено, что по регистрации сигналов АЭ, идентифицированных как нарушение адгезии, можно выявить начало разрушения материала, а по охарактеризованному локальному образованию микроповреждений матрицы и излому волокон можно спрогнозировать разрушение ПКМ.

Введение

Сложная структура ПКМ при разрушении характеризуется образованием различных типов повреждений. В случае циклического нагружения сложно заранее оценить процессы разрушения. Многими исследователями установлена связь между параметрами амплитуды и частоты сигналов с повреждениями в материалах, от которых они произошли. Поэтому интерес представляет возможность использования частотного представления сигналов для исследования материалов. Поскольку заранее сложно установить связь зарегистрированной АЭ с произошедшими событиями в материале, актуально использование алгоритмов кластеризации, таких как SOM и k-средних. Кластеризация позволять получить группы данных на основе их схожести, и уже потом дать им характеристику. Цель исследования – идентификация повреждений, возникающих в структуре ПКМ в процессе циклического нагружения.

Автор для переписки

* - Брянский Антон Александрович, bryansky.aa@yandex.ru, +79241112157, Россия, 681013, Хабаровский край, г. Комсомольск-на-Амуре, проспект Ленина, 27

Методы и материалы

Объектом исследования выступили образцы стеклопластика, изготовленные методом вакуумной инфузии с использованием связующего DION 9300 FR и 46 слоев стеклоткани Т11-ГВС9. Механические испытания проводились циклическим растяжением с нагрузкой 300 Мпа. Регистрация АЭ проводилась на программно-аппаратном комплексе AE 2.1 Pro с использованием широкополосного датчика GT301. Схема обработки данных АЭ представлена на рис. 1. Для зарегистрированных сигналов АЭ рассчитывались спектры Фурье, которые подавались на вход SOM. Центроиды полученных кластеров объединялись по схожести алгоритмом k-средних. Анализ кривых накопления кластеров проводился по интенсивности накопления, превышающей 2 с $^{-1}$. При вейвлет-декомпозиции оценивались разброс значений пиковой частоты и её среднеквадратичное отклонение.

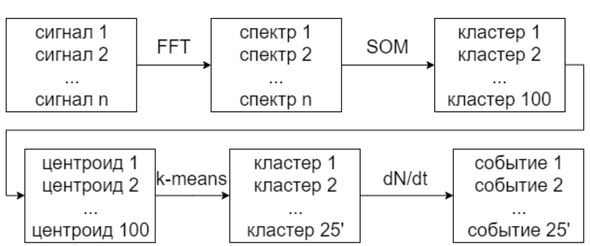


Рисунок 1. Схема обработки данных АЭ

Результаты и их обсуждение

В результате обработки сигналов АЭ по схеме, приведенной на рис. 1, было получено 18 кластеров. Соответствие кластеров конкретным типам повреждений, производилась по значениям пиковых частот. Характеристика кластеров приведена в таблице 1. В скобках указаны менее выраженные частоты

Таблица 1. Характеристика полученных кластеров

№	Частоты, кГц	Описание
1	35, 100, 380–400 (60, 80)	Совместное повреждение матрицы и волокон
2	370–400	Излом стекловолокон
3	35–400	Смешанное разрушение различных типов
4	35	Повреждения матрицы масштаба 1
5	170–260, 300, 360–400 (35–130)	Отклеивание, выскальзывание и излом волокон
6	300–310, 360–380 (240–250)	Отклеивание и излом волокон
7	30, 80 (60, 100)	Повреждения матрицы с преобладанием масштабов 1 и 2
8	30–60 (80–100)	Повреждение матрицы с преобладанием масштаба 1
9	100	Повреждения матрицы масштаба 3
10	60–80	Повреждение матрицы масштаба 2
11	100 (30–80)	Повреждение матрицы с преобладанием масштаба 3
12	60–80, 380 (30, 100)	Совместное повреждение матрицы масштаба 2 и волокон
13	200–240 (270–300, 360–400)	Образование расслоений, повреждение стекловолокон
14	170–180, 360–380	Выскальзывание и излом волокон
15	80	Повреждение матрицы масштаба 2
16	180 (30–130, 380)	Межслоевое повреждение матрицы (расслоения)
17	30, 80–130, 150	Критические повреждения матрицы
18	100, 360–380	Совместное повреждение матрицы масштаба 3 и волокон

АПП-2021/ФШМ-2021
13-17 сентября 2021
г.Тольятти

Идентификация источников акустической эмиссии в полимерном композиционном материале в условиях циклического растяжения

Брянский А.А.*[1], Башков О.В.[1]

[1]Комсомольский-на-Амуре государственный университет, Комсомольск-на-Амуре, Россия

КОМСОМОЛЬСКИЙ-НА-АМУРЕ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

Результаты и их обсуждение

Были получены следующие стадии процесса разрушения при анализе накопления кластеров:
Стадия I. Повреждения матрицы масштабом не больше 2. Незначительное повреждение волокон.
Стадия II. Образуются комбинированные повреждения матрицы с волокнами. Инициируется межслоевая трещина.
Стадия III. Образование комбинированных повреждений матрицы и волокон, рост межслоевой трещины в материале.
Стадия IV. Процесс образования комбинированных повреждений матрицы и волокон становится более однородным и сопровождается периодической регистрацией смешанных повреждений материала.
Стадия V. Масштаб повреждений матрицы при комбинированном образовании повреждений с волокнами возрастает. Образуются смешанные повреждения материала.

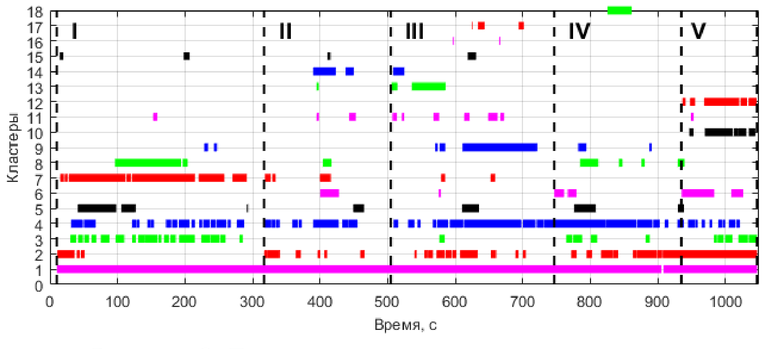


Рисунок 2. Превышение порога интенсивности накопления каждого типа кластеров в ходе испытания

При анализе данных вейвлет-декомпозиции получены следующие стадии образующихся повреждений:
1. Образование локальных микроповреждений матрицы. Нарушение адгезии волокон к связующему.
2. Глобальных характер повреждений матрицы, излом волокон.
3. Локальные повреждения матрицы с ростом их масштаба. Локальный излом волокон, хаотичное нарушения адгезии.
4. Активное глобальное отклеивание и скольжение волокон с их последующим изломом.
5. Глобальные критические повреждения материала и разрушение образца.

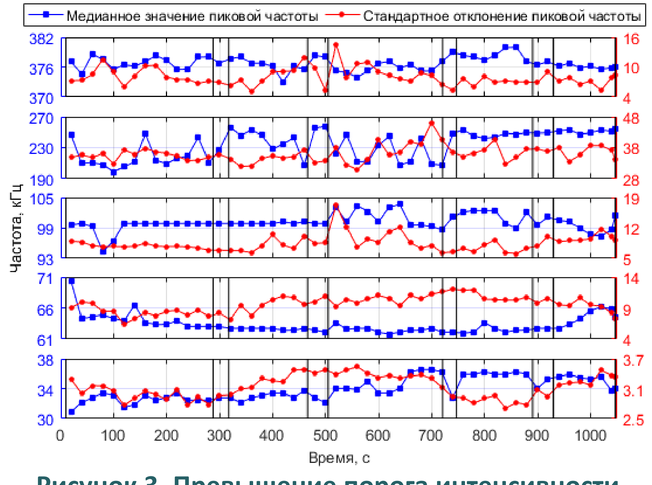


Рисунок 3. Превышение порога интенсивности накопления каждого типа кластеров в ходе испытания

Процесс накопления повреждений при статическом и циклическом растяжении имеет схожую природу и последовательность. Выделение стадии I (микроскопическое разрушение материала) позволило зарегистрировать не только потерю несущей способности материала, но и предшествующие данному состоянию процессы. Информация о статическом распределении параметров вейвлет-декомпозиции может быть использована для оценки масштаба повреждений и их распределения в объёме материала. Несмотря на полученный результат, требуются апробация методов при исследования других типов ПКМ.

Заключение

Выполнена идентификация типов повреждений, и выявлены стадии разрушения в образцах ПКМ при циклическом испытании.
Процесс разрушения ПКМ начинается с микроповреждений матрицы.
Локальное образование микроповреждений матрицы позволяет установить начало разрушения материала, а повреждения по типу нарушения адгезии характеризуют начало процесса потери несущей способности ПКМ.
Исследование выполнено при финансовой поддержке Российского научного фонда, проект № 21-19-00896.

Автор для переписки

* - Брянский Антон Александрович, Bryansky.aa@yandex.ru, +79241112157, Россия, 681013, Хабаровский край, г. Комсомольск-на-Амуре, проспект Ленина, 27

Библиографический список

1. Gutkin R., Green C.J., Vangrattanachai S., Pinho S.T., Robinson P., Curtis P.T. On acoustic emission for failure investigation in CFRP: Pattern recognition and peak frequency analyses // Mechanical systems and signal processing. 2011. Vol. 25. № 4. P. 1393–1407.
2. Sause M.G.R. On use of signal features for acoustic emission source identification in fibre-reinforced composites // Journal of Acoustic Emission. 2018. Vol. 35. P. 1–12.
3. Ech-Choudany Y., Assarar M., Scida D., Morain-Nicolier F., Bellach B. Unsupervised clustering for building a learning database of acoustic emission signals to identify damage mechanisms in unidirectional laminates // Applied Acoustics. 2017. Vol. 123. P. 123–132.

АПП-2021/ФШМ-2021
13-17 сентября 2021
г.Тольятти

Влияние интенсивной пластической деформации на чистый цинк

Поленок М.В.*, Хафизова Э.Д., Исламгалиев Р.К.
[1]ФГБОУ ВО «Уфимский государственный авиационный технический университет»

УГАТУ

Аннотация

Известно, что новыми и весьма перспективными биодеградируемыми материалами для изготовления медицинских имплантатов являются сплавы на основе цинка из-за идеальной скорости коррозии в организме. Вместе с тем чистый цинк имеет невысокие механические свойства, включая твердость и предел прочности. Поэтому в настоящее время ведутся активные поиски методов повышения прочностных свойств чистого цинка, в частности путем легирования. Другим известным подходом является формирование ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры методами интенсивной пластической деформации (ИПД), в основе которых лежит применение больших пластических деформаций в условиях повышенных давлений и относительно низких гомологических температур.

В настоящей работе проведена интенсивная пластическая деформация кручением (ИПДК) на образцах чистого цинка с различным количеством оборотов. Исследована зависимость микротвердости от степени деформации.

Установлено, что с увеличением степени деформации значение микротвердости в чистом цинке снижается, предположительно из-за низкой температуры начала рекристаллизации и преобразования двойниковых границ в произвольные в процессе деформационной обработки.

Методы и материалы

В качестве материала для исследования был выбран чистый цинк.

- Химический состав, полученный на рентгеновском флуоресцентный спектрометр ARL Optim'X, представлен в таблице 1.

Таблица 1. Химический состав исследуемого сплава

Zn	Mn	остальное
99,30	0,318	0,382

Методы интенсивной пластической деформации сплава

- ИПДК проводили на установке под приложенным давлением 2 Гпа при комнатной температуре. Число оборотов подвижного бойка равнялось 0, 1, 2, 10.

Метод исследования прочностных свойств

- Механические испытания на статическое растяжение проводили на малых образцах с базой с 4 мм и скоростью деформации 10^{-3} $с^{-1}$ на сервогидравлической измерительной системе для проведения статических и динамических испытаний Instron 8801.



- Микротвердость определяли, согласно ГОСТ 9450 - 60, по методу Виккерса на приборе Buehler «Micromet 5101» при нагрузке 0,1 кг и длительности выдержки под нагрузкой 10 секунд. За микротвердость сплава принималась величина, усредненная по 20 точкам измерения.

Метод исследования макроструктуры и фрактографий

- Качественный и количественный анализ микроструктуры исходного крупнозернистого сплава проводили с помощью оптического микроскопа OLYMPUS.
- Для изучения поверхности рельефа разрушенных образцов, а также для дополнительного изучения структуры применяли растровый электронный микроскоп JSM-6390 с ускоряющим напряжением 30 кВ.

Библиографический список

1. Mostaed E., Sikora-Jasinska M., Mostaed A., Loffredo S. , Demir A.G., Previtali B., Mantovani D, Beanland R., Vedani M., Novel Zn-based alloys for biodegradable stent applications: design, development and in vitro degradation// J. Mech. Behav. Biomed. 2016. Vol.60.P.581–602
2. Li G., Yang H., Zhen Y., Chen X.-H. , Yang J.-A., Zhu D., Ruan L., Takashima K.. Challenges in the use of zinc and its alloys as biodegradable metals: Perspective from biomechanical compatibility// Acta Biomaterialia. 2019.Vol. 97.P 23–45
3. Валиев, Р.З. Объемные наноструктурные материалы: фундаментальные основы и применения / Р.З. Валиев, А.П.Жиляев, Т.ЖД. Лэнгдон. – Санкт-Петербург: эко-Вектор, 2017. – 479 с.

Результаты и их обсуждение

Таблица 2. Механические свойства чистого цинка после деформации.

образцы	Микротвердость	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Отн. удлинение, %
исходный	39 HV	38,43	77,90	22,5
Осадка	41 HV	38,5	113,92	40
ИПДК 1 об.	37,2 HV	43,71	134,69	53
ИПДК 2 об.	38,2 HV	37,27	138,85	32
ИПДК 10 об.	34 HV	25,16	135,25	95

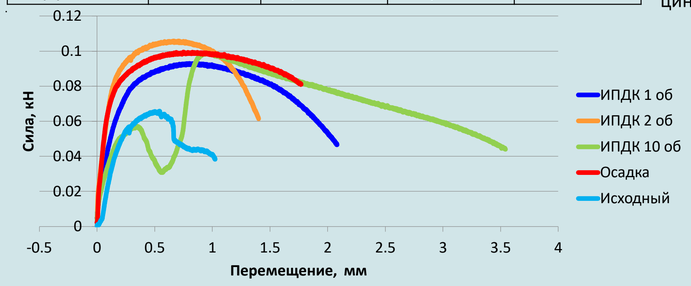


Рис. 1. Кривые растяжения цинка после деформаций

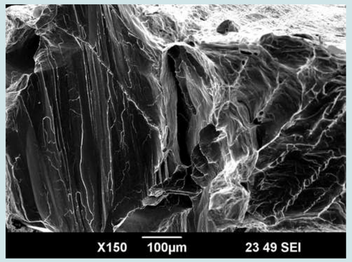


Рис. 2. Излом образца на растяжение . цинка без деформаций.

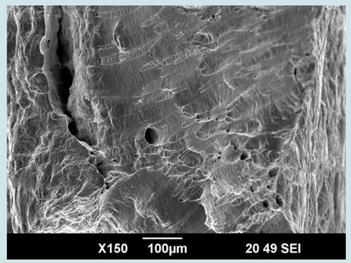


Рис. 3. Излом образца на растяжение цинка после осадки.

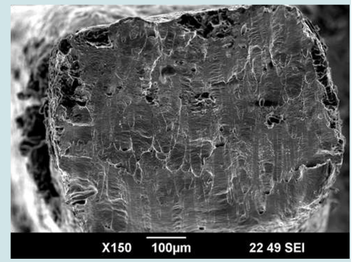


Рис. 4. Излом образца на растяжение цинка после ИПДК в два оборота.

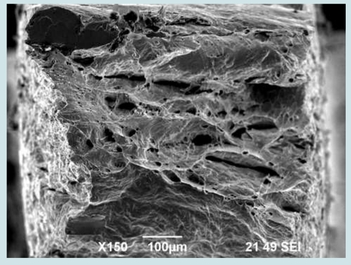


Рис. 5. Излом образца на растяжение цинка после ИПДК в два оборота.

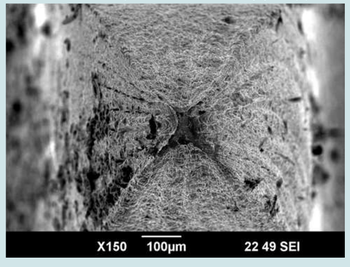


Рис. 6. Излом образца на растяжение цинка после ИПДК в 10 оборотов.

Заключение

1. Чистый цинк после деформации осадкой показал наилучшие значения микротвердости по сравнению с другими методами. Микротвердость образцов после ИПДК снижается до 34 HV, при этом предел прочности образцов увеличивается на 36,02 - 57,35 МПа. Наибольшая пластичность получена на образцах после ИПДК 10 оборотов и равна 95%.
2. Фрактографический анализ показал, что всем образцам характерно вязкое разрушение, что говорит о пластичности материала.
3. Снижение микротвердости в чистом цинке при обработке методом ИПДК может быть связано с низкой температурой начала рекристаллизации и преобразованием исходных двойниковых границ при деформации в произвольные границы.

Результаты данной работы могут быть использованы в дальнейшем для развития фундаментальных основ и опытных технологий получения принципиально новых материалов .

Автор для переписки

* - Поленок Милена Владиславовна, e-mail: renaweiwei.179@mail.ru ; тел. 89323231403; г. Уфа, ул. Максима-Рыльского, дом 6/1, квартира 1

АПП-2021/ФШМ-2021
13-17 сентября 2021
г.Тольятти

Влияние наноструктурирующей фрикционной обработки на микромеханические и коррозионные свойства стабильной аустенитной хромоникелевой стали

Скорынина П.А.*[1], Макаров А.В.[1,2], Березовская В.В.[3], Меркушкин Е.А.[3]
[1]ИМАШ УрО РАН, [2]ИФМ УрО РАН, [3]УрФУ имени первого Президента России Б.Н. Ельцина

Аннотация

Хромоникелевые аустенитные стали являются востребованными конструкционными материалами, поскольку к их основным преимуществам относится высокая технологичность и стойкостью к коррозионному износу, в том числе и при воздействии различных агрессивных сред. В то же время для аустенитных сталей характерны низкие характеристики прочности и износостойкости, которые не улучшаются при термической обработке. Устранение основных недостатков аустенитных сталей, при одновременном сохранении антикоррозионных свойств, позволит значительно расширить область их применения. Появится возможность использования аустенитных Cr-Ni сталей в производстве изделий, работающих не только в коррозионных, но и в абразивных средах, а также в условиях трения и высоких механических нагрузок. Поэтому актуальным направлением исследований является поиск возможностей повышения прочностных характеристик стабильной аустенитной хромоникелевой стали при сохранении высокой стойкости к коррозионному разрушению. **Цель настоящей работы** – исследование влияния наноструктурирующей фрикционной обработки на микромеханические и коррозионные свойства стабильной аустенитной стали 03Х16Н14М3Т.

Методы и материалы

Таблица 1. Химический состав стали 03Х16Н14М3Т, мас. %

C	Cr	Ni	Ti	Mn	Si	Mo	Co	Nb	Cu	P	S	V
0,03	15,69	14,17	1,17	0,25	0,64	2,67	0,027	0,004	0,108	0,030	0,008	0,043

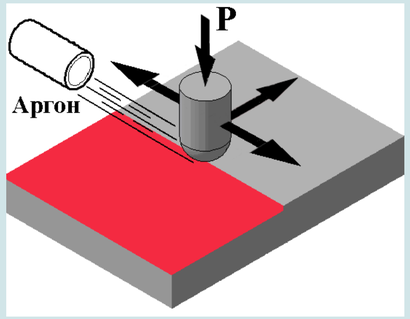


Рис 1. Схема фрикционной обработки

Материал индентора: синтетический алмаз;
Форма индентора: полусферический индентор с радиусом полусферы 3мм;
Технологическая среда: аргон;
Нагрузка на индентор: 294 Н;
Смещение индентора на каждый двойной ход: 0,1 мм;
Количество сканирований индентором: n=1.

Испытания на общую коррозию проводили гравиметрическим методом в растворе 20% NaCl + 30% HCl (1:1), обеспечивающем активное коррозионное разрушение исследуемого материала, согласно ГОСТ Р 9.905-2007. Общая продолжительность испытаний составила 2 часа. Скорость коррозии k_m определяли по формуле: $k_m=\Delta m/S\cdot\tau$, г/см²·ч, где Δm – потери массы образца, г; S – площадь поверхности образца, см²; τ – время выдержки в коррозионной среде, ч.

Результаты и их обсуждение

В результате проведения фрикционной обработки микротвердость на поверхности стали 03Х16Н14М3Т возрастает от 270 (в закаленном состоянии) до 570 HV 0.025. При этом рентгеновский фазовый анализ показал, что объемная доля мартенсита деформации в деформированном поверхностном слое исследуемой стали не превышает 2 об.%. Достигнутый уровень микротвердости объясняется тем, что в процессе деформации при активизации дислокационного, субструктурного и зернограничного механизмов упрочнения γ-фаза претерпевает трансформацию от исходного крупнокристаллического до субмикро/нанокристаллического строения.

По данным инструментального микроиндентирования установлено, что поверхность исследуемой стали после фрикционной обработки характеризуется повышенными характеристиками прочности и сопротивления упруго-пластическому деформированию (см. таблицу 2).

Таблица 2. Результаты инструментального микроиндентирования

Обработка	НМ, ГПа	$H_П$, ГПа	E^*, ГПа	R, %	$H_П/E^*$	$H^3_П/E^{*2}$, ГПа
Закалка (электрополирование)	2,9	3,4	206	9,7	0,016	0,001
Фрикционная обработка	4,4	5,8	187	15,3	0,031	0,005

Обозначения: *НМ* – твердость по Мартенсу; H_{IT} – твердость вдавливания при максимальной нагрузке; E^* – контактный модуль упругости; $R=(h_{max}-h_p)/h_{max}\times100\%$ – упругое восстановление.

Приведенные на рис. 2 гистограммы свидетельствуют о том, что у аустенитной стали 03Х16Н14М3Т с электрополированной поверхностью и с поверхностью, подвернутой фрикционной обработке, наблюдаются близкие значения скорости коррозии. Сталь в шлифованном состоянии характеризуется в 2 раза большей скоростью коррозии.

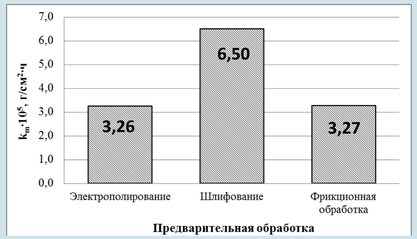


Рис. 2. Зависимость скорости коррозии k_m от вида предварительной обработки стали 03Х16Н14М3Т

Установленная максимальная скорость коррозии стали в шлифованном состоянии (см. рис. 2), очевидно, связана с выявленными особенностями топографии шлифованной поверхности – с наличием на ней дефектов сплошности (вырывов, трещин) (см. рис. 3 а), вызывающих максимальный уровень параметра шероховатости *Rt*=35,15 мкм.

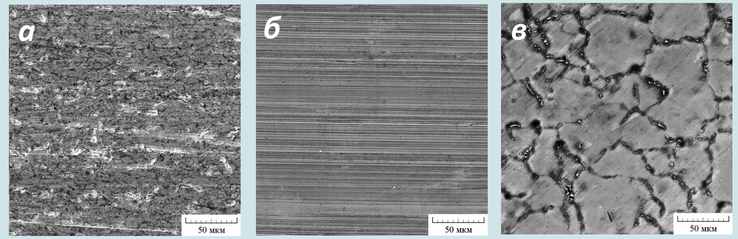


Рис. 3. Изображения поверхности образцов из стали 03Х16Н14М3Т после шлифования (а), фрикционной обработки (б) и электрополирования (в)

Обладающие минимальной скоростью коррозии поверхности, сформированные фрикционной обработкой и электрополированием (см. рис. 2), характеризуются существенно меньшими уровнями параметра шероховатости *Rt*=3,30-5,85 мкм и отсутствием трещин и вырывов (см. рис. 3 б, 3 в). Следовательно, основное влияние на коррозионную стойкость рассматриваемой аустенитной стали оказывает качество поверхности (шероховатость, наличие или отсутствие дефектов). Важно также отметить, что сильное диспергирование аустенитной структуры закаленной стали 03Х16Н14М3Т при фрикционной обработке, вопреки классической теории коррозии, не приводит к снижению ее коррозионной стойкости (см. рис. 2).

Заключение

Показано, что фрикционная обработка приводит к повышению в 1,5-2,1 раза микротвердости и других прочностных характеристик аустенитной стали 03Х16Н14М3Т. По данным инструментального микроиндентирования, установлена повышенная способность упрочненного фрикционной обработкой слоя аустенитной стали деформироваться в упругой области, а также сопротивляться деформированию и после начала пластического течения материала.

Установлено, что максимальной скоростью коррозии сталь 03Х16Н14М3Т обладает в шлифованном состоянии. Это обусловлено наличием на шлифованной поверхности микротрещин и вырывов металла, что вызывает резкий рост максимальной высоты профиля Rt. Отсутствие дефектов сплошности и уменьшение в 6-10 раз параметра шероховатости Rt на поверхностях после электролитического полирования и фрикционной обработки обеспечивают существенное меньшие близкие величины скорости коррозии стали. Это свидетельствует об определяющей роли качества поверхности в сопротивлении коррозионному разрушению стабильной аустенитной стали.

Автор для переписки: * - Скорынина Полина Андреевна, polina.skorynina@mail.ru

АПП-2021/ФШМ-2021
13-17 сентября 2021
г.Тольятти

МОДИФИЦИРОВАНИЕ ЧАСТИЦАМИ TiN ОКСИДНЫХ СЛОЕВ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ПЛАЗМЕННО-ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКОГО ОКСИДИРОВАНИЯ НА СИЛУМИНАХ

Боргардт Е.Д.*, Черетаева А.О., Полунин А.В., Криштал М.М.
Тольяттинский государственный университет, г. Тольятти

Аннотация

Алюминиево-кремниевые сплавы (силумины) являются одними из наиболее важных конструкционных материалов и составляют до 90% всей производимой в мире алюминиевой литейной продукции [1,2]. Однако их применение в ряде приложений ограничено в связи с недостаточными поверхностными износостойкостью и коррозионной стойкостью. Для достижения комплекса требуемых характеристик рабочих поверхностей необходимо применение методов инженерии поверхности [3], среди которых выгодно выделяется метод плазменно-электролитического оксидирования (ПЭО). ПЭО позволяет создать поверхностный оксидный керамический слой с высокими защитными свойствами. Однако кремний силуминов негативно влияет на свойства оксидных слоев [4]. Преодолеть этот недостаток можно путем добавления в электролит нерастворимых наночастиц различных веществ. В частности, перспективным представляется модифицирование оксидного слоя нитридом титана TiN. Цель работы – выявить влияние различных концентраций и размеров частиц TiN, добавляемых в электролит, на твердость, износостойкость и коррозионную стойкость оксидных слоев, полученных методом ПЭО на силуминах АК9М2 и АК12оч.

Методы и материалы

Оксидные слои получали на силуминах АК9М2 и АК12оч после предварительной термообработки по Т6(8) [4]. Частицы n-TiN (средняя дисперсность (APS) ≈400 нм) и m-TiN (APS ≈2,5 мкм) добавляли в щелочно-фосфатно-силикатный электролит в концентрациях 0–2,5 г/л. ПЭО проводили при частоте и плотности тока 500 Гц и 33±1 А/дм^2. Износостойкость оценивали по ASTM G133-99 (Type A). Коррозионную стойкость в растворе 3,5 масс. % NaCl оценивали методами импедансной спектроскопии и потенциодинамической поляризации. Также измеряли толщину оксидных слоев и твердость по Виккерсу (HV0.1).

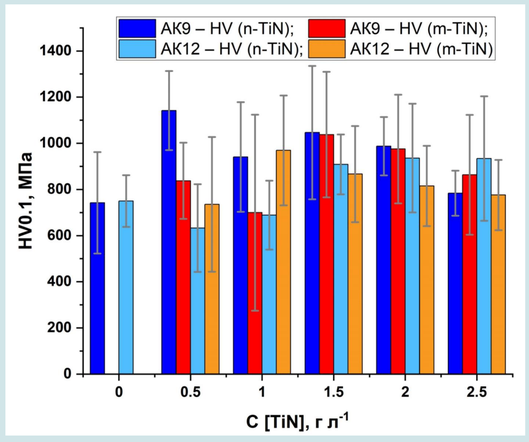
Автор для переписки
* Боргардт Евгений Дмитриевич, м.н.с., euborg13@gmail.com

Результаты и обсуждение

<u>При добавлении TiN:</u>

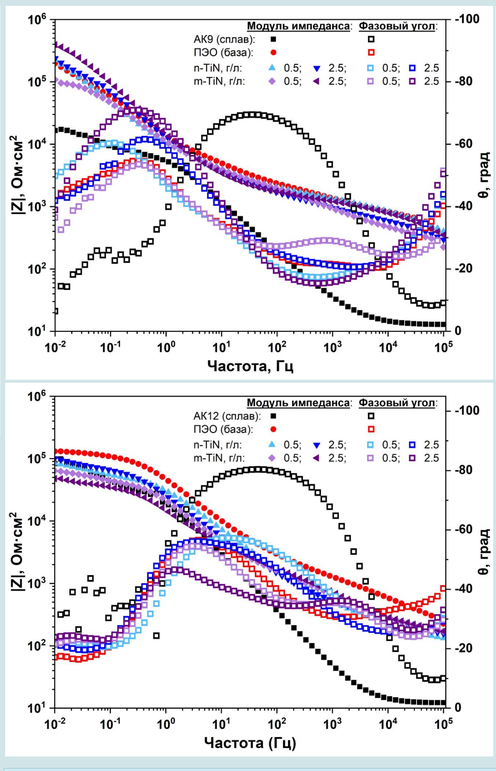
• Выявлено повышение производительности формирования оксидного слоя на 50-100%.

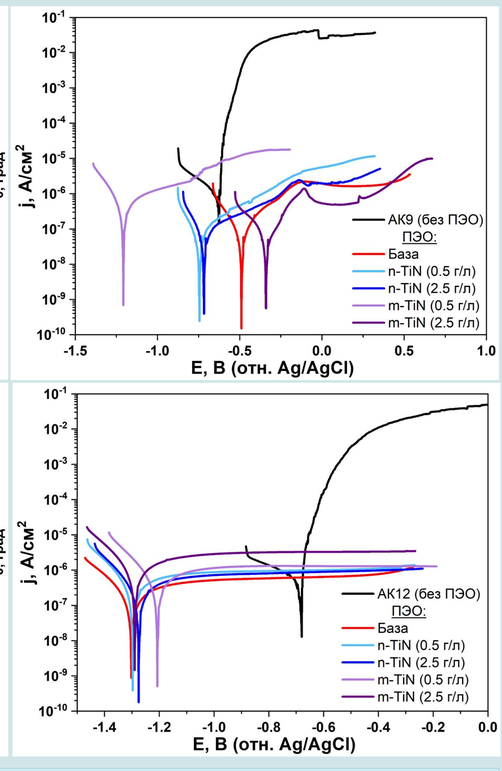
•Увеличение средней твердости HV0.1 (МПа): на 32% для n-TiN (0,5 г/л) и 13% для m-TiN (2,5 г/л) и снижение износа W (нг/(н*м) на 52% для n-TiN (0,5 г/л) и 32% для m-TiN (2,5 г/л).



• Для АК9М2 добавка n-TiN (0,5 г/л) привела к снижению плотности тока коррозии i_{corr} на 30%. Для остальных частиц такого эффекта не выявлено.

• Введение обоих размеров частиц во всех концентрациях привело к снижению модуля импеданса $|Z|_{f=0,01\ Гц}$.





Добавка TiN положительно повлияла на механические свойства оксидных слоев и их скорость роста, но слабо или отрицательно повлияла на коррозионную стойкость.

Благодарности
Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда (проект № 21-19-00656).

Библиографический список

1. Roger N. Lumley. Fundamentals of Aluminium Metallurgy. Woodhead Publishing, Elsevier. 2018. 592 p.
2. M. Glazoff, A.Khvan, V. Zolotorevsky, N. Belov, A. Dinsdale. Casting Aluminum Alloys // Butterworth-Heinemann, Elsevier Ltd. 2018. 562 p.
3. Инженерия поверхности деталей / ред. Суслов А.Г. Москва: Машиностроение, 2008. 320 p.
4. Krishtal, M.M. Effect of Structure of Aluminum-Silicon Alloys on the Process of Formation and Characteristics of Oxide Layer in Microarc Oxidizing // Metal Science and Heat Treatment. 2004. v. 46. P. 377–384 (2004).

АПП-2021/ФШМ-2021
13-17 сентября 2021
г.Тольятти

СХЕМА РЕГИСТРАЦИИ АКУСТИЧЕСКОЙ ЭМИССИИ ПРИ ПЛАЗМЕННО-ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКОМ ОКСИДИРОВАНИИ

Полунин А.В.*, Растегаев И.А., Мерсон Д.Л., Криштал М.М.
Тольяттинский государственный университет, Тольятти, Россия

ТОЛЬЯТТИНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

Аннотация

Одним из перспективных методов контроля режима плазменно-электролитического оксидирования (ПЭО) [1] представляется метод акустической эмиссии (АЭ), т.к. в процессе оксидирования образуемый слой имеет неравномерное напряженное состояние и во время пробоя нагружается давлением и температурой. В результате чего источниками АЭ при ПЭО являются локальные и быстропротекающие физико-химические явления, а, именно: электрический пробой, формирование парогазовых пузырьков, термические деформации, трещинообразование, фазовые переходы. Непосредственно АЭ диагностике ПЭО сегодня посвящено весьма ограниченное количество работ [2,3] в которых экспериментально удалось показать связь характера АЭ с электрическим режимом ПЭО лишь в общих чертах. Последнее мы связываем со сложностью реализации метода АЭ, так как при ПЭО между образцом и электродом через электролит протекает высокое напряжение и ток. Поэтому в работе [2] АЭ регистрируется с емкости, т.е. сигналы, прошедшие через электролит, емкость и изолятор, а в работе [3] акустические измерения проводятся микрофоном. Однако понятно, что минимальные искажения и максимальная чувствительность метода может быть обеспечена только при беспороговой широкополосной регистрации АЭ непосредственно с образца. Но без специальной схемы такие измерения гарантированно приведут к повреждению дорогостоящей АЭ аппаратуры. Разработка специальной измерительной схемы была целью настоящей работы.

Описание предложенной схемы

В результате анализа нескольких вариантов была выбрана схема регистрации АЭ с тремя защитными барьерами, суть которой состоит в следующем (рисунок 1). Как известно, наиболее дорогостоящим элементом АЭ аппаратуры является плата аналого-цифрового преобразования (АЦП) интегрируемая в блок обработки информации (БОИ). Поэтому указанные барьеры прежде всего должны обеспечить сохранность АЦП БОИ. В качестве первого защитного барьера использован диэлектрический слой (ДС) между преобразователем АЭ (ПАЭ) и образцом (О). Сам образец удлиняется так, чтобы ПАЭ был вне электролита. Вторым барьером выступает согласующее устройство (СУ), устанавливаемое сразу на выходе преобразователя АЭ. В задачу применения СУ также входит минимизирование потерь при передаче сигнала внешнему предварительному усилителю (ПУ), находящемуся в безопасной зоне. Третьим барьером является внешний двухкаскадный ПУ с регулируемым коэффициентом усиления (ky). Таким образом видно, что основной упор в защите сделан на ДС. В случае его пробоя перегорает недорогое по исполнению СУ. Однако поскольку он располагается практически у ПАЭ в пределах ванны-электрода, то есть вероятность пробоя его выходящего кабеля. В этом случае и в случае, если пробой пройдет через СУ, выгорает один (максимум два) каскада внешнего ПУ. Электропитание промежуточных устройств (СУ и ПУ) низковольтное и осуществляется от внешних аккумуляторов. Первые результаты апробации показали работоспособность данной схемы измерений с возможностью усиления акустических сигналов без повышения уровня электрических наводок, которые неизменно сопровождают измерения при ПЭО и которые превалировали над уровнем АЭ сигналов в других схемах измерений. При использовании широкополосных средств регистрации АЭ данная схема обеспечивает и возможность исследования спектральных характеристик сигналов.

Методы и результаты лабораторной апробации предложенной схемы

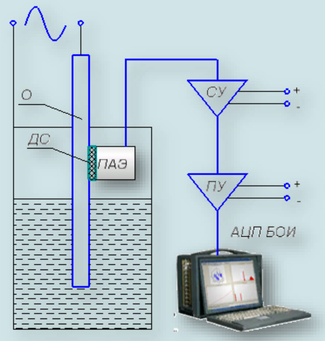


Рисунок 1 – Схема регистрации АЭ при ПЭО

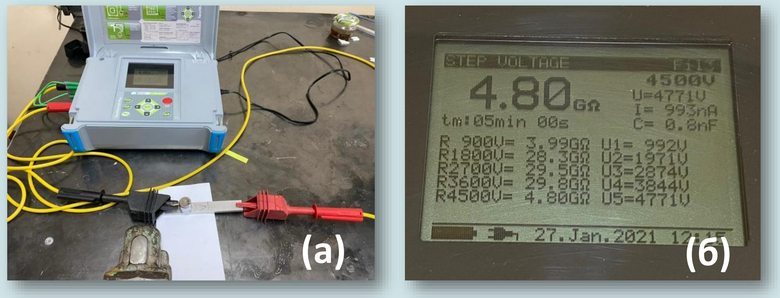


Рисунок 2 – Общий вид схемы измерения (а) и результат (б) оценки максимального пробивного напряжения диэлектрического эпоксидного слоя «ЭДП» ТУ2385-024-75678843-2010 мегомметром «METREL MI 3201 TeraOhm 5kV Plus»

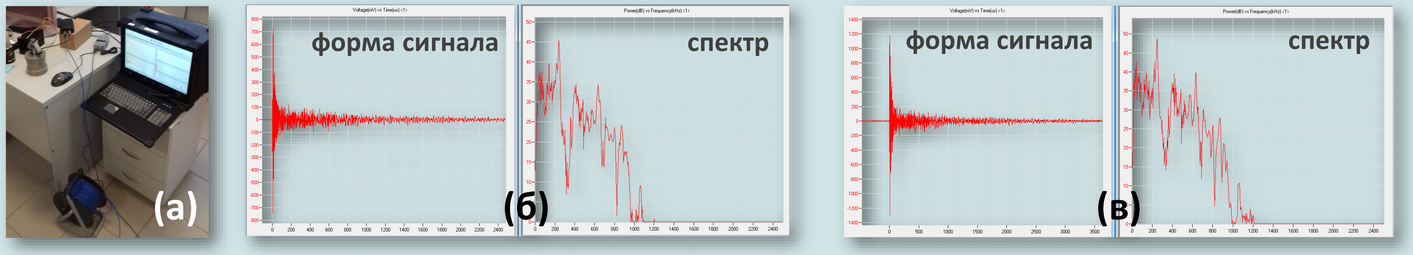


Рисунок 3 – Общий вид схемы измерения (а), отклик АЭ системы «PAC PCI-2» при калиброванном воздействии на ПАЭ «П111-(0,02-0,3)» имитатором «MSAE-UCA01» [4] до (б) и после (в) подключения согласующего устройства

Автор для переписки

* - Полунин Антон Викторович, E-mail: Anpol86@gmail.com

Благодарности

Работа выполняется при поддержке Российского научного фонда (проект № 20-79-10262).

Библиографический список

1. Плазменно-электролитическое модифицирование поверхности металлов и сплавов. Том II. –М.:Техносфера, 2011. –512с.
2. NDT&E International 37 (2004) 213-219
3. Электротехнические и информационные комплексы и системы 14(3) (2018) 60-65
4. Journal of Acoustic Emission 27 (2009) 212-223

АПП-2021/ФШМ-2021
13-17 сентября 2021
г.Тольятти

ОСОБЕННОСТИ АКУСТИЧЕСКОЙ ЭМИССИИ ПРИ ПЛАЗМЕННО-ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКОМ ОКСИДИРОВАНИИ АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА

Полунин А.В.*, Растегаев И.А., Криштал М.М.
Тольяттинский государственный университет, Тольятти, Россия

ТОЛЬЯТТИНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

Аннотация

Многими авторами показано [1–4], что для разработки технологии получения качественных оксидных слоев на изделиях сложной формы из сплавов вентильных металлов (алюминиевых, магниевых, титановых и др.) плазменно-электролитическим оксидированием (ПЭО) необходимы методы, позволяющие обнаруживать отклонения в формировании оксидных слоев на структурном уровне. Одним из перспективных методов контроля режима ПЭО может быть метод акустической эмиссии (АЭ), позволяющий осуществлять высоко детализированный мониторинг процесса ПЭО, что особенно важно для деталей корпусного типа (блоки цилиндров, корпуса компрессоров кондиционеров и др.), у которых за один установ происходит обработка нескольких рабочих поверхностей. Однако непосредственно АЭ диагностике ПЭО сегодня посвящено весьма ограниченное количество работ [1, 2], в которых экспериментально удалось показать первичную корреляцию характера АЭ с электрическим режимом ПЭО. На данный момент отсутствует понимание характера и особенностей АЭ на основных стадиях формирования оксидного слоя при ПЭО на различных сплавах. Целью работы являлось исследование особенности АЭ при ПЭО деформируемого алюминиевого сплава (на примере АМг6) для оценки возможности создания средства мониторинга и диагностического контроля и, в перспективе, управления in situ режимом формирования оксидных слоев на изделиях сложной формы методом ПЭО.

Методы и материалы

Из теории АЭ известно, что регистрируемый сигнал имеет минимальные искажения только вблизи его источника. Поэтому регистрацию АЭ при ПЭО проводили непосредственно с образца с использованием специально разработанной измерительной схемы, особенности которой также обсуждаются в рамках настоящей конференции и являются предметом отдельного доклада. Отметим, что АЭ с образца регистрировалась полосовым пьезопреобразователем П111-(0,02-0,3) (г. Ростов-на-Дону) с предварительным усилителем MSAE-FA010 (г. Саров), которая оцифровывалась и записывалась платой аналого-цифрового преобразования (АЦП) Advantech PCI-1714 (Тайвань).

Образцы выполняли в форме полос размерами (200x20x6) мм^3 из алюминиевого сплава АМг6, являющегося одним из основных конструкционных сплавов в вагоностроении, кораблестроении, машиностроении и др.

ПЭО проводили на переменном токе (АС) от лабораторного источника питания с длительностью процесса от 60 до 180 минут при плотностях тока от 6 до 18 А/дм^2 и соотношениях катодного и анодного действующих токов полупериодов (negative-to-positive pulse ratio, C/A ratio) 0,7–1,3. При ПЭО устанавливали частоту тока и коэффициент заполнения 500 Гц и 65% соответственно, а в качестве электролита использовали раствор на основе дистиллированной воды с добавлением КОН (3 г/л), пирофосфата натрия $Na_4P_2O_7x10H_2O$ (8 г/л) и метасиликата натрия $Na_2SiO_3x5H_2O$ (12 г/л) при постоянной температуре 285±3 К.

Результаты и их обсуждение

Результаты анализа полученной АЭ сопровождающей обозначенные режимы ПЭО показали, что по АЭ возможно распознать основные стадии формирования покрытия, выделенные видеосъёмкой в работе [3] (рис. 1,б-д) и по изменению кривой напряжения за цикл воздействия в работах [3, 4], а именно: (i) начала и развития анодного «искрения» (АИ); (ii) ПЭО с преимущественно анодными микродуговыми разрядами (АПЭО); (iii) ПЭО переходного (смешанного) режима с возникновением микродуговых разрядов в анодном и катодном полупериодах (АКПЭО) и (iv) ПЭО, преимущественно, с катодной полярностью («мягкое искрение») с образованием локальных дуговых разрядов. Обозначенные в работах [3–5] признаки стадий ПЭО наблюдались в наших экспериментах и фиксировались как временные метки начала и конца соответствующих этапов оксидирования. Установлено, что каждому этапу ПЭО соответствует АЭ характерного вида (рис. 1). Этап (i) характеризуется сигналами АЭ непрерывного вида (рис. 1б). На этапе (ii) на сигналы непрерывного вида накладывается импульсная АЭ (рис. 1в). На этапе (iii) присутствует только импульсная АЭ низкой амплитуды (рис. 1г), энергия и частота следования которой к этапу (iv) заметно уменьшается (рис. 1д). Данные изменения находят соответствующее отражение и в спектральной области. Таким образом, полученные результаты показывают возможность использования метода АЭ для мониторинга и контроля режима ПЭО с целью управляемого перехода на оптимальный режим ПЭО и его поддержания, либо своевременной остановке ПЭО без перехода в область разрушающих дуговых разрядов.

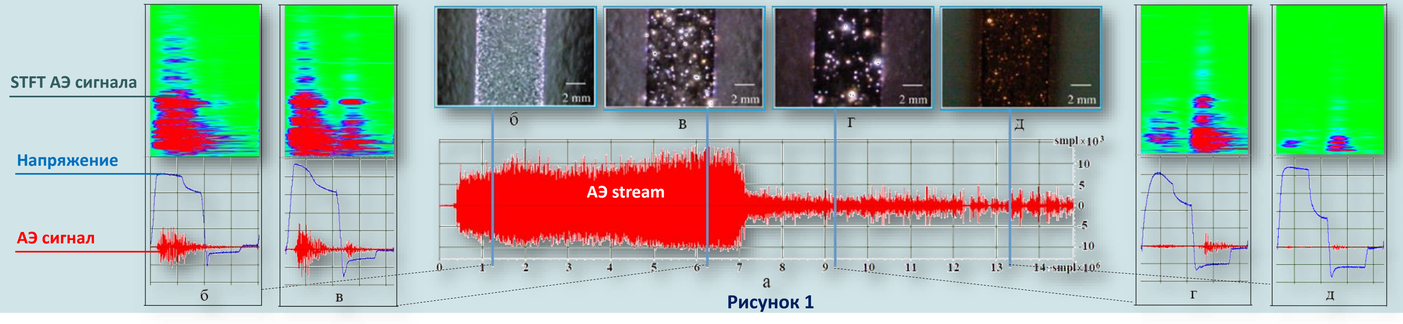


Рисунок 1

Автор для переписки

* - Полунин Антон Викторович, E-mail: Anpol86@gmail.com

Благодарности

Работа выполняется при поддержке Российского научного фонда (проект № 20-79-10262).

Библиографический список

1. NDT&E International 37 (2004) 213-219
2. Электротехнические и информационные комплексы и системы, 2018. Т.14. № 3. С. 60-65.
3. International Materials Reviews 64(3) (2019) 127-162
4. Плазменно-электролитическое модифицирование поверхности металлов и сплавов. ТомII. –М.:Техносфера, 2011. –512с.
5. Surface and Coatings Technology 122 (1999) 73–93

ХИМИЧЕСКАЯ СТАДИЙНОСТЬ ОБРАЗОВАНИЯ НИТРИДА АЛЮМИНИЯ ПО АЗИДНОЙ ТЕХНОЛОГИИ СВС

А.В. Шоломова*, Ю.В. Титова, А.П. Амосов
Самарский государственный технический университет, Россия, Самара, ул. Молодогвардейская 244
*sholomovaav@gmail.com

В настоящее время субмикронный порошок нитрида алюминия привлекает большое внимание из-за возможности применения его для получения новых перспективных материалов: в качестве основы при спекании керамики AlN, обладающей уникальным комплексом свойств (превосходной теплопроводностью при низкой электропроводности, высокими показателями стойкости к действию расплавов металлов и солей, коррозионной стойкости и механической прочности), а также в качестве армирующего материала в легких алюмоматричных композитах Al-AlN, обладающих повышенной жаропрочностью.

Целью данной работы является исследование физико-химических особенностей горения смеси «$(NH_4)_3AlF_6$ + $6NaN_3$ + 20Al» при получении AlN методом азидного СВС.

Уравнение химической реакции получения AlN:

$$(NH_4)_3AlF_6 + 6NaN_3 + 20Al = 21AlN + 6NaF + 6H_2$$

Типичная волна горения в азидном СВС состоит из двух фронтов: первого низкотемпературного, обусловленного реакцией между азидом натрия и галоидной солью, и второго высокотемпературного, обусловленного реакцией азотирования. Для исследования закономерностей взаимодействия исходных реагентов и химической стадийности образования продуктов реакции, проводились эксперименты по закалке продуктов реакции первого фронта путем резкого сброса давления из реактора, после чего продукты горения подвергались рентгенофазовому анализу. Результаты рентгенофазового анализа подтвердили наличие галогенидов натрия и отсутствие нитрида алюминия. Исходя из этих результатов и используя известные данные по химии образования соединения AlN и его химическим свойствам, можно сформулировать следующий механизм образования целевого продукта AlN:

Сначала при нагревании гексафторалюминат аммония разлагается на трифторид алюминия с фторидом аммония:

$(NH_4)_3AlF_6 \rightarrow AlF_3 + 3NH_4F$. (температура разложения 126 °C),

$2NH_4F \rightarrow NH_4(HF_2) + NH_3\uparrow$. (температура разложения 167 °C),

Затем гидрофторид аммония разлагается при температуре выше 238 °C:

$$NH_4(HF_2) \rightarrow NH_3\uparrow + 2HF\uparrow,$$

При температуре 440 °C происходит разложение азида натрия:

$$6NaN_3 \rightarrow 3Na + 9N^+,$$

Очень бурно протекает реакция металлического натрия с фтороводородом в результате которой образуется фторид натрия и выделяется водород:

$$2Na + 2HF \rightarrow 2NaF + H_2,$$

Взаимодействие алюминия с азотом начинается при температуре 800 °C, скорость азотирования заметно возрастает, а кинетические кривые подчиняются параболическому закону, т.е. процесс определяется скоростью диффузии азота через слой образовавшегося нитрида:

$$20Al + 8N^+ \rightarrow 8AlN,$$

Далее алюминий вступает в реакцию с аммиаком, образуя нитрид алюминия:

$$Al + NH_3 \rightarrow AlN + 1{,}5H_2,$$

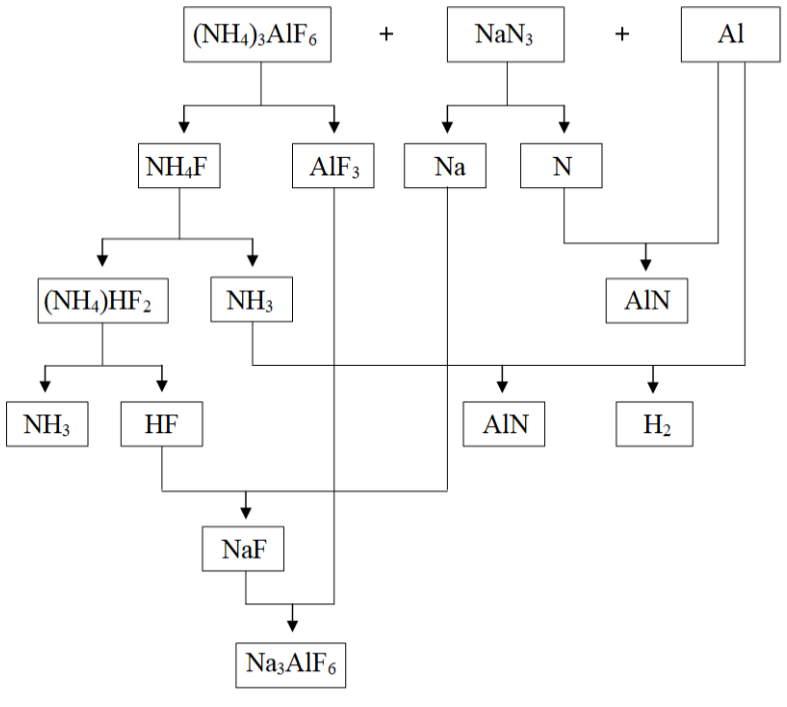
Взаимодействие алюминия с аммиаком, в зависимости от чистоты и дисперсности порошка, начинается при 600-800 °C, выше 1000 °C степень азотирования достаточно велика.

В результате взаимодействия насыщенных растворов фторидов натрия и алюминия (~635 °C) образуется галоидная соль гексафторалюминат натрия (криолит):

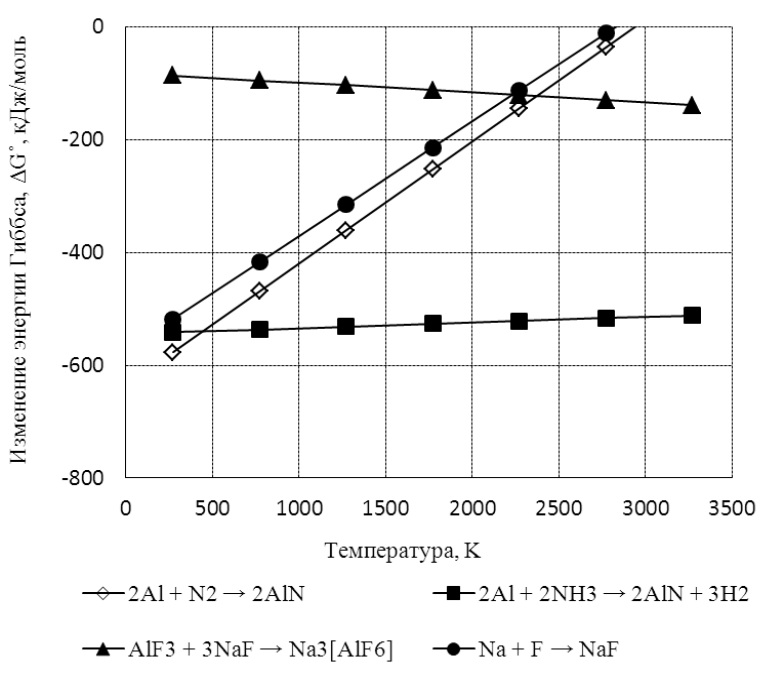
$$3NaF + AlF_3 \rightarrow Na_3AlF_6.$$

Рассчитанные температурные зависимости изменения изобарно-изотермического потенциала (ΔG_0) возможных наиболее значимых реакций взаимодействия в системе исходных реагентов и промежуточных продуктов, показали, что ообразование нитрида алюминия и фторида натрия сопровождается наибольшим уменьшением изобарно-изотермического потенциала и выделением значительного количества теплоты, что увеличивает температуру системы и инициирует реакцию образования нитрида алюминия.

Схема химического взаимодействия компонентов смеси «$(NH_4)_3AlF_6$+$3NaN_3$+20Al»



Температурные зависимости возможных реакций (ΔG_0) в смеси «$(NH_4)_3AlF_6$+$3NaN_3$+20Al»



Таким образом, на основании термодинамических расчетов и экспериментальных данных предложена химическая стадийность образования нитрида алюминия из смеси «$(NH_4)_3AlF_6$ + $6NaN_3$ + 20Al» в режиме горения.

ПРОИЗВОДСТВО ВЫСОКОДИСПЕРСНОЙ ПОРОШКОВОЙ КОМПОЗИЦИИ TIN-SIC МЕТОДОМ АЗИДНОГО СВС ИЗ ШИХТЫ «Si-Ti-NaN_3-Na_2SiF_6-C»

Ю.В. Титова*, А.Ф. Минеханова, Д.А. Майдан
Самарский государственный технический университет, Россия, Самара, ул. Молодогвардейская 244
*titova600@mail.ru

Микро- и нанопорошки TiN и SiC весьма перспективны для создания новых композиционных материалов TiN–SiC, придавая им комплекс уникальных свойств. Существует несколько различных методов получения композиции TiN–SiC: двухстадийное спекание, в результате которого можно получить композит SiC-TiN с повышенными прочностью на изгиб и ударной вязкостью; одноосное горячее прессование, при котором образуются композиты на основе SiC с различным содержанием TiN (0-50 об.%), удельное сопротивление которых снижается с $2{,}0\cdot10^{5}$ Ом·см (0% TiN) до $2{,}0\cdot10^{-4}$ Ом·см (50 об.% TiN), а максимальная прочность 921 МПа наблюдается при содержании TiN 40 % против 616 МПа для исходного SiC; керамика на основе SiC, армированная волокнами SiC и наночастицами TiN с плотностью до 98,1% полученная свободным спеканием имеет микротвердость по Виккерсу – 26,65 ГПа, вязкость разрушения – 8,69 МПа·$м^{1/2}$, прочность – 1122,81 МПа.

В настоящей работе исследуется применение энергосберегающего метода самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) с использованием в качестве азотирующего реагента – азида натрия, а также галоидной соли. Процесс азидного СВС характеризуется большими возможностями по регулированию дисперсности и структуры синтезируемых керамических порошков, доведению их до наноразмерного уровня. Накоплен успешный опыт применения азидного СВС для получения высокодисперсной нитридно-карбидной композиции AlN-SiC. Известны составы смесей для получения однофазных порошков TiN и SiC, из анализа которых для синтеза композиции TiN–SiC использовались следующие уравнения химических реакций:

Уравнения химических реакций получения композиции TiN–SiC:

$Si+2Ti+4NaN_3+Na_2SiF_6+2C = 2TiN+2SiC+6NaF+5N_2$

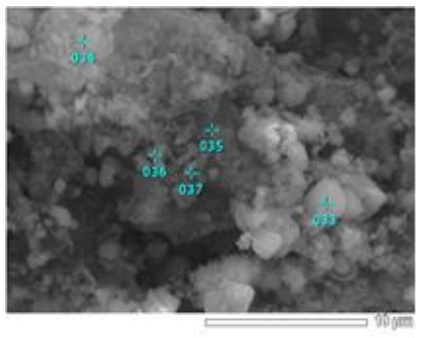
$3Si+2Ti+4NaN_3+Na_2SiF_6+4C = 2TiN+4SiC+6NaF+5N_2$

$7Si+2Ti+4NaN_3+Na_2SiF_6+8C = 2TiN+8SiC+6NaF+5N_2$

$Si+4Ti+4NaN_3+Na_2SiF_6+2C = 4TiN+2SiC+6NaF+4N_2$

$Si+8Ti+4NaN_3+Na_2SiF_6+2C = 8TiN+2SiC+6NaF+2N_2$

Результаты энергодисперсионного анализа продукта горения смеси «$3Si+2Ti+4NaN_3+Na_2SiF_6+4C$»

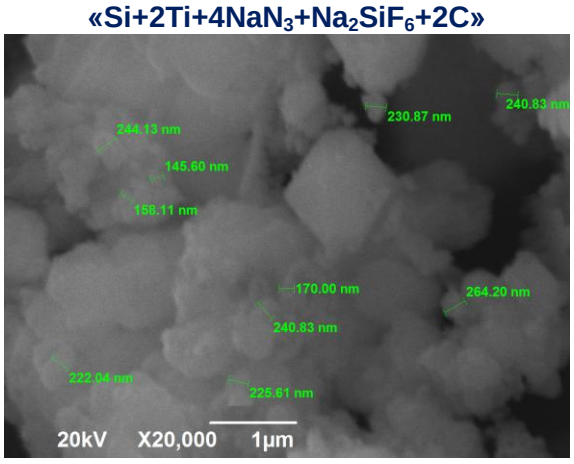


Номер маркера	Содержание вещества, масс. %						
	C	N	O	F	Na	Si	Ti
033	11,82	33,33	-	-	-	52,40	2,45
034	39,12	19,17	9,65	4,87	2,63	21,54	3,01
035	29,26	16,49	5,26	4,16	2,84	38,68	3,32
036	27,86	15,30	5,82	4,13	2,79	40,49	3,61
037	35,86	17,98	5,32	3,30	2,25	32,56	2,73

Экспериментальные исследования возможности получения композиции TiN–SiC проводились в лабораторном реакторе СВС в атмосфере азота под давлением 4 МПа и насыпной плотности исходных шихт. Результаты рентгенофазового анализа, полученные с помощью рентгеновского дифрактометра ARLX'TRA, показали, что при горении уравнений (1)-(4) продукты горения состоят из четырех фаз: нитрида титана (TiN), карбида кремния (SiC) и нитрида кремния двух модификаций (α-Si_3N_4, β-Si_3N_4). Результаты исследования микроструктуры синтезированных композиций, выполненного на растровом электронном микроскопе JSM-6390A, представлены на рисунке 1. Из рисунка 1 с учетом результатов энергодисперсионного анализа можно сделать вывод о том, что продукты горения всех исследуемых систем состоят из равноосных частиц нитрида титана и карбида кремния размером от 100-400 нм, а также волокон нитрида кремния диаметром от 100-200 нм.

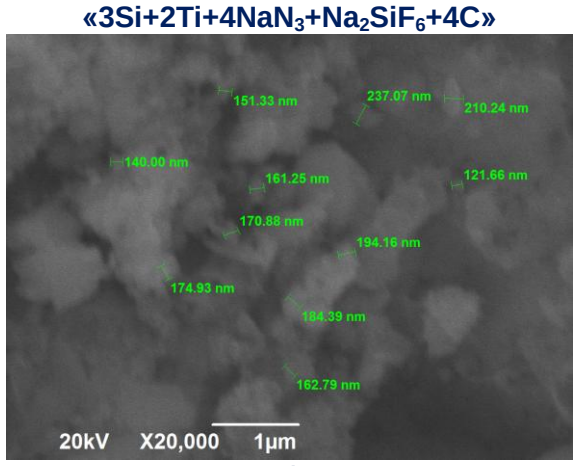
Морфология частиц продуктов горения смесей после операции промывки в дистиллированной воде при различном увеличении

«$Si+2Ti+4NaN_3+Na_2SiF_6+2C$»



а)

«$3Si+2Ti+4NaN_3+Na_2SiF_6+4C$»



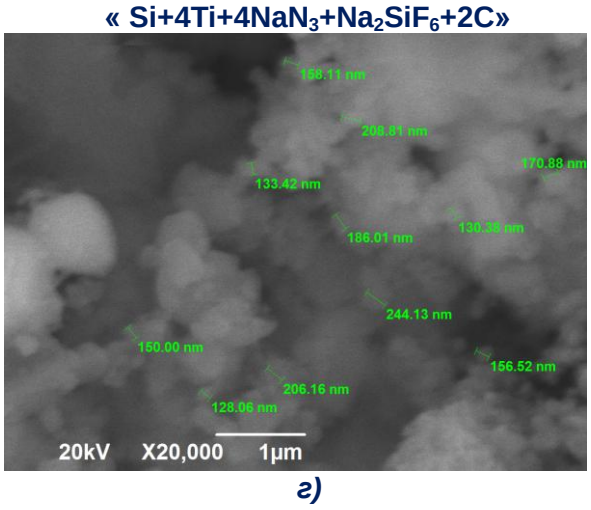
б)

«$7Si+2Ti+4NaN_3+Na_2SiF_6+8C$»



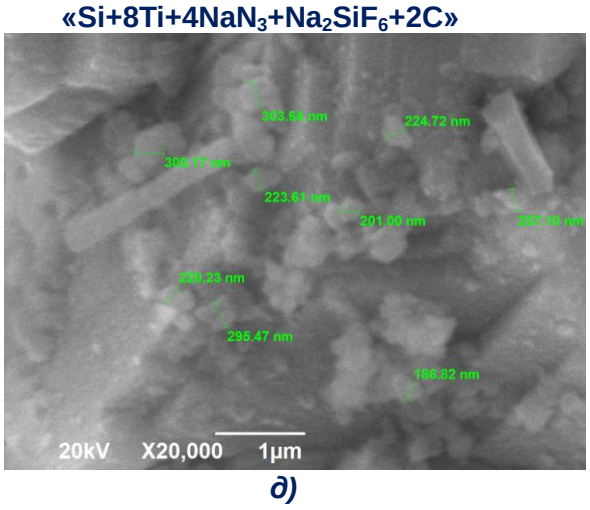
в)

« $Si+4Ti+4NaN_3+Na_2SiF_6+2C$»



г)

«$Si+8Ti+4NaN_3+Na_2SiF_6+2C$»



д)

Таким образом, рассмотренное применение метода азидного СВС позволило получить высокодисперсные композиции керамических порошков TiN-Si_3N_4 и TiN-Si_3N_4-SiC с размером частиц от 100 до 400 нм. Планируется дальнейшее проведение исследований в этом направлении с целью получения нанопорошковой композиции TiN-SiC.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках проекта № 20-08-00298.

СИНТЕЗ ВЫСОКОДИСПЕРСНОЙ ПОРОШКОВОЙ КОМПОЗИЦИИ Si_3N_4-SiC ПРИ ГОРЕНИИ В СИСТЕМЕ «Si-C-NaN_3-$(NH_4)_2SiF_6$»

Г.С. Белова*, Ю.В. Титова, А.П. Амосов

Самарский государственный технический университет, Россия, Самара, ул. Молодогвардейская 244

*galya.belova.94@mail.ru

Карбид кремния (SiC) и нитрид кремния (Si_3N_4) являются перспективными материалами для различных высокотемпературных изделий, из-за их высокой термостойкости, высокой теплопроводности, низкого коэффициента теплового расширения, сопротивления окислению в определенных средах, а также высокой вязкости разрушения и сопротивления ползучести при высоких температурах. Однако они имеют разные характеристики механических свойств. Чтобы улучшить устойчивость к повреждениям или увеличить ударную вязкость, проведены исследования композитной керамики с матрицей Si_3N_4 с армированием второй фазы SiC в виде волокон, усов, частиц и пластинок. Хотя было показано, что волокна SiC и армирующие нитевидные кристаллы улучшают механические свойства керамики Si_3N_4, существует недостаток в том, что они имеют высокую стоимость и трудны в изготовлении.

Целью настоящей работы является исследование возможности применения азидного СВС для получения нитридно-карбидной композиции наноструктурных порошков Si_3N_4-SiC с использованием галоидной соли гексафторсиликата аммония ($(NH_4)_2SiF_6$). Технология СВС-Аз основана на использовании азида натрия (NaN_3) в качестве твердого азотирующего реагента и галоидных солей, что обеспечивает невысокие температуры горения и образование большого количества газообразных продуктов, которые затрудняют слияния первоначальных частиц продуктов синтеза и позволяют сохранить их в наноразмерном состоянии. Для синтеза целевых композиций Si_3N_4-SiC были использованы следующие уравнения химических реакций:

Уравнения химических реакций получения целевой композиции Si_3N_4- SiC:

$$3Si+6NaN_3+(NH_4)_2SiF_6+C = Si_3N4+SiC+6NaF+4H_2+8N_2$$

$$4Si+6NaN_3+(NH_4)_2SiF_6+2C = Si_3N_4+2SiC+6NaF+4H_2+8N_2$$

$$6Si+6NaN_3+(NH_4)_2SiF_6+4C = Si_3N_4+4SiC+6NaF+4H_2+8N_2$$

$$6Si+6NaN_3+(NH_4)_2SiF_6+C = 2Si_3N_4+SiC+6NaF+4H_2+6N_2$$

$$12Si+6NaN_3+(NH_4)_2SiF_6+C = 4Si_3N_4+SiC+6NaF+4H_2+2N_2$$

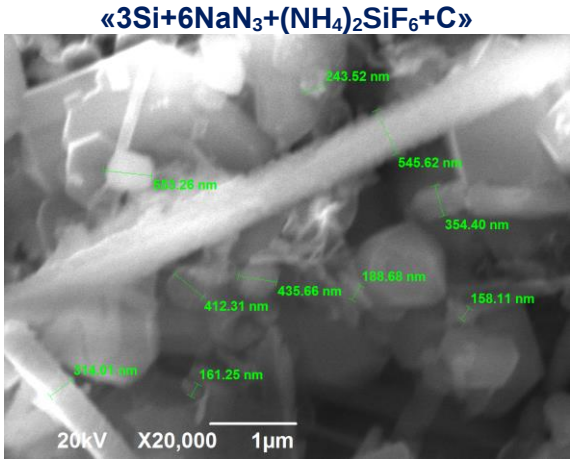
Результаты термодинамического анализа горения системы «Si – $6NaN_3$ – $(NH_4)_2SiF_6$ – C»

Состав исходной смеси	$T_{ад}$, K	Количество, моль							ΔH, кДж
		H_2 г	N_2 г	NaF г	SiC тв	NaF ж	Si_3N_4 тв	Si г	
3Si + $6NaN_3$ + $(NH_4)_2SiF_6$ + C	1894	4,00	8,00	0,09	1,00	5,91	1,00	-	-1692
4Si + $6NaN_3$ + $(NH_4)_2SiF_6$ + 2C	1893	4,00	8,00	0,09	2,00	5,91	1,00	-	-1758
6Si + $6NaN_3$ + $(NH_4)_2SiF_6$ + 4C	1891	4,00	8,00	0,09	4,00	5,91	1,00	-	-1890
6Si + $6NaN_3$ + $(NH_4)_2SiF_6$ + C	2313	4,00	6,00	0,79	1,00	5,21	2,00	-	-2442
12Si + $6NaN_3$ + $(NH_4)_2SiF_6$ + C	2741	4,00	2,00	3,25	1,00	2,75	3,95	0,05	-3942

Из представленных данных видно, что все системы обладают термодинамическими характеристиками достаточными для реализации процесса СВС. Отметим, что с увеличением содержания кремния в исходной смеси адиабатическая температура горения повышается и незначительно снижается с увеличением содержания углерода в системе «Si – $6NaN_3$ – $(NH_4)_2SiF_6$ – C». Энтальпия реакции снижается с увеличением содержания кремния и углерода. Продукты горения, согласно термодинамическому анализу содержат необходимые нам целевые фазы: нитрид кремния (Si_3N_4) и карбид кремния (SiC).

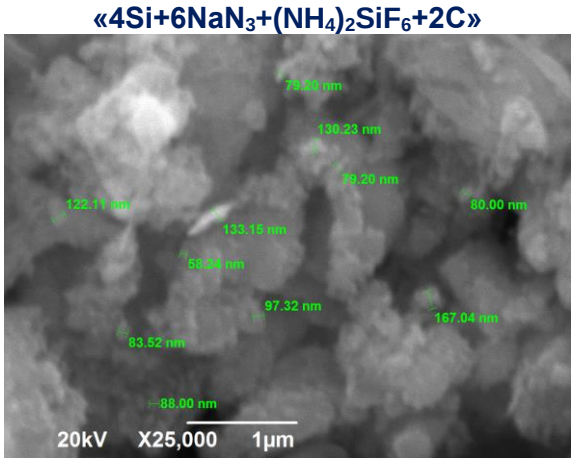
Морфология частиц продуктов горения смесей после операции промывки в дистиллированной воде при различном увеличении

«3Si+6NaN_3+$(NH_4)_2SiF_6$+C»



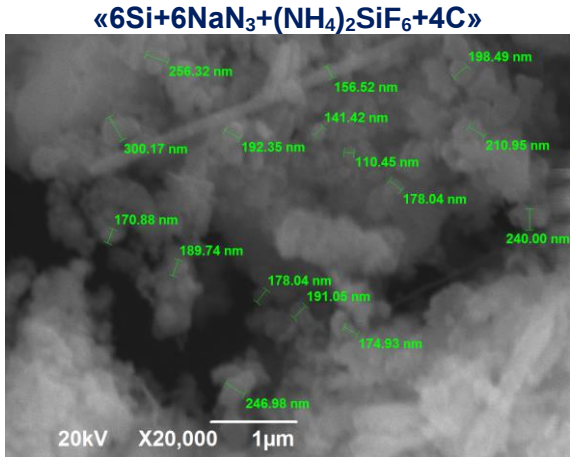
а)

«4Si+6NaN_3+$(NH_4)_2SiF_6$+2C»



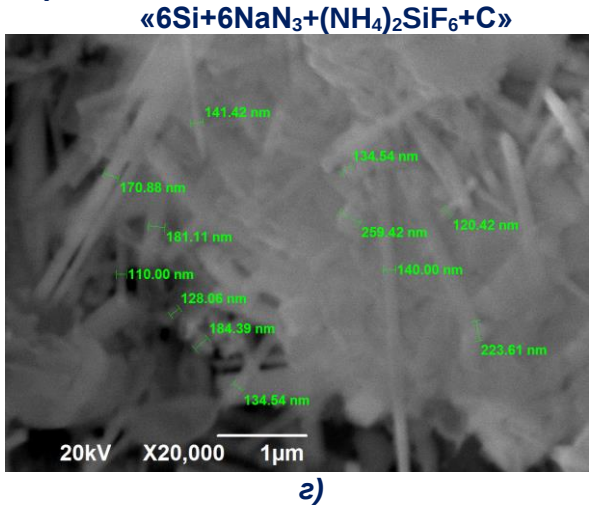
б)

«6Si+6NaN_3+$(NH_4)_2SiF_6$+4C»



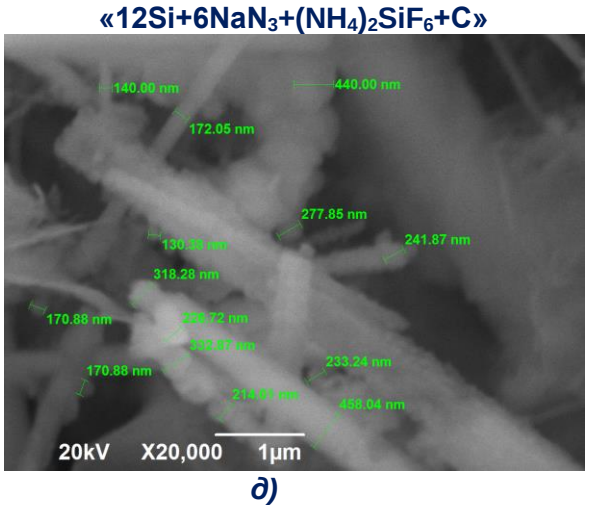
в)

«6Si+6NaN_3+$(NH_4)_2SiF_6$+C»



г)

«12Si+6NaN_3+$(NH_4)_2SiF_6$+C»



д)

Из представленных на рисунках а)-в) фотографий видно, что продукты горения указанной смеси состоят преимущественно из частиц неправильно формы и нитевидных кристаллов диаметром 100-500 нм. Из представленных на рисунках г), д) фотографий видно, что продукты горения указанной смеси состоят преимущественно из нитевидных кристаллов диаметром 100-300 нм.

Исследованы морфологии частиц и топографии поверхности, фазовый составов синтезированных нитридно-карбидной композиции Si_3N_4-SiC. Полученные результаты расширяют физико-химические представления о применении процесса СВС для получения нитридно-карбидных композиций и являются крайне интересными, полезны для ученых и специалистов в области металлургии и материаловедения, изучающих процессы СВС и технологии получения нанокомпозитов.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках проекта № 20-38-90158.

АПП-2021/ФШМ-2021
13-17 сентября 2021
г.Тольятти

МОРФОМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ЧАСТИЦ ФИЛЛОСИЛИКАТОВ

Четверикова А.Г.
Оренбургский государственный университет

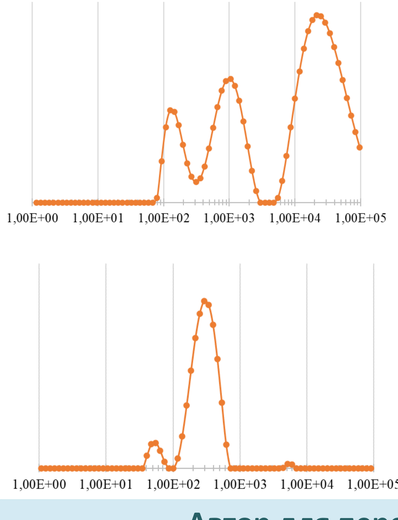
Аннотация

Представлены методологические особенности и результаты морфометрического анализа порошков двух природных филосиликатов (каолинита и монтмориллонита) месторождений Оренбургской области. Определены размеры модальных диаметров частиц для каолинита и монтмориллонита – 70 и 20 нм соответственно

Введение

Развитие нанотехнологий требует прецизионного метрологического сопровождения экспериментальных исследований, проводимых в нано- и микрометровых диапазонах. Необходимо опережающее развитие разработок в области изучения дисперсных систем. Гранулометрический состав порошка, подвергаемого синтезу, в основном и определяет конечные свойства материалов. Наличие в дисперсной системе агломератов разного размерного ряда приводит к возникновению широкого спектра артефактов во время технологического процесса, особенно при синтезе керамики из природных филлосиликатов.

Рис. 1. Распределения размеров частиц: каолинита (а), монтмориллонита (б), pH=6,5



Материалы и методы

1. Объекты исследования - порошки филосилликатов месторождений Оренбургской области. Усредненные структурные формулы:

$K_{0.04}[Al_{3.93}Fe^{3+}_{0.03}(Fe^{2+}, Mg)_{0.04}][Si_{3.95}Ti_{0.05}]O_{10}(OH)_8$ – Kt,

$K_{0.33}[Al_{1.67}(Fe^{2+}, Mg)_{0.33}][Si_{3.95}(Al, Ti)_{0.05}]O_{10}(OH)_2 \cdot nH_2O$ – Mt.

В квадратных скобках - катионные составы гидроксильного и силоксанового слоев, сформировавших поверхностный заряд частиц минералов.

2. Гранулометрические составы Kt- и Mt-порошков определены методом фотонной корреляционной спектроскопии на Photocor Compact-Z. Образцы сканировали с помощью атомно-силового микроскопа в контактном режиме с использованием кантилеверов общего назначения.

3. Для морфометрического анализа образцы сканировали с помощью атомно-силового микроскопа СММ-2000 (ЗАО «ПРОТОН-МИЭТ») в контактном режиме с использованием кантилеверов общего назначения MSCT (Bruker), жесткостью 0.01 Н/м и номинальным радиусом кривизны зонда 15 нм. Морфометрический анализ полученных изображений проводили с использованием программного обеспечения микроскопа.

Результаты

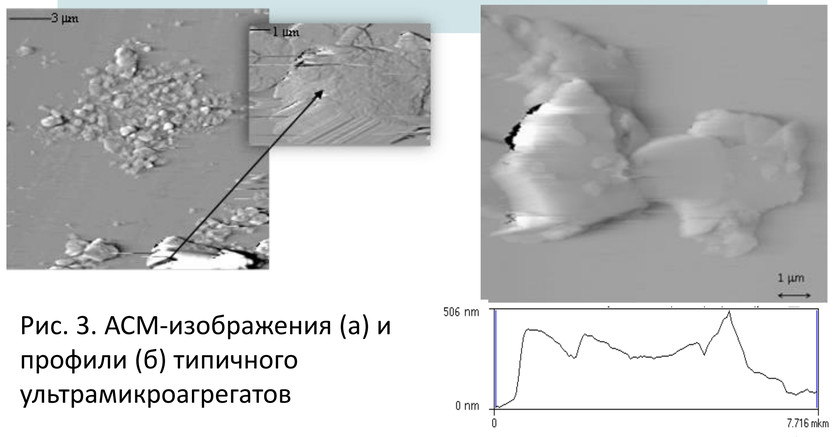


Рис. 3. АСМ-изображения (а) и профили (б) типичного ультрамикроагрегатов

Заключение

Модальные диаметры природных частиц, нм: каолинита ~ 70, монтмориллонита ~ 20. Характерно образование доменоподобных образований, состоявших из аксиально ориентированных частиц, имевших явно выраженную изометрично-пластинчатую форму.

Автор для переписки

* - Четверикова Анна Геннадьевна, KR-727@mail.rul, Тел. (3532)372408, г. Оренбург, пр-т Победы, 13, физический факультет

Библиографический список

1. Gupta V., Miller J. D. Surface force measurements at the basal planes of ordered kaolinite particles // Journal of the Colloid Interface Science. 2010. V. 344, iss. 2. P. 362-371.
2. Осипов В.И., Соколов В.Н., Глины и их свойства. Монография. Москва: Геос. 2013. 578 с.
3. Cui J., Zhang Z., Han F. Effects of pH on the gel properties of montmorillonite, palygorskite and montmorillonite-palygorskite composite clay // Applied Clay Science. 2020. V. 190. P. 105543,

АПП-2021/ФШМ-2021
13-17 сентября 2021
г.Тольятти

ПОЛУЧЕНИЕ МЕТАЛЛИЧЕСКОГО ВИСМУТА И ЕГО СТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ

Четверикова Д. К.*, Юдин А. А.
Оренбургский государственный университет, Оренбург, Россия

Введение

Висмут обладает чрезвычайно разнообразными физико-химическими свойствами и находит широкое применение во многих областях человеческой деятельности: в металлургии, в полупроводниковых материалах, в производстве полимеров и т.д.

Основной целью исследования было получение и идентификация металлического висмута. Авторы использовали наиболее эффективные методики с точки зрения общей сложности (в частности, многоэтапности) синтеза и характеристик полученных образцов.

Методы и материалы

Были выбраны 2 методики из полутора десятка существующих.

1. Исторически первая методика Ванино и Трауберта:

$SnCl_2 + 2NaOH \rightarrow Sn(OH)_2 + 2NaCl$

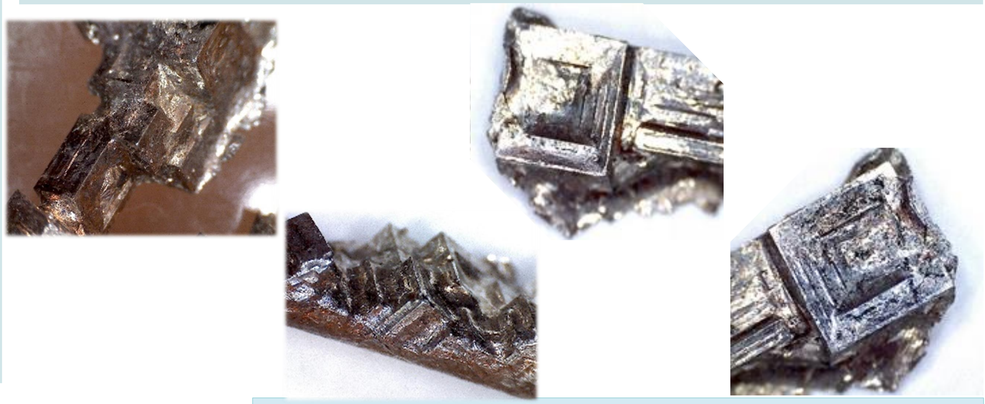
$2NaOH + Sn(OH)_2 \rightarrow Na_2[Sn(OH)_4]$

$2Bi_2O_3 + 3Na_2[Sn(OH)_4] + 3H_2O \quad 2Bi + 3Na_2[Sn(OH)_6]$

2. Современный способ получения металлического висмута, описанный исследователями ИХТТМ СО РАН, где в качестве восстановителей при синтезе наночастиц висмута использованы как неорганические, так и органические соединения. Т.к. авторы статьи преследовали иную цель, отличную от поставленной в данной работе, нами была сделана попытка получить металлический химически чистый висмут также из Bi2O3 (как распространённого реагента, что обусловливает широкий спектр применения данного способа), и, тем самым, провести сравнительную характеристику двух выбранных методик. Поскольку характер взаимодействия $N_2H_4 \cdot H_2O$ и Bi_2O_3 не представлен в общедоступной химической литературе (изучение, в свою очередь требует дополнительной серии экспериментов), исследования и расчёты основывали на корреляции масс исходных веществ и продуктов реакции.

Результаты и их обсуждение

Первичная идентификация металлического висмута, полученного по обеим методикам, производилась путем определения его температуры плавления в тигле. Далее была изучена способность полученного висмута к кристаллообразованию. Для этого металлический висмут расплавили в муфельной печи при температуре 400 °C, а затем, обеспечивая отрицательный температурный градиент, наблюдали эволюцию мелких кристаллических структур на границе раздела жидкой/твердой фаз. На рисунке приведены фотографии поликристаллов, полученных описанными способами.



Заключение

Наиболее эффективной, нетрудоемкой и менее ресурсозатратной оказалась методика, предложенная учёными ИХТТМ СО РАН. Вещество получилось высокочистым, но металлический висмут, как запланированный продукт синтеза, образовался в меньшем количестве.

Методика Ванино и Трауберта позволила получить достаточно чистое вещество только из нитрата висмута (III) при соблюдении ряда условий, в том числе, применения HCl(разб.). В одном из вариантов, продукт синтеза при нагревании пожелтел, что, возможно, обусловлено образованием BiClO.

Авторы выражают благодарность научному руководителю – старшему преподавателю кафедры химии Оренбургского государственного университета Осиповой Елене Александровне.

Автор для переписки

* - Четверикова Дарья Константиновна, dasha_chetver@mail.ru, 89068443132

Библиографический список

1. Юхин Ю.М. Получение соединений висмута для техники и медицины // Химия в интересах устойчивого развития, 2018, № 3, С. 345-351. DOI: 10.15372/KhUR20180309
2. Treubert, F. Über Wismutoxydul / F. Treubert, L. Vanino // Fresenius, Zeitschrift f. anal. Chemie, 1915, v. 54, pp. 255–258. https://doi.org/10.1007/BF01387093
3. Мищенко К. В., Михайлов Ю. И., Юхин Ю. М. Получение металлического висмута в конденсированных средах из формиатов//Журнал прикладной химии, 2018, Т. 91, Вып. 4, С. 496-502. DOI: 10.1134/S1070427218040067
4. Crowson, P. Bismuth. In: Minerals Handbook - Palgrave Macmillan : London, 1994–95, pp 44-49. https://doi.org/10.1007/978-1-349-13431-1_7
5. Гоник М.А. Выращивание монокристаллов висмута и его сплава с сурьмой // Неорганические материалы. 2015. Т. 51. № 2. С. 148. DOI: 10.7868/S0002337X15020074

АПП-2021/ФШМ-2021
13-17 сентября 2021
г.Тольятти

ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ СИНТЕЗА ВОЛЬФРАМОКОБАЛЬТОВЫХ ИЗДЕЛИЙ С ФУНКЦИОНАЛЬНОЙ ГРАДАЦИЕЙ СВОЙСТВ

Жадяев А.А.[1,2], Захаров Д.А. [2]
[1]Самарский государственный технический университет, [2]АО «Волгабурмаш» , Самара, Россия,

Волгабурмаш

САМАРСКИЙ ПОЛИТЕХ
Опорный университет

Аннотация

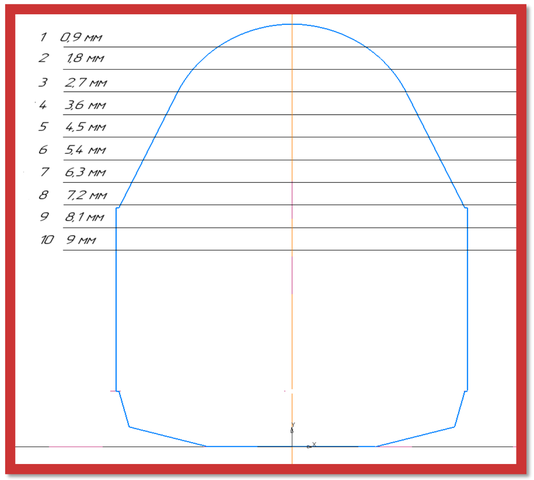
В XX веке благодаря фундаментальным исследованиям в области металловедения быстро растет число сплавов, обладающих специфическими свойствами. При создании новых изделий всегда ставится цель повышения эффективности и качества известных, существующих изделий. Важнейшей характеристикой поведения конструкционных материалов является их трещиностойкость (вязкость разрушения), т.е., способность сопротивляться развитию трещин. Одним из видов такого материала стали твердые сплавы на основе WC-Co изготавливаемые методом порошковой металлургии. Условия спекания карбида вольфрама могут быть подобраны таким образом, чтобы один и тот же сплав имел различные свойства по своему объему. Комбинированные карбиды с функциональными градиентами сочетают в себе жесткость и прочность, в одном изделии. Следовательно, очень важной задачей является контроль атмосферы спекания при изготовлении градиентных структур карбидов. Все технологически значимые градиенты являются следствием корректировки состава карбида вольфрама и условий спекания (время, температура, атмосфера, давление). для достижения желаемых микроструктур. Твердые сплавы с «двойным свойством» (DP) для горнодобывающей промышленности являются одними из наиболее известных и промышленно зарекомендовавших себя карбидов с макроградиентами, в которых распределение связующей фазы было изменено таким образом, чтобы создать материал с различными свойствами в поверхностной зоне по сравнению с основной массой. Такие «функционально градуированные» WC-Co сплавы полезны при бурении горных пород, той области применения, где требуется высокая износостойкость и ударопрочность у одного и того же изделия.

Цель работы

Целью данной работы является проведение исследования возможности синтеза вольфрамокобальтовых изделий с функциональной градацией свойств на предприятии АО «Волгабурмаш». Изучение их физико-механических характеристик, трещиностойкости и микроструктуры в сравнении с серийной партией твердосплавных зубков буровых долот

Методы и материалы

Для изготовления опытных образцов взята серийная партия порошка ВК10С (Со 10% масс.) соответствующая требованиям стандарта предприятия АО «Волгабурмаш». Исследуемый образец спекался при условиях среды природного газа CH4+H2 в вакуумно- компрессионных печах фирмы ALD Vacuum Technologies модель VKPgr 50x50x150. Для исследования микроструктуры твердых сплавов были приготовлены микрошлифы. Испытание на ударную вязкость (Трещиностойкость) проводилось при внедрении индентора НП-2 на приборе Виккерса по методике Палмквиста ISO28079:2009. Коэрцитивную силу сплавов определяли на приборе LDJ COERCIMETER cm-8000 в соответствии с ISO 3326:2013. Предел прочности при поперечном изгибе определяли по ГОСТ 20019-74. Твердость по Роквеллу HRA – на приборе «louis small 8U» - с твердосплавными мерами твердости по ГОСТ 20017-74. Отпечатки с трещинами на сплавах после вдавливания индентора исследовали с помощью оптического микроскопа «Axiotech» 100 HD-3D Carl Zeiss (Германия) . Исследование поверхности сплавов, а также определение размера зерен проводили на сканирующем электронном микроскопе JeolJSM 6390A.



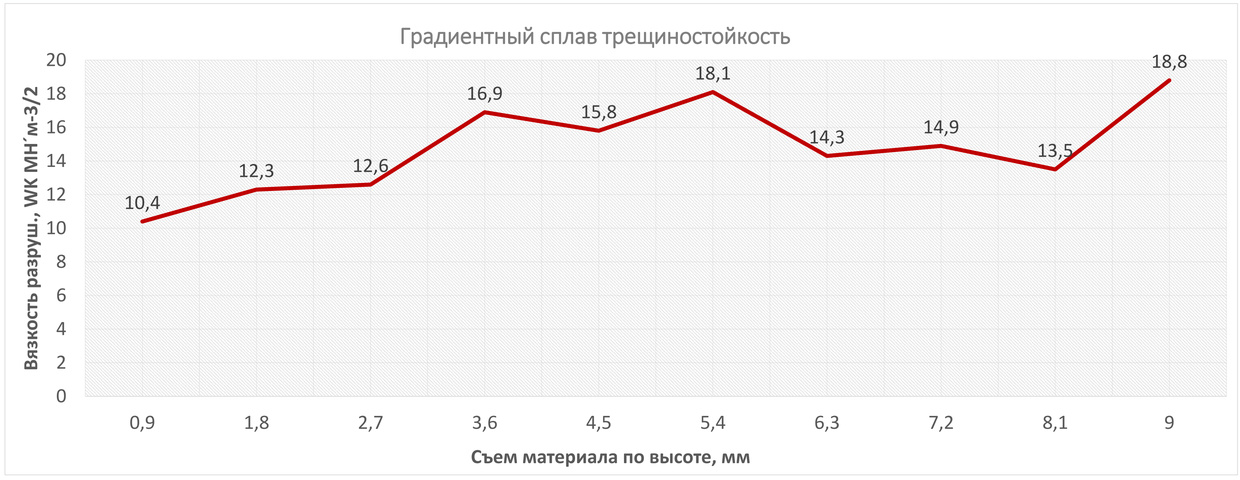


Таблица 1. Физико-механические свойства образца

№ замера	Съем по высоте	Проч-ть на изгиб, кгс/мм²	Плотность, кг/см3	Коэрцетивная сила, Э	Твердость HRA	Вязкость разруш., WK МН´м-3/2	Средняя длина трещины, мкм
1	0,9	298	14,5	78	88,8	10,4	214
2	1,8				88,2	12,3	115
3	2,7				88,2	12,6	169
4	3,6				87,7	16,9	82
5	4,5				87,8	15,8	259
6	5,4				87,8	18,1	67
7	6,3				87,4	14,3	106
8	7,2				87,5	14,9	108
9	8,1				87,5	13,5	138
10	9				87,8	18,8	62

Заключение

Спекание данного образца в среде природного газа CH4+H2 дало возможность понять, что упрочнения поверхностного слоя образца, с сохранением более вязкой сердцевины, возможно. В таблице 1 представлены результатам исследований физико-механических свойств образца на разной глубине по объему. Измерена трещиностойкость. Образец с такими характеристиками должен обладать хорошей стойкостью к истирающей нагрузке и одновременно выдерживать возможные удары при разбуривании поверхности. Для более точного исследования следует провести анализ циклической и ударной стойкости.

Автор для переписки
- Жадяев Александр Александрович,
- alexander-zhadyaev@yandex.ru,
- +7(917)147-69-75

Библиографический список
1. 2. J. Guo, Z.Z. Fang, P. Fan, X. Wang, Kinetics of the formation of metal binder gradient in WC–Co by carbon diffusion induced liquid migration, Acta Mater. 59 (2011) 4719–4731.
2. Жадяев А.А., Захаров Д.А., Амосов А.П. Исследование влияния условий спекания твердого сплава WC-Co на его структуру, трещиностойкость и прочие физико-механические характеристики / А.А. Жадяев, Д.А. Захаров, А.П. Амосов // СОВРЕМЕННЫЙ МАТЕРИАЛЫ, ТЕХНИКА И ТЕХНОЛОГИИ: научно-практический рецензируемый журнал №4 (35) 2020 год. Юго-Зап. гос. ун-т., Курск: Юго-Зап. гос. ун-т., 2020, с.32-41.

АПП-2021/ФШМ-2021
13-17 сентября 2021
г.Тольятти

Механизм формирования неразъемного соединения в контактной зоне сталей 32Г2 и 40ХН в процессе ротационной сварки трением

Степанчукова А.В., к.т.н.*[1, 2], Атамашкин А.С.[1], Приймак Е.Ю., к.т.н.[1, 2]
[1] Оренбургский государственный университет, Оренбург, Россия,
[2]АО «Завод бурового оборудования», Оренбург, Россия

ОРЕНБУРГСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

ЗАВОД БУРОВОГО ОБОРУДОВАНИЯ ZBO Drill Industries, Inc.

Аннотация

С применением металлографии и электронной микроскопии, дополненной микрорентгеноспектральным анализом, описана микроструктура линии контакта и зоны термомеханического влияния сварных соединений среднеуглеродистых легированных сталей, полученных методом ротационной сварки трением. Приведены результаты распределения микротвердости по сечению сварного соединения. Проанализированы фазовые превращения, реализующиеся на каждом этапе технологического процесса сварки в областях, подверженных термодеформационному воздействию. Приведены результаты испытаний на одноосное растяжение и ударный изгиб, дополненные фрактографией поверхности разрушения.

Введение

Ротационная сварка трением (РСТ) – это родоначальник технологических решений создания неразъемных соединений посредством нагрева трением [1], которая на сегодняшний день является высокопроизводительной перспективной технологией, применяемой для создания конструкций различного назначения нефтяной, автомобильной, сельскохозяйственной и других отраслях промышленности [2].

Особое место этот вид сварки занимает в геологоразведочной и нефтяной отрасли при производстве бурового инструмента и бурильных труб, изготавливаемых преимущественно из среднеуглеродистых легированных сталей. Как известно, бурильные трубы работают в сложных условиях механического нагружения, сочетающих воздействие растягивающих, знакопеременных изгибающих и ударных нагрузок. Потребность в повышении прочности данного вида продукции, вызванная освоением более глубоких скважин и ужесточением условий бурения, выдвигает необходимость подробного исследования зоны сварного соединения замковой части с телом трубы, выявление механизмов структу-рообразования и факторов структуры, оказывающих влияние на эксплуатационные характеристики зоны сварного шва, как одного из наиболее уязвимых мест конструкции.

Настоящая работа посвящена изучению особенностей формирования структуры и механических свойств в зоне термомеханического воздействия (ЗТМВ) сварного соединения, выполненного из среднеуглеродистых легированных сталей методом ротационной сварки трением.

Методы и материалы

Сварка трением заготовок кольцевого сечения диаметром 48 мм и толщиной стенки 4 мм осуществлена на автоматизированной машине для сварки трением “Thompson-60”. Технологический процесс образования сварного соединения происходил в несколько стадий (рис. 1).

Заготовки (1) устанавливали в стационарный зажим (2), одной из них сообщали вращательное движение с частотой 900 об./мин (3), заготовки сближали и осуществлялась притирка контактных поверхностей. Далее в течение 6 с прикладывали усилие трения 40 кН, в результате чего происходил разогрев. После этого вращение быстро прекращали, и к заготовкам вдоль оси прикладывали постоянное усилие100 кН в течение 4.5 с (4). Затем осуществляли точение сварочного грата, который представляет собой избыточный металл, выдавленный при сварке давлением (5).

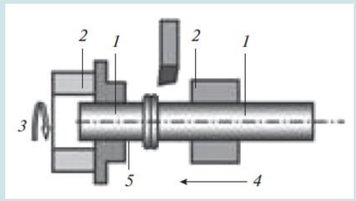


Рисунок 1 – Схема ротационной сварки трением

Сварке трением подвергали среднеуглеродистые стали, применяемые для изготовления геологоразведочных бурильных труб с приварными замковыми деталями, их химический состав представлен в табл. 1. Заготовки предварительно были подвержены улучшению.

Из металла сварного соединения изготавливали продольные образцы для металлографического анализа. Исследование структуры проводили с использованием сканирующих микроскопов JEOL JSM-6460LV и Quanta-200, оборудованного приставкой для рентгеноспектрального анализа.

Твердость измеряли на приборе HVS-1000 при нагрузке 2 Н. Испытания на статическое растяжение осуществляли на машине MTS 65/G на образцах шириной 15 мм, толщиной 4 мм и начальной расчетной длиной 50 мм. Для определения прочности в сварном стыке наносился V-образный надрез с двух сторон образца в радиальном направлении.

Таблица 1. Химический состав привариваемых материалов

Материал	C	Mn	Si	S	P	Cr	Ni	Cu	Mo
32Г2	0.27	1.19	0.38	0.002	0.006	0.03	0.01	<0.01	<0.005
40ХН	0.31	0.53	0.32	0.006	0.004	0.51	1.06	-	0.09

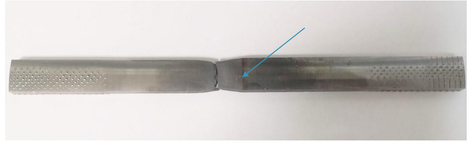
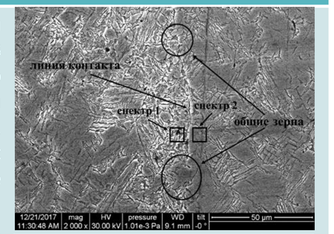


Рисунок 5 – Образец сварного соединения после испытаний на статическое растяжение (стрелкой помечен сварной стык)

Результаты и их обсуждение

Результаты исследования микроструктуры сварного соединения показали, что линия соединения представляет собой ориентированную в плоскости контакта границу (рис. 2). В некоторых участках линии контакта отчетливо видно образование общих зерен, что позволило предположить, что при ротационной сварке взаимодействие в зоне соединения не ограничивается образованием межатомных связей, а происходит взаимная объемная рекристаллизация. При этом, микрорентгеноспектральный анализ приконтактных областей показал отсутствие диффузионных перемещений основных легирующих элементов. Вблизи линии контакта видны характерные морфологические особенности структуры мартенсита и нижнего бейнита.

Наличие мартенситной фазы со стороны стали 40ХН объясняет высокую твердость в зоне 1, близлежащей к линии контакта (рис. 3). При удалении от линии контакта значения микротвердости плавно снижаются, достигая минимума в зоне 3. Зона 3 в стали 32Г2 характеризуется наиболее низкими значениями твердости и большей протяженностью по сравнению со сталью 40ХН и является зоной разупрочнения по отношению к основному металлу.



№ спектра	Mn	Cr	Ni
1	1.15	-	-
2	0.58	0.76	1.02

Рисунок 2 - Микроструктура контактной зоны сварного соединения сталей 32Г2-40ХН (слева сталь 32Г2)



Рисунок 3 - Микротвердость ЗТМВ сварного соединения сталей 32Г2–40ХН. Штриховыми линиями отмечены границы ЗТМВ

Образование физического контакта и прочности межзеренных границ было проанализировано на основании фрактографического анализа образца с ослабляющим V-образным концентратором в стыке после испытаний на статическое растяжение Из рис. 4 видно, что большая часть поверхности разрушения занята фасетками квазискола, что свидетельствует о внутризеренном развитии магистральной трещины. Также, в некоторых участках микрорельефа выявляются инициированные границами зерен вторичные трещины, образованные в результате релаксации напряжений при развитии магистральной трещины.

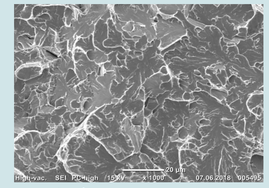


Рисунок 4 - Фрактограмма контактной зоны сварного соединения сталей 32Г2-40ХН, после испытаний на статическое растяжение

Таблица 2. Механические свойства сталей 32Г2, 40ХН и сварного соединения

Характеристика образца	σ0,2, МПа	σв, МПа	δ5, %	Ψ,%
Сварное соединение	699-757	804-851	14-15,1	50,9-51,8
Основной металл 32Г2	687-724	808-824	12,4-14,5	51,3-54,5
Основной металл 40ХН	790-811	958-964	13,3-14,8	55,6-58,7

Механические свойства сварного соединения находятся на уровне со сталью 32Г2 (табл.2). Локализация деформации с последующим разрушением образца сварного соединения происходит на расстоянии 11 мм от стыка материалов со стороны стали 32Г2 (рис. 5).

Заключение

Установлено, что при ротационной сварки трением среднеуглеродистых легированных сталей 32Г2 и 40ХН в образующемся сварном соединение протекает ряд процессов, а именно, на этапе разогрева при приложении давления трения в приконтактных областях одновременно развивается фазовая перекристаллизация, динамическая и собирательная рекристаллизация, происходит формирование разнозернистой структуры с аномальным ростом некоторых зерен. На этапе проковки происходит окончательное формирование структуры вдоль линии контакта, заключающееся в образовании межатомных связей, совместной рекристаллизации в некоторых областях и фрагментации зерен в узких примыкающих зонах. Дальнейшее охлаждение сварного соединения приводит к образованию закалочных структур мартенсита и бейнита в зонах, где температура разогрева превысила значения критических точек.

Прочностные и пластические свойства сварного соединения сопоставимы с уровнем механических свойств стали 32Г2.

Автор для переписки

Степанчукова Анна Викторовна, stepan4uckova@yandex.ru

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 21-79-00085, https://rscf.ru/project/21-79-00085/

Библиографический список

1. Виль В.И. Сварка металлов трением. М.: Машиностроение, 1970. - 176 с.
2. Ramesh A.P., Subramaniyan M. Review on Friction Welding of Similar/Dissimilar Metals // Journal of Physics: Conference Series. – 2019. – V. 1362.

АПП-2021/ФШМ-2021
13-17 сентября 2021
г.Тольятти

СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ТВЕРДОСПЛАВНЫХ ИЗДЕЛИЙ ИМПОРТНОГО ПРОИЗВОДСТВА И ПРОИЗВОДСТВА АО «ВОЛГАБУРМАШ»

Жадяев А.А.[1,2], Захаров Д.А. [2]
[1]Самарский государственный технический университет, [2]АО «Волгабурмаш» , Самара, Россия,

Волгабурмаш

САМАРСКИЙ ПОЛИТЕХ
Опорный университет

Аннотация

- При открытой рыночной экономике, в условиях острой конкурентной борьбы с зарубежными производителями буровых долот, в первую очередь американскими и китайскими, не только на внешнем, но и на внутреннем рынке, первостепенное значение приобретает качество буровых долот, их способность эффективно и надежно, безаварийно работать при бурении скважин. О работоспособности долот судят по таким показателям, как проходка, стойкость и механическая скорость бурения.
- Для сохранения и укрепления позиций в конкурентной борьбе на АО «Волгабурмаш» ведется постоянная и кропотливая работа по повышению технического уровня и освоению новых конструкций буровых долот.
- При работе шарошечным долотом порода разрушается в следствие ударов зубьев шарошек долота, находящегося под постоянной осевой нагрузкой, при перекатывании их по забою скважины.
- Выход из строя долота на буровой в связи с быстрым износом твердосплавного вооружения – это достаточно частая и серьезная проблема. Когда применяются правильные режимы бурения, но твердосплавные зубки выходят из строя преждевременно, это чаще всего можно отнести к использованию неподходящего сорта твердого сплава или наличию дефектов в используемых зубках.

Цель работы

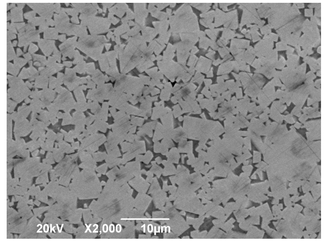
В данной работе проводится сравнение твердосплавных зубков производства АО «Волгабурмаш» и импортного производства. Исследовать физико-механические свойства, микроструктура сплавов, а также эксплуатационные свойства, такие как трещиностойкость (вязкость разрушения). Также необходимо рассмотреть и описать характер распространения трещины.

Методы и материалы

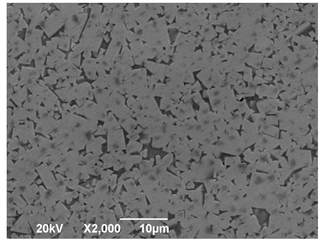
Материалами для исследований являлись спеченные твердосплавные зубки с содержанием 10%Co масс.. Для сравнительного анализа, в качестве эталона, были взяты данные о свойствах изделий, изготавливаемых на предприятии АО "Волгабурмаш"и импортного производства, представленные в таблице 1. Для исследования микроструктуры твердых сплавов были приготовлены микрошлифы. Испытание на ударную вязкость (Трещиностойкость) проводилось при внедрении индентора НП-2 на приборе Виккерса по методике Палмквиста ISO28079:2009. Коэрцитивную силу сплавов определяли на приборе LDJ COERCIMETER cm-8000 в соответствии с ISO 3326:2013. Предел прочности при поперечном изгибе определяли по ГОСТ 20019-74. Твердость по Роквеллу HRA – на приборе «louis small 8U» - с твердосплавными мерами твердости по ГОСТ 20017-74. Отпечатки с трещинами на сплавах после вдавливания индентора исследовали с помощью оптического микроскопа «Axiotech» 100 HD-3D Carl Zeiss (Германия) . Исследование поверхности сплавов, а также определение размера зерен проводили на сканирующем электронном микроскопе JeolJSM 6390A. Особенности взаимодействия трещины, распространяющейся от отпечатка при внедрении индентора, с элементами структуры образцов показано на рисунках.

Таблица 1. Физико-механические свойства образцов

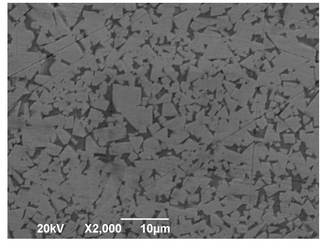
Образец	Сплав	Содержание веществ	Производитель	Проч-ть на изгиб, кгс/мм²	Плотность, кг/см3	Коэрцетивная сила, Э	Твердость HRA	Вязкость разруш., WK МН´м-3/2 средн	Средний размер зерна, мкм	Средняя длина трещины, мкм
1	ВК10С	WC-10%Co	АО "Волгабурмаш"	297	14,52	93	88,2	16,5	2,6	91
2	ТС25		АО "Твердосплав"	290	14,53	97	88,3	17,4	2,5	71
3	E6 B25GS		Element Six	289	14,54	113	88,6	16,1	2,7	80
4	KD30		ZHUZHOU KINGTAL CEMENTED CARBIDE CO. LTD.	300	14,53	94	88,4	15,6	2,4	69



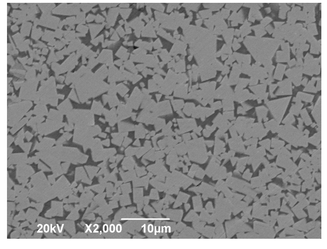
Образец 1



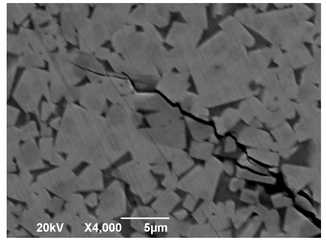
Образец 2

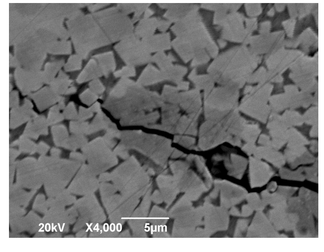


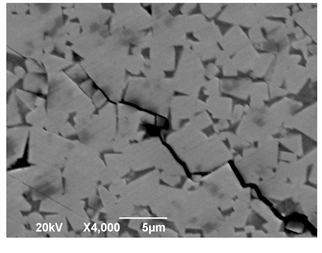
Образец 3

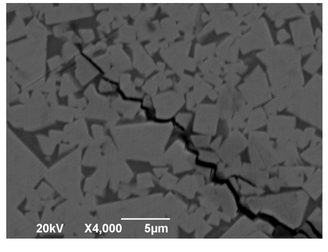


Образец 4









Заключение

- Анализ следов трещин, распространяющихся от углов отпечатков индентора показал, что для образцов характер прохождения трещины в основном является межзеренным.
- Распространение трещины по межфазной области считается более предпочтительной моделью разрушения, т.к. когда трещина распространяется по границам зерен WC или через зерна WC, раскалывая их – происходит не полный ресурс работы разрушения сплава. Транскристаллистный раскол для сплавов с содержанием Co ~10% ре-док, в основном встречается у более пластичных сплавов с большим со-держанием кобальта.
- Все образцы имеют годные физико-механические характеристики допустимые для применения в качестве вооружения буровых долот.
- Твердосплавный зубок производства АО «Волгабурмаш» имеет сопоставимые значения. Однако, беря во внимание, различные факторы, такие как: длительность поставок, курс валюты и различные политические разногласия, собственное изготовление твердосплавных зубков предпритием АО «Волгабумарш» является оптимальным решением, удовлетворяющим качеству изделия, сроку изготовления и стоимости.

Библиографический список

1. Жадяев А.А. Сравнение физико-механических свойств импортных вольфрамокобальтовых порошковых смесей, применяемых в производстве твердосплавных изделий / А.А. Жадяев, Д.А. Захаров // Фундаментальные основы, теория, методы и средства измерений, контроля и диагностики: материалы 19-ой Междунар. молод. науч.-практ. конф., г. Новочеркасск, 27-28 февр. 2018г. / Южно - Российский государственный политехнический университет (НПИ) имени М.И. Платова. - Новочеркасск: Лик, 2018. С. 366-3672.
2. Жадяев А.А. Сравнительный анализ порошков сплава ВК10С производства АО «Волгабурмаш» и VK10 производства Китай / Жадяев А.А. МОЛОДЕЖЬ И СИСТЕМНАЯ МОДЕРНИЗАЦИЯ СТРАНЫ: Сборник научных статей 5-й Международной научной конференции студентов и молодых ученых (19-20 мая 2020 года), в 6-х томах, Том 5, Юго-Зап. гос. ун-т., Курск: Юго-Зап. гос. ун-т., 2020, с.246-250

Автор для переписки

- **Жадяев Александр Александрович,**
- **alexander-zhadyaev@yandex.ru,**
- **+7(917)147-69-75**

Влияние аномально крупных зерен на деформационное поведение сварных соединений алюминиевого сплава АД33

Калиненко А.А.*, Высоцкий И.В., Малофеев С.С., Миронов С.Ю.
НИУ «БелГУ»

АПП-2021/ФШМ-2021
13-17 сентября 2021
г.Тольятти

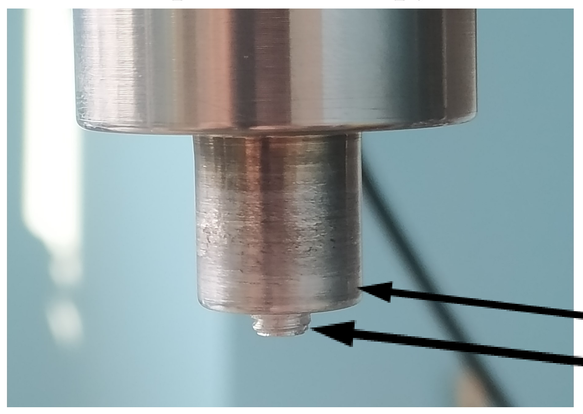
НИУ БелГУ
BELGOROD STATE UNIVERSITY (BSU)

Аннотация

Сварка трением с перемешиванием (СТП) представляет собой инновационную технологию, которая позволяет соединять материалы в твердофазном виде, т.е. без перевода их в расплав. Наряду с этим важно подчеркнуть, что температура СТП является достаточно высокой, варьируясь от 0,6 до 0,9 T_m (где T_m – гомологическая температура плавления). В термически упрочняемых алюминиевых сплавах это обычно ведет к коагуляции и/или растворению частиц вторичных фаз и сопутствующему снижению прочности. Одним из способов восстановления прочностных характеристик СТП-швов является их перезакалка с последующим искусственным старением. К сожалению, перезакалка СТП-соединений часто ведет к аномальному росту зерен в области сварного шва.

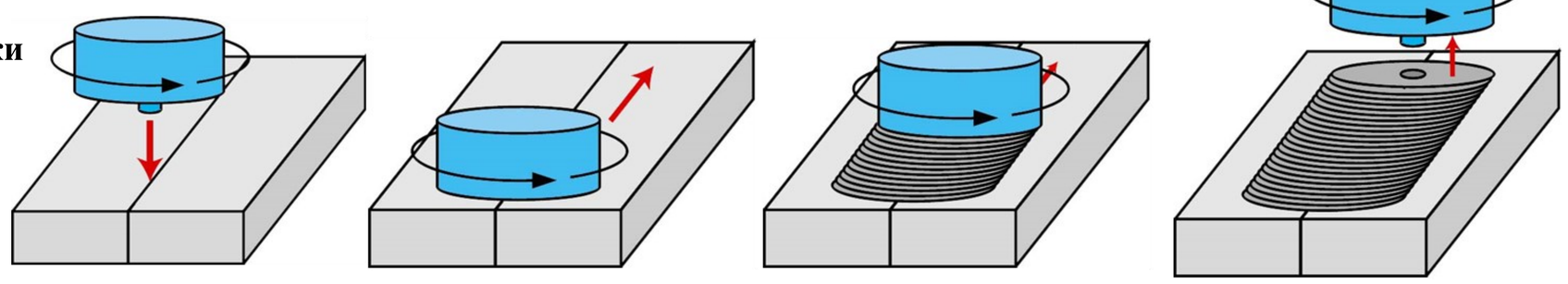
Основы СТП

Сварочный инструмент



Ключевые параметры:
Скорость вращения инструмента (≈100-3000 об/мин)
Скорость горизонтальной подачи инструмента (≈1-100 мм/с)

Условия деформации
Температура ≈ 0,5-0,9 T_m
Скорость деформации ≈ 10^0-10^2 c^{-1}
Истинные деформации ≈ до 40



Материал

Термически упрочняемый алюминиевый сплав АД33 (международное обозначение AA6061). Сплав был получен методом полунепрерывного литья, гомогенизирован при 580°C в течение 1 часа, а затем экструдирован при той же самой температуре до 75% обжатия. Для выделения частиц вторичных фаз, экструдированный материал был подвергнут стандартной термической обработке по режиму T6, т.е. обработка на твердый раствор с последующей закалкой в воду, а затем искусственное старение. Это состояние было обозначено как ***исходное.***

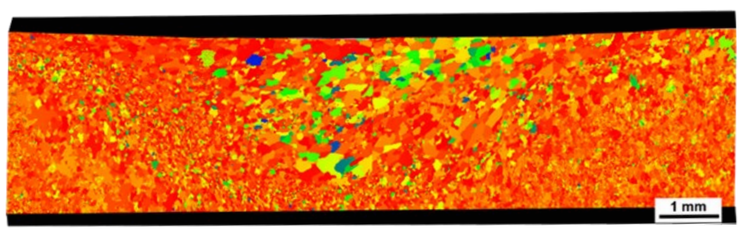
Методики исследования

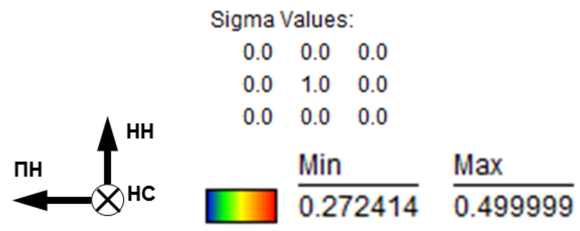
Для исследования было получено два сварных шва, соответствующих низко- и высокотемпературному режимам сварки. Для восстановления прочностных свойств сварные швы были подвергнуты стандартной термической обработке по режиму T6, включавшему в себя обработку на твердый раствор, закалку в воду и последующее искусственное старение. Микроструктурные исследования осуществлялись посредством ориентационной микроскопии (EBSD). Механические поведение исследовалось посредством проведения испытаний на одноосное растяжение на испытательной машине Instron 5882 с использованием методики бесконтактного цифрового анализа оптических изображений (digital image correlation).

Результаты исследования

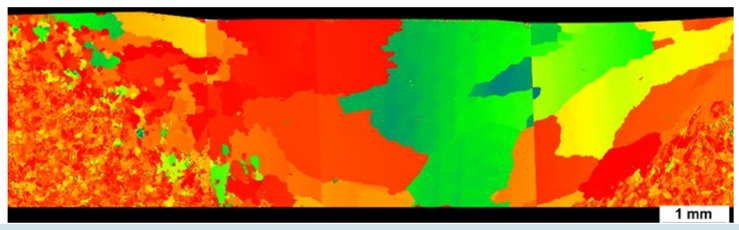
Как и ожидалось, послесварочная термообработка привела к аномальному росту зерен в зоне перемешивания. Было обнаружено, что данный эффект являлся чувствительным к режиму СТП. В частности, он был наиболее ярко выражен в высокотемпературном шве, в то время как в низкотемпературном сварном соединении этот процесс носил умеренный характер. Наряду с ним, было также выявлено протекание статической рекристаллизации в зоне термомеханического влияния. Данный эффект был связан с высокой плотностью остаточных дислокаций в данной микроструктурной области, сформировавшейся в ходе СТП.

Низкотемпературный режим
500 об/мин-380 мм/мин

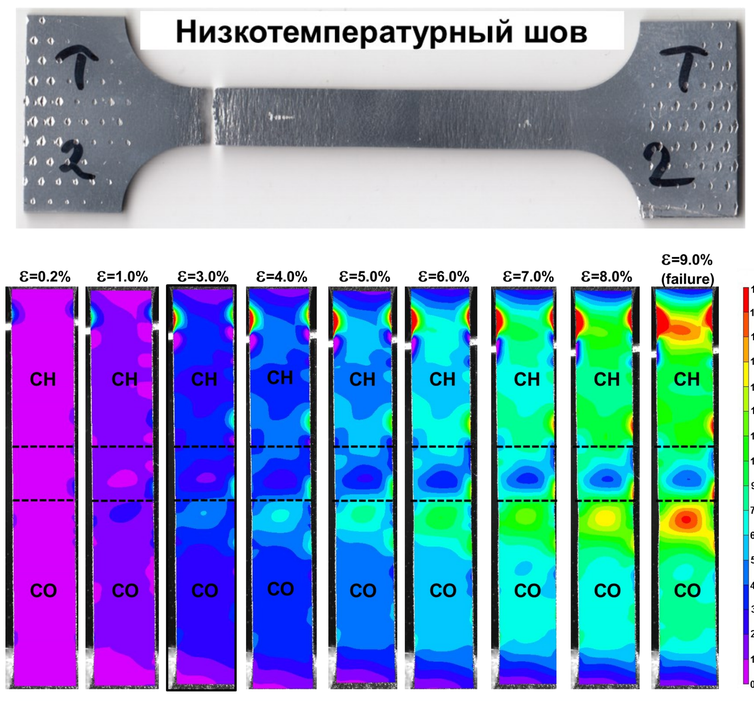


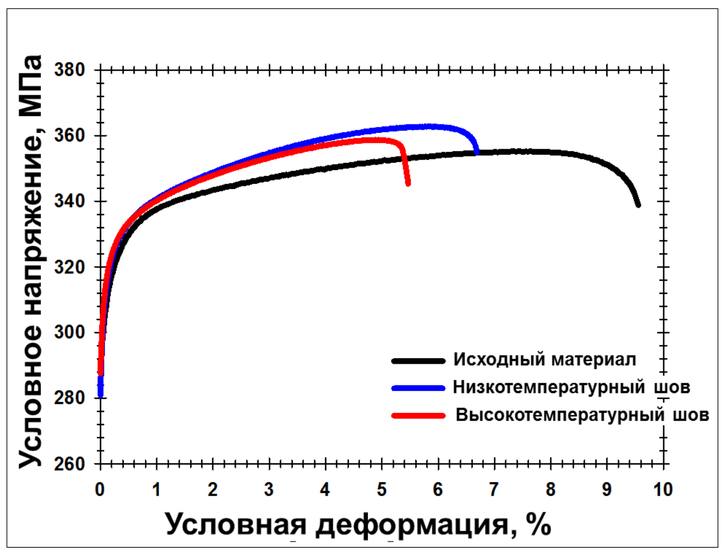


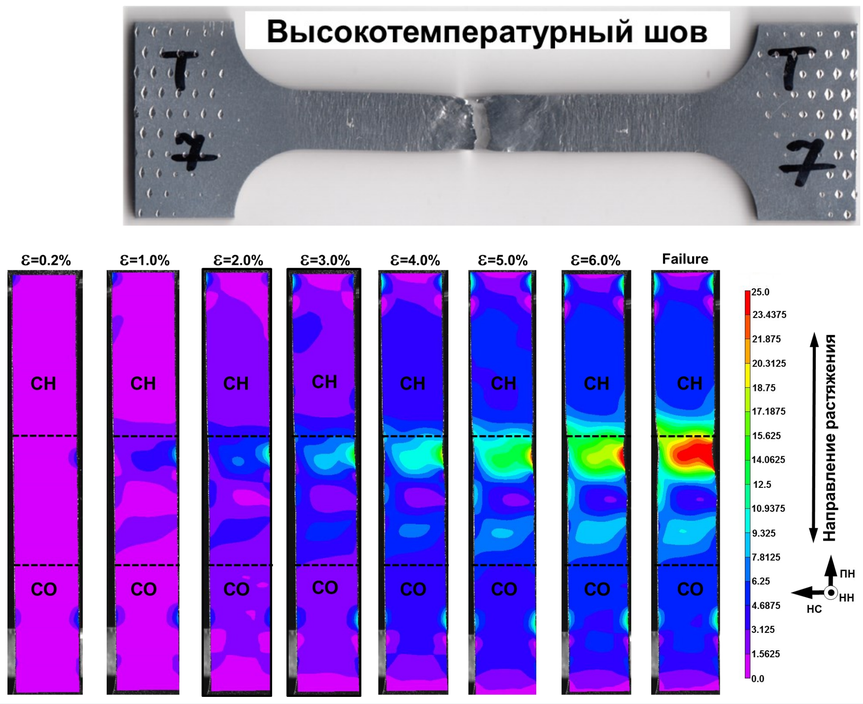
Высокотемпературный режим
1100 об/мин-125 мм/мин



Анализ распределения деформаций в ходе испытаний СТП-соединений на одноосное растяжение, измеренный методом бесконтактного цифрового анализа оптических изображений, выявил постепенное затухание пластического течения в зоне перемешивания (низкотемпературный шов). Этот результат был очевидно связан с относительно высоким деформационным упрочнением, свойственным аномально крупным зернам. Как следствие сварные швы нередко разрушались в зоне исходного материала (низкотемпературный шов).







В ряде случаев, однако, разрушение также имело место в зоне перемешивания (высокотемпературный шов). Было предположено, что данный эффект мог быть обусловлен двумя причинами. Во-первых, локализация пластического течения в грубых пачках скольжения, также свойственная крупнокристаллическим материалам, обычно способствует образованию трещин. Во вторых, из анализа EBSD карт было обнаружено, что аномально крупные зерна в зоне перемешивания характеризовались существенным различием факторов Шмида. Таким образом, несовместность их деформации также могла привести к образованию трещин в приграничных районах и последующему разрушению.

Выводы

В ходе исследования было установлено, что склонность к аномальному росту зерен в сварных швах при проведении послесварочной термообработки зависит от условий СТП. Установлено, что снижение температуры СТП способствует подавлению аномального роста зерен. Послесварочная термообработка привела к восстановлению прочностных характеристик, однако пластичность сварных соединений оставалась относительно низкой. Формирование аномально крупных зерен в высокотемпературном шве способствовало образованию трещин и преждевременному разрушению сварного шва.

Благодарность

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского Научного Фонда, проект № 19-49-02001

АПП-2021/ФШМ-2021
13-17 сентября 2021
г.Тольятти

СПОСОБ ИЗМЕРЕНИЯ ИЗНОСА В УЗЛАХ ТРЕНИЯ СКОЛЬЖЕНИЯ С ПРИМЕНЕНИЕМ КЛАСТЕРНОГО АНАЛИЗА СОПУТСТВУЮЩЕЙ АЭ

Растегаева И.И., Растегаев И.А.*, Мерсон Д.Л.
Тольяттинский государственный университет, Тольятти, Россия

ТОЛЬЯТТИНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

Аннотация

При проектировании узлов трения скольжения, составляющих значительную часть тяжелонагруженных машин и механизмов, ресурс закладывается расчетными методами, которые основываются на применении обобщенных критериев изнашивания. Однако часто во время эксплуатации из-за кратковременного действия непредвиденных условий (перегрузка, нарушение условий смазывания или охлаждения, влияние рабочей или окружающей среды, деградация контактных и изолирующих материалов и т.д.) режим изнашивания узлов трения не соответствует расчетному, поэтому требуются on-line методы, которые непосредственно во время эксплуатации позволяют как подтвердить расчетную скорость изнашивания узлов, так и выявить, и оценить отклонение от неё. Последнее наиболее актуально для технических устройств опасных производственных объектов. В свою очередь, проблема оценки текущего технического состояния и прогнозирования ресурса машин и механизмов в основном сводится к измерению износа контактных поверхностей узлов трения. Многими авторами показано, что одним из средств измерения износа может быть метод акустической эмиссии (АЭ) и сегодня предложен ряд способов применения метода АЭ для этой цели. Однако общим их недостатком является отсутствие процедур разделения регистрируемых АЭ сигналов по природе их источника, что важно, т.к. приводит к неточным оценкам, поскольку, либо в расчет принимаются сигналы от АЭ источников, не связанных с его изнашиванием (внешние шумы, фазовые превращения и др.), либо принимается поправочный коэффициент неадекватно действующему механизму изнашивания (скорость повреждения и износа которых различна). Целью настоящей работы является повышение точности и достоверности измерения износа узлов трения скольжения за счет применения разработанного способа кластеризации АЭ сигналов на основе их спектрально-временного подобия, позволяющего распознавать основные действующие механизмы изнашивания и помехи.

Описание способа

Предложенный способ основан на учете влияния нескольких доминирующих механизмов изнашивания, идентифицируемых по подобию амплитудных и спектральных оценочных параметров АЭ, получаемых с применением беспороговой записи АЭ, малого скользящего окна – кадра, длина которого много меньше длительности цикла нагружения. Перед применением способа проводятся настроечные работы, целью которых является определение и выбор информативного параметра оценки АЭ, коррелирующего с износом (массовым, объемным или линейным) и определение для него тарировочных коэффициентов для каждого типа доминирующего механизма изнашивания. Последнее достигается активацией действия доминирующих механизмов изнашивания силовой нагрузкой, нагревом, скоростью скольжения или условиями смазывания и выполняется по методике [1]. При апробации способа установлено, что для выявления сигналов от доминирующих механизмов изнашивания применимы алгоритмы кластеризации АЭ данных, исследованные в работе [2]. Эти алгоритмы с достаточной точностью позволяют получить первичные для реализации способа данные в виде: количества доминирующих механизмов изнашивания (количества источников АЭ); времени их действия; количества АЭ сигналов (кадров записи), приходящихся на время их действия и их характеристики в параметрах оценки АЭ.

Библиографический список

1. Inorganic Materials, 2017. – 53(15). –1506-1512.
2. Lubricants. – 2020. – 8(5). – 52.

Автор для переписки

* - Растегаев Игорь Анатольевич, E-mail: RastIgAev@yandex.ru

Апробация способа

Практическая реализация способа АЭ измерения износа узлов трения скольжения осуществляется путем мониторинга их работы (испытания) с непрерывным расчетом необходимых параметров оценки АЭ для ее кластеризации и оценки износа. Последнее проводится по выбранному при настроечных работах информационному параметру путем корректировки его величины тарировочными коэффициентами, которые применяются в зависимости от действующего в текущий момент вида доминирующего источника АЭ, что устанавливается параллельным кластерным анализом АЭ данных. Апробация способа была проведена на двух схемах лабораторных трибологических испытаний (ГОСТ 9490 и ASTM G99). Для демонстрации информативности и результатов применения способа на рисунке 1 приведен пример испытания по ASTM G99, на котором показаны кривые линейного износа стального шарового индентора (ШХ-15) при сухом трении по более твердой стали (Р6М5) полученные: измерением интегрального износа трансформаторным датчиком LVDT-типа (h_1, мкм), методом [1] (h_2, мкм) и предлагаемым АЭ способом (h_3, мкм). На фоне рисунка 1 приведены результаты кластеризации АЭ данных по скорости и дисперсии изменения среднеквадратичного значения АЭ (RMS) [2], где сигналы:○-типа соответствуют преимущественно абразивному износу;△-типа – адгезионному схватыванию в отдельных точках, а □ -типа пластическому оттеснению с наволакиванием материала (см. фотографии, полученные в исследованиях методом [1]). Сопоставление оценок износа в ключевых точках испытаний различными способами показало: степень подобия формы кривых изнашивания (квадрат корреляции Пирсона) $r^2 \approx 64\pm29\%$ между h_1 и h_3, $72\pm24\%$ между h_1 и h_2, $96\pm2\%$ между h_2 и h_3; расхождение определения глубины износа $\Delta h \approx 16\pm11\%$ между h_1 и h_3, $15\pm6\%$ между h_1 и h_2, $10\pm5\%$ между h_2 и h_3. Таким образом, полученные данные свидетельствуют о работоспособности и перспективности разработанного АЭ способа, отличительной особенностью которого от известных решений является, во-первых, учет при расчете износа нескольких возможных механизмов повреждения узла трения, во-вторых, возможность on-line отслеживания скорости изнашивания узла трения.

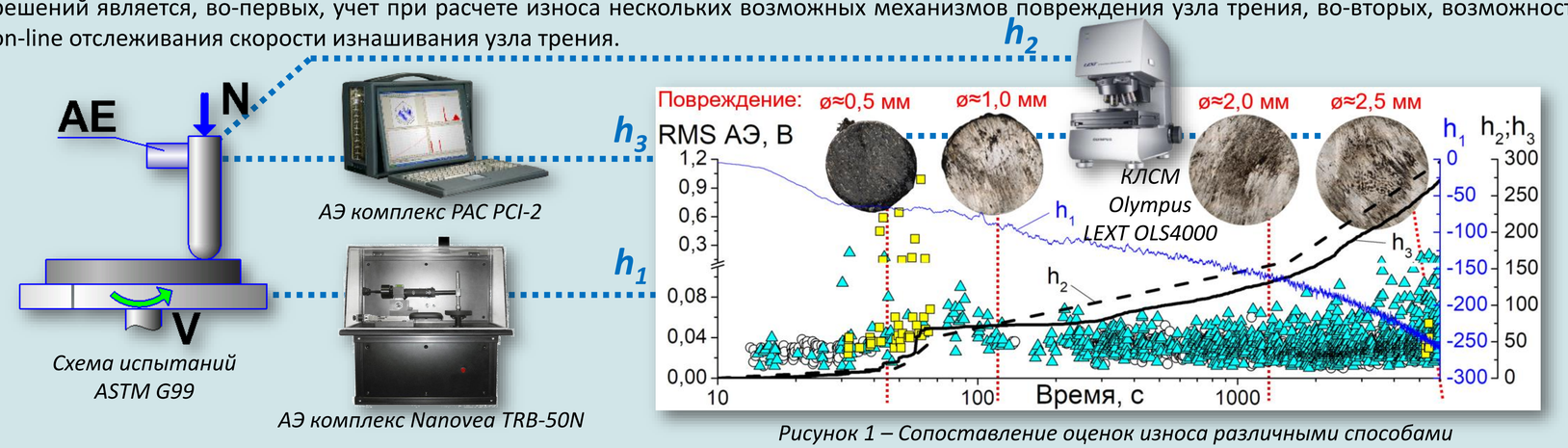


Рисунок 1 – Сопоставление оценок износа различными способами

АПП-2021/ФШМ-2021
13-17 сентября 2021
г.Тольятти

ПРИМЕНЕНИЕ ИНТЕГРАЛЬНОГО МЕТОДА СВОБОДНЫХ КОЛЕБАНИЙ ДЛЯ КОНТРОЛЯ СПЛАВЛЕНИЯ БАББИТОВОГО СЛОЯ С ОСНОВОЙ ПОДШИПНИКОВ СКОЛЬЖЕНИЯ ПРОМЫШЛЕННОГО ОБОРУДОВАНИЯ

Растегаева И.И.[1], Чугунов А.В.[2], Растегаев И.А.[1]*, Мерсон Д.Л.[1]
[1]Тольяттинский государственный университет, Тольятти, Россия
[2]Литейный завод ООО «СКЕТЕКС-АВТО», г. Тольятти, Россия

ТОЛЬЯТТИНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

Аннотация

Одним из основных оцениваемых при производстве подшипников скольжения показателей является качество соединения (сплавления) антифрикционного слоя с основой [1, 2 и др.], что сегодня на 100% контролируется с помощью ультразвукового (УЗ) метода [1-3 и др.]. УЗ метод при всех своих преимуществах имеет существенный недостаток в виде необходимости полного сканирования рабочей поверхности обеих частей (полуколец) подшипников или вкладышей. Последнее при серийном производстве и/или больших габаритах подшипников требует существенных временных затрат. Одним из возможных путей сокращения объема УЗ контроля является предварительное применение интегрального метода свободных колебаний (ИМСК) [2], который заключается в ударе легким молотком по подвешенному или опертому на подставке подшипнику. Положительный эффект достигается тем, что УЗ контролю подвергаются только те подшипники, которые не имеют звуковых акустических признаков несплавления антифрикционного слоя с основой. ИМСК не требует сканирования, прост в реализации и имеет высокую производительность, но проблема его применения состоит в том, что до сих пор распознавание звуковых акустических признаков дефекта выполняется оператором на слух, что не позволяет выявить несплавления (отслоения) малых и средних площадей. Учитывая, что показатели качества достаточно жесткие (обычно допускается несплавление протяженностью не более 20-30% периметра сопряжения слоя с основой или 30% рабочей (опорной) поверхности подшипника), требуется разработка новых подходов, направленных на повышение результативности применения ИМСК, что и являлось целью настоящей работы.

Описание способа

Поставленная цель достигалась воздействием на объект контроля источником калиброванного акустического импульса с последующим спектрально-временным анализом звуковых сигналов-откликов. Известно, что только начальная амплитуда свободных колебаний определяется возмущающей силой, остальные же характеристики (частота колебаний, добротность, коэффициент затухания, время затухания и т.д.) целиком зависят от диссипативных свойств самой системы – в данном случае площадью несплавления слоя с основой. Поэтому калиброванное воздействие введено для упрощения процедуры регистрации и анализа сигналов акустического отклика. При этом сам анализ данных построен на «классическом» подходе, при котором принято, что изделие, не имеющее дефекта, является колебательной системой с эталонными параметрами затухания частотных составляющих, которые не будут в точности воспроизводиться в дефектных изделиях. В настоящее время создан алгоритм обработки сигналов на основе анализа их оценочных параметров во временной и спектральной областях. Апробация, оценка достоверности и доводка разработанного алгоритма проводится при выявлении и подтверждении дефекта тремя методами: ИМСК (см. рисунки); УЗ метод и визуально-измерительно после кратковременного воздействия на дефектную часть газовой горелкой (метод плавления).

Библиографический список

1. ОСТ 31.003.5-74 / Л.: Изд-во "Транспорт", 1975.
2. РД 31.28.09-93 / СПб.: ЦНИИМФ, 1993.
3. ГОСТ Р ИСО 4386-1-94 / М.: Изд-во стандартов, 1994.

Автор для переписки

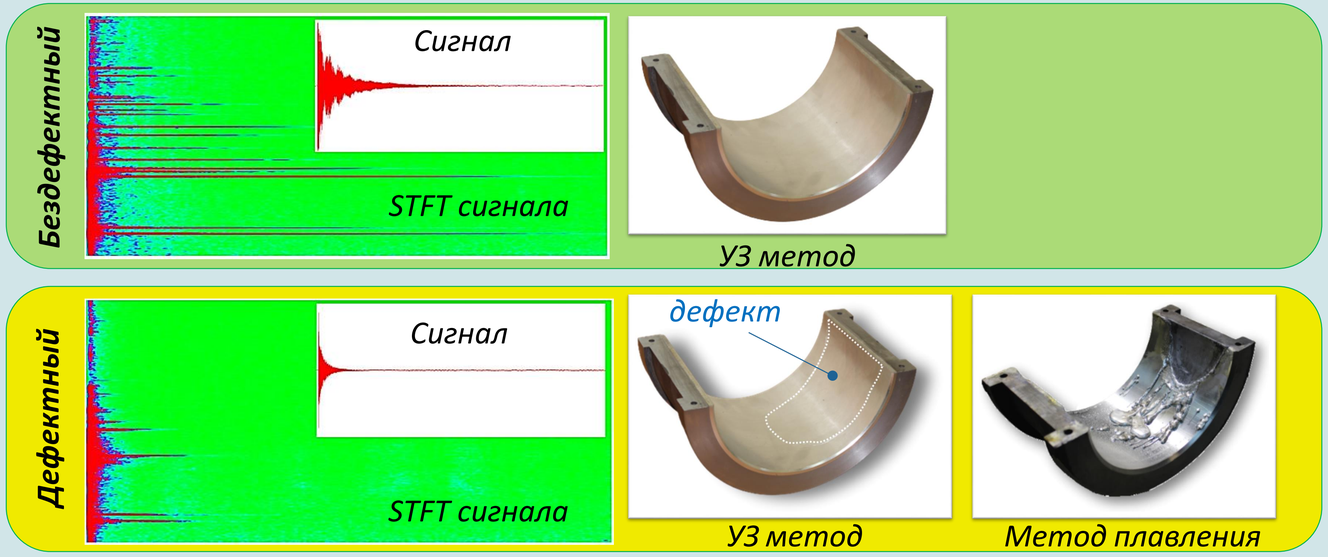
* - Растегаев Игорь Анатольевич, E-mail: RastIgAev@yandex.ru

Апробация способа

При апробации предлагаемый подход ИМСК реализовался путем сбрасывания стального шарика ø12 мм на дефектные и бездефектные баббитовые подшипники 7 типов (ø104…ø235 мм) с фиксированной высоты (850 мм) и цифровой регистрации звукового отклика с помощью микрофона (1…20 кГц), который подтвердил возможность выявления дефекта площадью меньше, чем выявляет оператор на слух (минимум в 1,4 раза). Установлено, что дальнейшее повышение чувствительности предлагаемого подхода реализации ИМСК затрудненно из-за высокой погрешности определения использованных «стандартных» оценочных величин сигнала-отклика, обусловленного биением формы волны по причине наличия нескольких конкурирующих несущих (главных) частот, возникающих при колебании подшипников и вкладышей сложной фасонной геометрии (рисунок 2). В связи с этим для дальнейшего повышения чувствительности предлагаемого подхода реализации ИМСК требуется разработка новых оценочных параметров сигналов акустического отклика, которые, во-первых, имели бы значимое отличие при малых площадях отслоения, а, во-вторых, малую погрешность их определения, по сравнению с оценочными параметрами, используемыми сегодня. Поиск оценочных параметров, удовлетворяющих обозначенным критериям, является дальнейшим предметом исследований по данному направлению.



Схема измерения ИМСК



АПП-2021/ФШМ-2021
13-17 сентября 2021
г.Тольятти

РАЗРАБОТКА ПОДХОДА ОЦЕНКИ ПОВРЕЖДЕННОСТИ НЕСУЩИХ ЭЛЕМЕНТОВ ДИНАМИЧЕСКОГО ОБОРУДОВАНИЯ ПО АЭ ПРИЗНАКАМ

Растегаев И.А.*, Хрусталев А.К., Данюк А.В., Линдеров М.Л., Афанасьев М.А., Мерсон Д.Л..
Тольяттинский государственный университет, Тольятти, Россия

ТОЛЬЯТТИНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

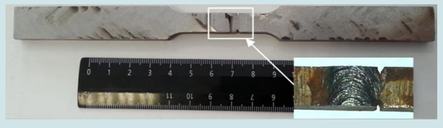
Аннотация

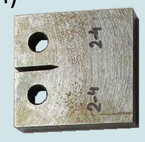
При эксплуатации промышленного оборудования, особенно работающего при циклических нагрузках, актуальна проблема раннего обнаружения трещин, развивающихся в корпусных и силовых элементах [1, 2]. Хорошо известно [2, 3], что зарождение и рост хрупких трещин сопровождается акустической эмиссией (АЭ) в виде импульсных сигналов, которые детектируются с высокой стабильностью и точностью. Сигналы АЭ, генерируемые при росте трещины в вязкой конструкционной стали, имеют преимущественно непрерывный вид и низкий уровень амплитуды [3, 4], что вызывает трудность их детектирования (рисунок 1). Поэтому при мониторинге методом АЭ промышленного оборудования практически невозможно выявить трещину на ранних стадиях (докритического размера). Целью исследования является разработка подходов по оценке поврежденности циклически нагруженного материала промышленного оборудования и определению момента его перехода в критическое состояние путем анализа низкоамплитудной непрерывной АЭ, сопровождающей разрушение большинства вязких материалов. При этом под критическим состоянием понимается такая его поврежденность по механизму трещинообразования, при которой материал еще сохраняет работоспособность, но уже находится на пределе своих прочностных свойств, т.е. велика вероятность развития магистральной трещины.

Методы и материалы

Материалы: сталь 09Г2С, Ст3, 20Л
Методы исследований: ASTM E647 (sin, 10Гц, R=0,1)
Тип образцов:

1. плоские типа IV ГОСТ 25.502 со сварным соединением С25 ГОСТ 5264 по середине, в зоне термического влияния (ЗТВ) которого выполнялся конусный надрез типа VI ГОСТ 25.502 (образцы из 09Г2С и Ст3);
2. компактные образцы с краевым надрезом типа 3 ГОСТ 25.506 или CT ASTM E647 (образцы из 20Л)





Исследовательское оборудование:

1. сервогидравлическая машина Instron 8802 (Англия-США);
2. 2-х канальный АЭ комплекс PAC-PCI2 (США)

Библиографический список

1. ПБ 03-593-03 / М.: ПИО ОБТ, 2003
2. Неразрушающий контроль: Справочник. Том 7. Книга 1. Под общ. ред. В.В. Клюева / М.: Машиностроение, 2005 – 829 с.
3. Неразрушающий контроль усталостных трещин акустико-эмиссионным методом / М.: Изд-во стандартов, 1987 – 128 с.
4. Акустическая эмиссия. Применение для испытаний материалов и изделий / М.: Изд-во стандартов, 1976. – 272 с.
5. Дефектоскопия. –1981. – 9. – С. 6-10.
6. Lubricants. – 2020. – 8(5). – 52.
7. Патент RU 2684709 от 19.03.2018г.

Автор для переписки

* - Растегаев Игорь Анатольевич, E-mail: RastIgAev@yandex.ru

Результаты и их обсуждение

Общий уровень АЭ (суммарная энергия АЭ за цикл нагружения) возрастает по мере приближения к разрушению. При этом по мере роста трещины на АЭ записи каждого цикла нагружения с некоторого момента начинают выделяться два АЭ максимума, которые на временной развертке симметрично отстоят от точки приложения максимального усилия на некотором расстоянии (рисунок 1 и 2). В работах [3, 5] показано, что данному временному положению соответствуют АЭ от трения берегов трещины. Учитывая, что временное положение максимумов АЭ прогнозируемо (по данным [3, 5] и др. работ), трение берегов трещины происходит на каждом цикле нагружения и два раза (при раскрытии на прямом ходе и закрытии на обратном), то, следовательно, высока вероятность обнаружения трещины по АЭ сигналам от трения берегов. Однако данные сигналы на ранней стадии развития трещины всего на 3…4 дБ превышают фоновый уровень изменения АЭ, и поэтому их обнаружение амплитудной дискриминацией затруднено (как с применением фиксированного, так и плавающего порога), т.к. сопровождается постоянным ложным срабатыванием детектора (рисунок 1). В связи с этим, АЭ данного вида предлагается выявлять по признакам ее спектрально-временного подобия в два этапа.

На первом этапе выявление сигналов от трения берегов трещины проводится посредством кластерного анализа путем оценки подобия амплитудных и спектральных оценочных параметров АЭ, получаемых с применением малого скользящего окна (длина окна много меньше длительности цикла нагружения) применительно к беспороговой записи АЭ.

На втором этапе проводится подтверждение факта наличия трещины путем оценки подобия изменения АЭ за цикл нагружения (т.е. длина окна анализа АЭ равна длительности цикла нагружения).

В работе установлено, что на первом этапе могут быть использованы алгоритмы, предложенные и апробированные в работе [6], на втором – способ [7]. Апробация на двух схемах лабораторных испытаний трех вязких материалов подтвердила работоспособность предлагаемого иерархического подхода, поэтому на его базе был создан алгоритм оценки перехода циклически нагруженных вязких материала в критическое состояние по непрерывной АЭ, который сегодня проходит апробацию при оценке поврежденности материала элементов промышленного оборудования, работающего в условиях циклического приложения нагрузок.

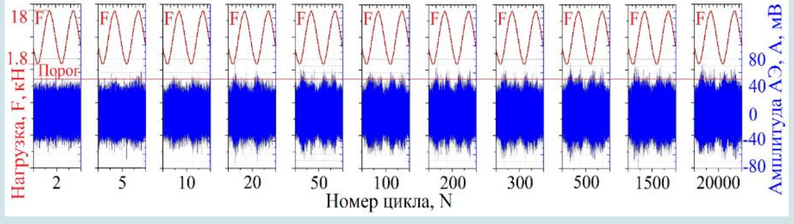


Рисунок 1 – Общий вид исходных АЭ данных получаемых при сопровождении усталостных испытаний вязких сталей на рост трещины

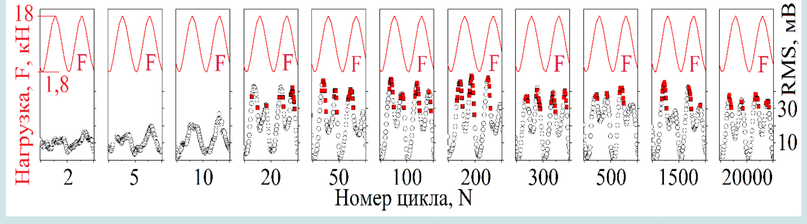


Рисунок 2 – Результаты анализа АЭ данных (показанных на рис.1) предлагаемых подходом, где: ■ - АЭ сигналы связанные с трением берегов трещины

АПП-2021/ФШМ-2021
13-17 сентября 2021
г.Тольятти

МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СТЕКЛОУГЛЕПЛАСТИКОВ НА ОСНОВЕ ЭПОКСИДНОГО СВЯЗУЮЩЕГО Т-107

Овдак О.В.*[1], Калинин Ю.Е.[1], Кудрин А.М.[2] , Караева О.А.[2.]
[1]Воронежский государственный технический университет, Воронеж, Россия,
[2]АО»Русавиаинтер», Воронеж, Россия

Аннотация

Представлены результаты исследования механических свойств гибридных ПКМ с различным процентным соотношением углеродного наполнителя Formosa TC-35 (12K) и стеклянного наполнителя Т-10-14 в эпоксидной матрице Т-107. Установлено, что стеклоуглепластики по механическим свойствам предпочтительны для использования в конструкциях, работающих на изгиб.

Ключевые слова: углеродное волокно (УВ), стекловолокно (СВ), углепластик, стеклоуглепластик, эпоксидная матрица, предел прочности, модуль упругости, деформация, относительное удлинение.

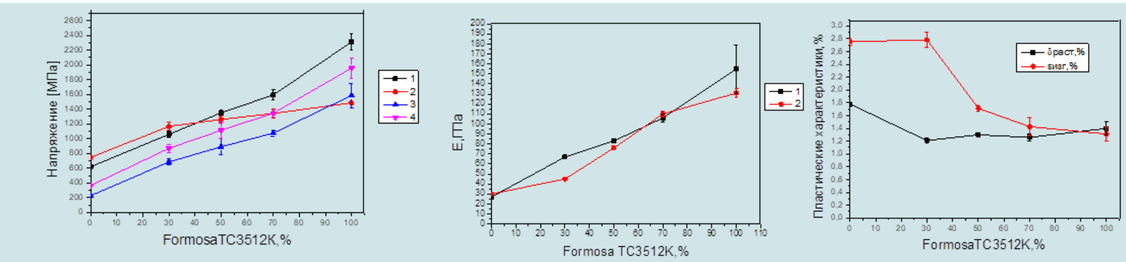
Таблица 1 – Механические свойства при растяжении изгибе для гибридных ПКМ на основе матрицы Т-107

Наименование пластиков ПКМ	Углерод/ стекляннный нап-ль, %	Предел упругости $\sigma_{0.05}$, МПа	Предел текучести $\sigma_{0.2}$, МПа	Предел прочности при растяжении $\sigma_{В}$, МПа	Модуль упругости при растяжении Е, ГПа	Предел прочности при изгибе $\sigma_{Визг}$, МПа	Модуль упругости при изгибе Е, ГПа	$\delta_{раст.}$, %	$\varepsilon_{изгиб.}$, %
Углепластик Formosa TC 35(12K)+Т-107	100 / 0	1590 ± 160	1956 ± 143	2 310 ± 110	155 ± 24	1485 ± 31	131 ± 4	1,4±0,1	1,31±0,1
СтеклоуглепластикFormosa TC 35 (12K) +Т-10-14+Т-107	70 / 30	1075 ± 43	1345 ± 48	1 593 ± 68	106 ± 4	1342 ± 57	110 ± 3	1,26±0,06	1,42±0,14
СтеклоуглепластикFormosa TC 35 (12K) +Т-10-14+Т-107	50 / 50	890 ± 106	1113 ± 106	1 351 ± 33	83 ± 2	1 261 ± 50	76 ± 2	1,30±0,02	1,71±0,05
СтеклоуглепластикFormosa TC 35 (12K) +Т-10-14+Т-107	30 / 70	684 ± 44	868 ± 58	1 059 ± 46	67 ± 2	1 166 ± 51	45 ± 1	1,21±0,05	2,78±0,12
Стеклопластик Т-10-14+Т-107	0 / 100	228 ± 12	365 ± 14	619 ± 13	27 ± 0,2	746 ± 27	30 ± 1	1,78±0,03	2,76±0,05

Методика эксперимента

Препреги на основе угле – и стекло- наполнителей и расплавного эпоксидного связующего Т-107 были получены методом hot-melt с помощью лабораторного опытно-технологического комплекса пропитки COS.T.A. После изготовления препрегов произвели раскрой и выкладку слоев полуфабрикатов в направлении 0°, а затем сборку технологических пакетов для формования пластин ПКМ методом прямого прессования на прессе Langzaunerperfect LZT-UK-25-L. Испытания на растяжение проводили на разрывной универсальной машине Instron 5985 с максимальным усилием 250 кН в соответствии с требованиями стандарта ASTM D3039. Испытания на изгиб проводили на универсальной испытательной машине Instron 5982 с помощью оснастки WTFFL-149, обеспечивающей нагружение на изгиб с заданной постоянной скоростью перемещения траверсы V = 1 мм/мин при температуре t = 22°C в соответствии с международным стандартом ASTM D7264.

Результаты и их обсуждение



а) б) в)

Рис. 1- Зависимости механических характеристик ПКМ от состава армирующего наполнителя Formosa TC -35(12K), %:
а) Пределов прочности:1 – $\sigma_{Враст}$,МПа; 2 - $\sigma_{Визгиб}$,МПа; 3 - $\sigma_{0.2}$,МПа; 4 - $\sigma_{0.05}$,МПа;
б) Модуля упругости Е, ГПа при растяжении (1) и изгибе (2);
в)) Пластических характеристик при растяжении и изгибе.

При испытании на изгиб зависимость прочностных свойств от концентрации углеродного волокна Formosa TC -35(12K) претерпевает излом при 30% УВ, при испытании на растяжение – при 70 % УВ. При этом величина $\sigma_{Визгиб} << \sigma_{Враст.}$ Вероятно, это связано с тем, что модуль упругости (Е, ГПа) СВ в продольном направлении совпадает с Е, ГПа в поперечном направлении, а Е, ГПа УВ в поперечном направлении существенно ниже продольного Е, ГПа.

Выводы:

- **Величина предела прочности углеродного наполнителя $\sigma_{Визгиб} << \sigma_{Враст.}$**
- **Параметры пластичности при разрушении изгибом выше у стеклопластиков.**
- **При проектировании конструкции, работающих на изгиб, в углепластиках с матрицей Т-107 до 50% УВ Formosa TC-35(12K) может быть заменено на более дешевую стеклоткань Т-10-14.**

Автор для переписки
* - Овдак Ольга Васильевна , аспирант кафедры ФТТ ФГБОУ ВО «ВГТУ», ovovdak@mail.ru, +7(473)207-22-20, 394006, г. Воронеж, ул. 20-летия Октября, д.84.

АПП-2021/ФШМ-2021
13-17 сентября 2021
г.Тольятти

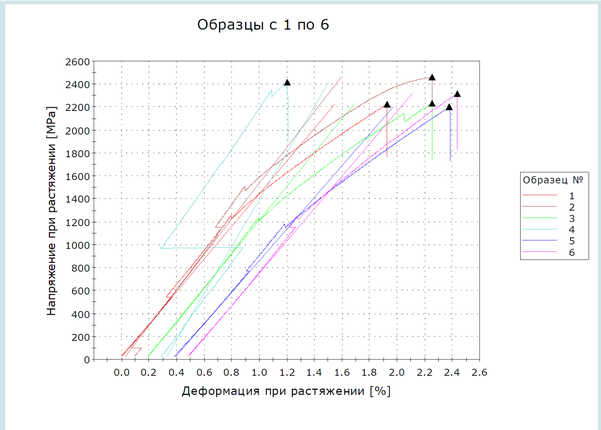
ОСОБЕННОСТИ РАЗРУШЕНИЯ ПРИ РАСТЯЖЕНИИ СТЕКЛОУГЛЕПЛАСТИКОВ НА ОСНОВЕ ЭПОКСИДНОЙ МАТРИЦЫ Т-107

Овдак О.В.*[1], Калинин Ю.Е.[1], Кудрин А.М.[2] , Караева О.А.[2].
[1]Воронежский государственный технический университет, Воронеж, Россия,
[2]АО»Русавиаинтер», Воронеж, Россия

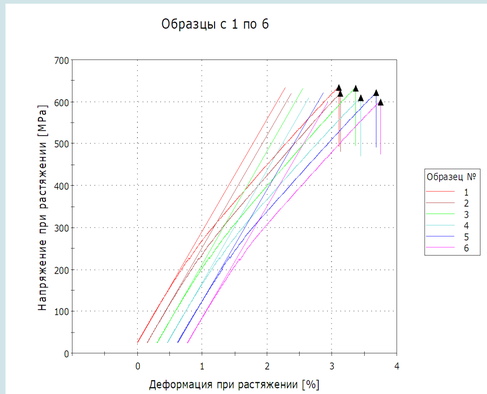
Аннотация

Представлены результаты исследования механических свойств стекло - и углепластиков с наполнителями Т-10-14 и Formosa ТС-35 (12К) в матрице Т-107. Принимая во внимание существенную величину разницы между модулями упругости УВ и СВ и полимерной матрицы Т-107, предположено, что наблюдаемый эффект разупрочнения композитов связан с процессом последовательного разрыва волокон по мере роста приложенной нагрузки. На основании этого разработана модель деформации и по полученным экспериментальным данным сделана оценка функции распределения g(f) вероятности обнаружения на единице волокна величины его прочности.
Ключевые слова: углеродное волокно (УВ), стекловолокно (СВ), углепластик, стеклопластик, предел прочности, модуль упругости

Результаты и их обсуждение



а)



б)

Рис.1 - Кривые σ(ε) при растяжении для углепластика Formosa ТС-35 (12К)+Т-107 (а) и стеклопластика Т-10-14+Т-107 (б).

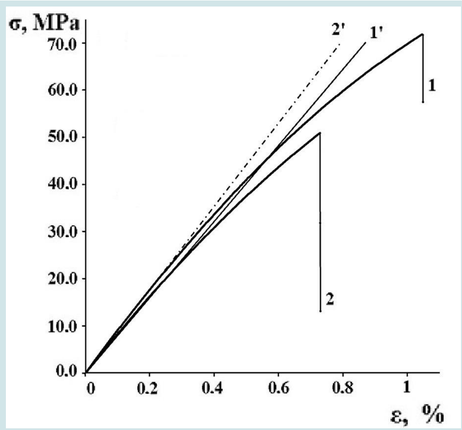


Рис.2 - Кривые σ(ε) при растяжении для образцов 1 и 2 материала Т-107.

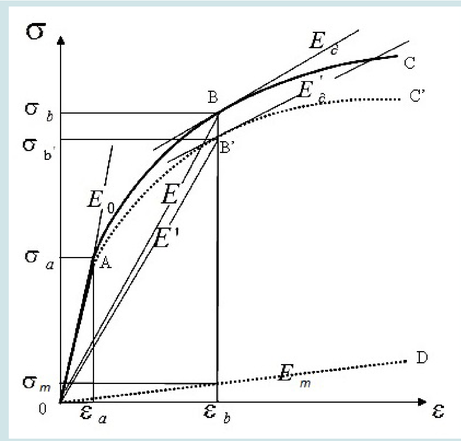


Рис. 3 – Характерный вид деформационной кривой растяжения композита.

Наиболее высокие значения прочностных свойств наблюдаются у углепластика (рис.1а),самые низкие – у стеклопластика (рис.1.б). Анализ полученных результатов показал, что независимо от состава композита на деформационных кривых наблюдаются две ярко выраженных стадии: упругой деформации и стадии разупрочнения, связанной с разрушением волокнистого композита. Принимая во внимание существенную разницу величин между модулями упругости и пределом прочности углеволокна (УВ), стекловолокна (СВ) и полимерной матрицы, можно предположить, что наблюдаемый эффект разупрочнения композитов связан с процессом последовательного разрыва волокон по мере роста приложенной нагрузки. Наблюдаемый рост приложенной нагрузки на стадии деформационного упрочнения свидетельствует о том, что волокна в образце имеют разброс по уровню прочности, то есть с распределением прочностных характеристик волокна по длине. С ростом длины волокна в образце, а, следовательно, длины самого образца, растет вероятность появления участков нити с более низким уровнем прочности. При этом в общем случае должен понижаться измеряемый в эксперименте предел упругости и, как следствие, предел прочности композита. Эта зависимость прочностных характеристик композита от геометрических параметров изделия определяется функцией распределения g(f) прочности волокна по его длине, определяемую по формуле $g(f)=\frac{1}{L}\left(\frac{\partial n}{\partial \sigma}\right)=\frac{1}{f}\left\{1-\frac{(E_0-E_m)}{(E-E_m)}\right\}$. Для нахождения этой функции необходимо знать модуль упругости матрицы, определяемый по экспериментальным данными деформационных кривых на рис.2-3.

* - **Автор для переписки**
* - Овдак Ольга Васильевна , аспирант кафедры ФТТ ФГБОУ ВО «ВГТУ», ovovdak@mail.ru, +7(473)207-22-20, 394006, г. Воронеж, ул. 20-летия Октября, д.84.

АПП-2021/ФШМ-2021
13-17 сентября 2021
г.Тольятти

Взаимосвязь фрагильности с релаксацией сдвиговой упругости в высокоэнтропийных объемных аморфных сплавах

Макаров А.С.*[1], Гончарова Е.В.[1], Qiao J.C.[2], Кобелев Н.П.[3], Хоник В.А.[1]
[1]Воронежский государственный педагогический университет, г. Воронеж, Россия
[2]Northwestern Polytechnical University, Xi'an, China
[3]Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Россия

Аннотация

Предложен и экспериментально апробирован метод расчета фрагильности высокоэнтропийных объемных аморфных сплавов на основе данных по релаксации сдвиговой упругости в интервале переохлажденной жидкости.

Введение

Исследования переохлажденных жидкостей показывают значительное разнообразие их динамических свойств, особенно вязкости η. Величина, характеризующая скорость изменения сдвиговой вязкости при изменении температуры в области переохлажденной жидкости в англоязычной литературе получила название «fragility» [1]. К настоящему времени установлено, что свойства аморфных сплавов зависят от фрагильности «fragility». Фрагильность определяется из данных сдвиговой вязкости η соотношением

$$m = \left[\frac{d \log_{10} \eta}{d(T_g / T)} \right]_{T=T_g}. \qquad (1)$$

В последнее время внимание многих исследователей сосредоточено на новом классе стеклообразующих сплавов, которые получили название высокоэнтропийные объемные аморфные сплавы (ВЭОАС).

Результаты и их обсуждение

Нерелаксированный модуль сдвига G является главным физическим параметром Межузельной теории (МТ), которая позволяет с единообразной позиции рассматривать кристаллическое, жидкое и аморфное состояние [2]. Представляет интерес исследование вопроса взаимосвязи фрагильности ВЭОАС с релаксацией сдвиговой упругости. Используя основное соотношение МТ можно получить формулу для расчета фрагильности ВЭОАС в виде

$$m = \left(1 - T_g \frac{d \ln G_{sql}}{dT} \right) \log_{10} \frac{\eta_g}{\eta_0}, \qquad (2)$$

где T_g – температура стеклования, G_{sql} – зависимость модуля сдвига в интервале стеклования, η_g – величина сдвиговой вязкости при стекловании (10^{12} Па·с), η_0 – теоретический температурный предел вязкости (≈10^{-4} Па·с) [3]. Показанные на рис. данные $\eta(T)$ и $G(T)$ были использованы для определения фрагильности по формулам (1) и (2). Расчеты по формуле (1) дают величины $m = 29.3 \pm 0.7$ и $m = 28.2 \pm 0.8$, а по формуле (2) – $m = 30.0 \pm 0.5$ и $m = 29.3 \pm 0.5$ для ВЭОАС $Ti_{16.7}Zr_{16.7}Hf_{16.7}Cu_{16.7}Ni_{16.7}Be_{16.7}$ и $Zr_{35}Hf_{17.5}Ti_{5.5}Al_{12.5}Co_{7.5}Ni_{12}Cu_{10}$ соответственно.

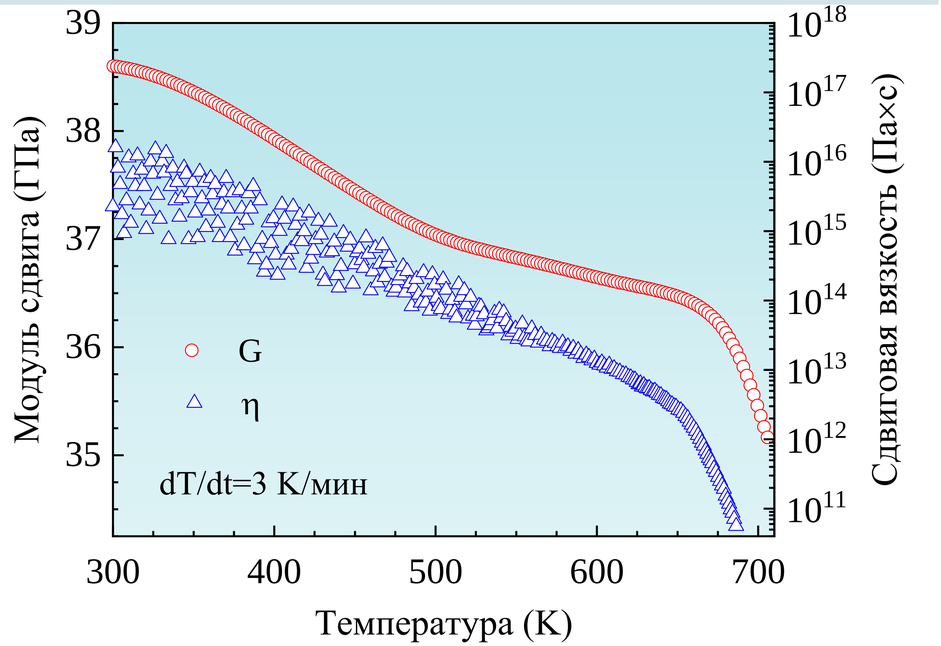


Рис.

Экспериментальные данные температурных зависимостей модуля сдвига G и сдвиговой вязкости η ВЭОАС $Ti_{16.7}Zr_{16.7}Hf_{16.7}Cu_{16.7}Ni_{16.7}Be_{16.7}$.

Финансирование

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта Президента РФ (проект МК-1101.2020.2).

Автор для переписки

* - Макаров Андрей Сергеевич, a.s.makarov.vrn@gmail.com, http://phys.vspu.ac.ru/staff.html#staff, 394043 г. Воронеж, ул. Ленина, д. 86 каф. общей физики

Библиографический список

1. **Martinez L.M., Angell C.A. // Nature – 2001. – Vol. 410. – P. 663.**
2. **Granato A.V. // Phys. Rev. Lett. – 1992. – Vol. 68. – P. 974-977.**
3. **Макаров А.С., Гончарова Е.В., Цзиао Ц.Ч., Кобелев Н.П., Хоник В.А. // Письма в ЖЭТФ. – 2021. – Т. 113. В. 11. – С. 751 – 756.**

АПП-2021/ФШМ-2021
13-17 сентября 2021
г.Тольятти

Взаимосвязь температурных коэффициентов модулей сдвига металлических стекол и их кристаллических аналогов

Макаров А.С.*[1], Гончарова Е.В.[1], Qiao J.C.[2], Кобелев Н.П.[3], Глезер А.М.[1,4], Хоник В.А.[1]
[1]Воронежский государственный педагогический университет, г. Воронеж, Россия
[2]Northwestern Polytechnical University, Xi'an, China
[3]Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Россия
[4]Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва, Россия

Аннотация

Для 24 металлических сплавов показано, что температурные зависимости относительных изменений модуля сдвига сплава в аморфном и кристаллическом состояниях ниже температуры стеклования приблизительно равны при условии, что структурная релаксация отсутствует.

Введение

Металлические стекла (МС) получают путем плавления и последующей закалки расплавов кристаллических аналогов. Следовательно, на свойствах МС неизбежно должны отражаться свойства кристаллических аналогов. Например, свойства стекла PdNiCuP должны быть связаны с интерметаллической и/или фосфидной кристаллическими фазами этой системы. Однако выявление такого рода взаимосвязи представляет собой серьезную задачу, которая далека от решения. Насколько нам известно, единственная теоретическая модель, напрямую связывающая свойства кристаллического и стеклообразного состояния – это Межузельная теория (МТ) [1], которая позволяет с единообразной позиции рассматривать кристаллическое, жидкое и стеклообразное состояние.

Результаты и их обсуждение

Взаимосвязь температурных коэффициентов модулей сдвига металлических стекол и их кристаллических аналогов следует из основного уравнения МТ

$$G = G_{cryst} \exp(-\alpha\beta c), \quad (1)$$

где G – модуль сдвига стекла, G_{cryst} – модуль сдвига кристаллического аналога, c – концентрация дефектов, подобных межузельным гантелям, β – сдвиговая восприимчивость и α – безразмерный параметр, близкий к единице. Если структурная релаксация в стекле отсутствует (например, подавлена путем предварительного отжига), то произведение $\alpha\beta c$ можно считать константой, и тогда уравнение (1) можно переписать как

$$\frac{d\ln G}{dT} = \frac{d\ln G_{cryst}}{dT}. \quad (2)$$

Уравнение (2) означает, что температурные коэффициенты модуля сдвига в стекле и в аналогичном кристалле должны быть равны при температурах, которые не приводят к какой-либо структурной релаксации.

В табл. приведена часть списка исследованных нами МС и значения температурных коэффициентов модуля сдвига в стеклообразном $d\ln G / dT$ и кристаллическом $d\ln G_{cryst} / dT$ состояниях, вычисленные при температуре T = 400 К, т.е. при отсутствии структурной релаксации [2].

Таблица. Температурные коэффициенты модулей сдвига сплавов в стеклообразном и кристаллическом состояниях

№	Химический состав	$\frac{d\ln G}{dT}$ [10^{-4}/K]	$\frac{d\ln G_{cryst}}{dT}$ [10^{-4}/K]
1	$Pd_{40}Cu_{30}Ni_{10}P_{20}$	-3.20 ± 0.14	-4.03 ± 0.19
2	$Pd_{43.2}Cu_{28}Ni_{8.8}P_{20}$	-2.71 ± 0.08	-3.72 ± 0.08
3	$Pd_{41.25}Cu_{41.25}P_{17.5}$	-3.49 ± 0.01	-3.58 ± 0.06
4	$Pd_{40}Ni_{40}P_{20}$	-2.76 ± 0.04	-3.06 ± 0.07
5	$(Pd_{40}Ni_{40}P_{20})_{99}Co_1$	-2.99 ± 0.08	-3.19 ± 0.09
6	$(Pd_{40}Ni_{40}P_{20})_{99.4}Fe_{0.6}$	-3.03 ± 0.06	-3.16 ± 0.04
7	$Zr_{45}Cu_{50}Al_5$	-2.63 ± 0.04	-2.71 ± 0.03
8	$Zr_{46}Cu_{46}Al_8$	-1.63 ± 0.03	-2.15 ± 0.09
9	$Zr_{46}(Cu_{4/5}Ag_{1/5})_{46}Al_8$	-2.08 ± 0.04	-2.07 ± 0.13
10	$Zr_{46}Cu_{45}Al_7Ti_2$	-2.43 ± 0.03	-2.30 ± 0.02
11	$Zr_{47}Cu_{45}Al_7Fe_1$	-1.92 ± 0.04	-2.29 ± 0.05
12	$Zr_{47.5}Cu_{47.5}Al_5$	-2.36 ± 0.03	-2.38 ± 0.03
13	$Zr_{48}Cu_{48}Al_4$	-2.51 ± 0.10	-2.19 ± 0.01
14	$Zr_{50}Cu_{40}Al_{10}$	-2.48 ± 0.03	-2.50 ± 0.03
15	$Zr_{65}Cu_{15}Ni_{10}Al_{10}$	-2.26 ± 0.02	-2.16 ± 0.05
16	$Cu_{49}Hf_{42}Al_9$	-2.61 ± 0.03	-2.75 ± 0.07

Финансирование

Работа поддержана грантом Российского научного фонда №20-62-46003.

Автор для переписки
* - Макаров Андрей Сергеевич, a.s.makarov.vrn@gmail.com, http://phys.vspu.ac.ru/staff.html#staff, 394043 г. Воронеж, ул. Ленина, д. 86 каф. общей физики

Библиографический список

1. Granato A.V. // Phys. Rev. Lett. – 1992. – Vol. 68. – P. 974-977.
2. Makarov A.S., Mitrofanov Yu.P., Goncharova E.V., Qiao J.C., Kobelev N.P., Glezer A.M., Khonik V.A. // Intermetallics. – 2020. – Vol. 125. – P. 106910.

АПП-2021/ФШМ-2021
13-17 сентября 2021
г.Тольятти

Изучение микроструктуры и механических свойств ванадийсодержащей высокоазотистой стали, полученной методом электронно-лучевой 3D-печати

Реунова К.А.*, Астафурова Е.Г., Астафуров С.В., Мельников Е.В., Панченко М.Ю., Майер Г.Г., Москвина В.А., Рубцов В.Е., Колубаев Е.А.
Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, г. Томск, Россия

Введение

Электронно-лучевое аддитивное производство (ЭЛАП) является одним из перспективных способов изготовления материалов, главным преимуществом которого является быстрое прототипирование изделий любых форм на основе заданной 3D модели. Одним из широко используемых сырьевых материалов для ЭЛАП-процесса является аустенитная нержавеющая сталь. Несмотря на высокую коррозионной стойкостью, вязкость разрушения и хорошую пластичность, аустенитные стали имеют низкие прочностные свойства. Кроме того, входящий в состав никель, используемый в качестве стабилизатора аустенита, является дорогостоящим и экологически небезопасным материалом. В качестве альтернативы никелю в сталях может выступать азот, являющийся сильным стабилизатором аустенита, повышающий стойкость материалов к коррозии, способствующий твердорастворному упрочнению, и улучшающий прочностные характеристики сталей. Легирование тугоплавкими материалами (Nb, V, Mo и др.) способствует лучшей растворимости азота, а также формированию более однородной микроструктуры в аустенитных высокоазотистых сталях, полученных методом ЭЛАП, подавляя направленный рост зерен за счет создания центров рекристаллизации при затвердевании материала. Цель работы – установить особенности микроструктуры и механических свойств ванадийсодержащей высокоазотистой стали, полученной методом ЭЛАП.

Методы и материалы

В качестве сырьевого материала для ЭЛАП-процесса была выбрана сталь с химическим составом: Fe-21,6Cr-25,7Mn-1,4V-0,7C-1,2N (масс. %). Процесс ЭЛАП осуществлялся при следующих параметрах: ток луча I=30-36 мА, скорость движения луча вдоль наносимого слоя V_b=2,5 мм/с, развертка луча спиральная от центра, частота развертки 1 кГц. В качестве подложки использовалась пластина из аустенитной нержавеющей стали. Полученные стенки имели размер 115×15×5 (мм) (ВАС-ЭЛАП). В работе для сопоставления с аддитивно-выращенным материалом использовались образцы литой стали после горячей ковки и закалки в воду от температуры 1200°С (ВАС-Л). Для исследования механических свойств методом одноосного статического растяжения из полученных заготовок были вырезаны образцы с размерами: 1,25×2,7×12 мм^3. Механические испытания проводились при комнатной температуре с начальной скоростью деформации 5×10^{-4} с$^{-1}$ с использованием электромеханической установки LFM-125 (Walter + Bai AG). Микроструктуру образцов изучали методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ, Zeiss Leo Evo 50 с приставкой для энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии). Рентгеноструктурный анализ образцов проводили на дифрактометре ДРОН-7 с использованием CoK_α излучения.

Результаты и их обсуждение

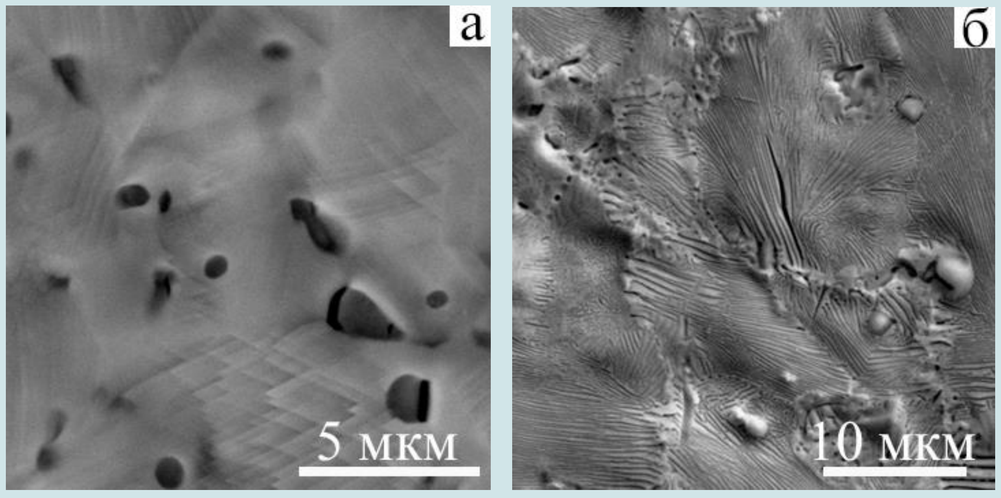


Рисунок 1. СЭМ-изображения поверхностей образцов исследуемых сталей: а – литая сталь, б – сталь после ЭЛАП

Микроструктурные исследования показали, что независимо от способа получения, в ванадийсодержащих сталях происходит формирование карбонитридов на основе ванадия и хрома в аустенитной структуре.

В образцах стали, полученной традиционным способом, были обнаружены карбонитридные частицы, распределенные равномерно в объеме материала, с формой близкой к сферической и размером в диапазоне 0,1-0,5 мкм (рис.1 а). Методом энергодисперсионного микроанализа было установлено, что что данная дисперсная фаза обогащена по ванадию и хрому относительно аустенитной фазы. Анализ данных микроструктурных исследований стали, полученных методом ЭЛАП, показывает, что помимо карбонитридных фаз на основе ванадия, в объеме аустенитных зерен формируются тонкие пластины, обогащенные по марганцу, хрому, углероду и азоту. Образование пластин карбонитридов в ЭЛАП-образцах обусловлено сложной термической историей процесса аддитивного производства (рис.1 б). Кроме того, в структуре происходит формирование хрупких интерметаллидных фаз (Fe, Cr, Mn, V) вдоль границ зерен.

Входящий в состав стали азот вызывает сильное твердорастворное упрочнение обеих сталей, о чем свидетельствуют высокие значения параметров кристаллических решеток *a* для сталей, полученных традиционным методом и при ЭЛАП процессе (табл. 1.). Независимо от способа изготовления, все исследуемые материалы характеризуются высокими значениями предела текучести $\sigma_{0,2}$, обусловленными твердорастворным упрочнением аустенитной фазы атомами внедрения и дисперсионным твердением (табл. 1). Ванадийсодержащая высокоазотистая сталь, полученная традиционным литьем, имеет хороший запас пластичности δ, в отличие от ЭЛАП-стали, в которой из-за присутствия дисперсных и интерметаллидных фаз образцы разрушаются на ранних степенях деформации, а величина удлинения до разрушения составляет всего 2 %.

Сталь	*a*, Å	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ, %	Сталь	*a*, Å	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ, %
ВАС-Л	3,652	840	28	ВАС-ЭЛАП	3,627	880	2

Таблица 1. Параметр решетки и механические свойства образцов исследуемых сталей

Заключение

Установлено, что независимо от способа получения, исследуемые стали характеризуются двухфазной структурой, состоящей из аустенита и дисперсных фаз. Показано, что твердорастворное упрочнение и дисперсионное твердение оказывают существенное влияние на прочностные свойства ванадийсодержащих сталей: все исследуемые материалы характеризуются высоким значением $\sigma_{0,2}$≈840 – 880 МПа. Наличие дисперсных фаз по границам и внутри зерен в стали, полученной методом ЭЛАП, вызывает преждевременное разрушение образцов, и величина пластичности составляет 2 %, в отличие от стали ВАС-Л, где величина пластичности достигает 28 %.

Благодарности. Работа выполнена в рамках государственного задания ИФПМ СО РАН, проект номер FWRW-2019-0030. Исследования проведены с использованием оборудования ЦКП «Нанотех» (ИФПМ СО РАН, Томск).

Автор для переписки: ***Реунова Ксения Андреевна***, E-mail: reunova.ksenya@mail.ru

АПП-2021/ФШМ-2021
13-17 сентября 2021
г.Тольятти

ВЛИЯНИЕ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКИХ ОБРАБОТОК НА МИКРОСТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ВЫСОКОЭНТРОПИЙНОГО СПЛАВА FeMnCrNiCo, ЛЕГИРОВАННОГО АТОМАМИ УГЛЕРОДА

Мельников Е.В., Астафуров С.В., Реунова К.А., Москвина В.А., Панченко М.Ю., Астафурова Е.Г.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск, Россия

Введение

В последние годы высокоэнтропийные сплавы (ВЭС) привлекают большое внимание материаловедов всего мира из-за их потенциального применения в качестве конструкционных материалов с высокими эксплуатационными характеристиками. Значительный интерес исследователей привлекает многокомпонентный сплав FeCrMnNiCo, также известный как сплав Кантора. В литом состоянии он обладает однофазной аустенитной структурой с ГЦК кристаллической решеткой и обладает высокой пластичностью и ударной вязкостью. Однако при комнатной температуре предел текучести сплава Кантора довольно низкий (170-200 МПа). Легирование многокомпонентного сплава FeCrMnNiCo атомами углерода позволяет значительно повысить его прочностные свойства за счет твердорастворного упрочнения аустенитной фазы и дисперсионного твердения. Но для сплавов с атомами внедрения, высокие значения конфигурационной энтропии не обеспечивают формирования однофазной структуры в литом состоянии. Образование крупных некогерентных карбидов $M_7C_3/M_{23}C_6$ происходит в процессе кристаллизации и их присутствие отрицательно сказывается на пластичности литых углеродистых многокомпонентных сплавов. Достижение высокопрочного состояния без потери пластичности возможно за счет модификации микроструктуры углеродистых сплавов с использованием термических и термомеханических обработок.

Цель данной работы – установить влияние термической и термомеханической обработок на микроструктуру, фазовый состав и механические свойства легированного углеродом высокоэнтропийного сплава $FeCrMnNiCo_{0.85}C_{0.15}$.

Методы и материалы

Материалами для исследования служили два высокоэнтропийных сплава: эквиатомный сплав Кантора FeCrMnNiCo и многокомпонентный сплав $FeCrMnNiCo_{0.85}C_{0.15}$ (содержит 3 ат. % углерода). Плавку материалов проводили в вакуумной индукционной печи. Для проведения термической обработки (ТО) и термомеханических обработок (ТМО) на электроискровом станке из отливок вырезали прямоугольные заготовки с размерами 8×8×20 мм^3.

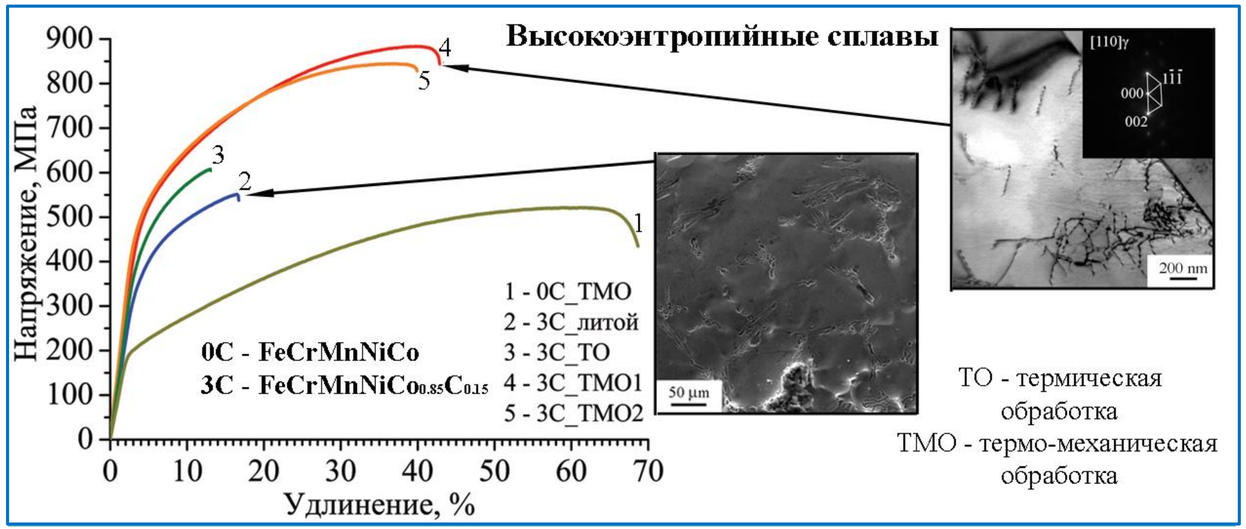
Сплав $FeCrMnNiCo_{0.85}C_{0.15}$ исследовали в нескольких состояниях:

- В литом состоянии, далее по тексту такие образцы обозначены как 3С_литой.
- После ТО, заключающейся в выдержке при температуре 1200°С в течение 1 часа с закалкой в воду комнатной температуры (3С_ТО).
- После ТМО1 (3С_ТМО1), включающей нагрев и выдержку заготовок при температуре 1200°С в течение 12 часов (закалка в воду), горячую ковку (при 1230°С) с осадкой до 60%, выдержку при температуре 1200°С в течение 12 часов (закалка в воду), холодную прокатку при комнатной температуре до общей степени осадки 80% и финальную выдержку при 1200°С (1 ч) с охлаждением в воду.
- После ТМО2 (3С_ТМО2), заключающейся в выдержке заготовок при температуре 1200°С в течение 2 часов (закалка в воду) и холодной прокатке до 40, 65 и 80% обжатия при комнатной температуре с промежуточными выдержками при 1200°С в течение 2 часов (закалка в воду). После последнего этапа прокатки пластины выдерживали 1 час при 1200°С и закаливали в воду комнатной температуры.

Заготовки сплава FeCrMnNiCo подвергали гомогенизации – выдерживали при температуре 1200°С в течение 2 часов (закалка в воду), затем прокатывали при комнатной температуре до 80% обжатия, отжигали при 1200°С (2 ч) и закаливали в воду (0С_ТМО).

Из обработанных по разным режимам заготовок вырезали плоские пропорциональные образцы в форме двойных лопаток с размерами рабочей части 12.0×2.7×1.3 мм^3. Механические испытания на одноосное статическое растяжение проводили на испытательной машине LFM-125 (Walter+Bai AG) при комнатной температуре с начальной скоростью деформации 5×10^{-4} с$^{-1}$. Предварительно образцы механически шлифовали и электролитически полировали в растворе 25 г CrO_3 + 200 мл H_3PO_4.

Рентгенофазовый и рентгеноструктурный анализ проводили на дифрактометре ДРОН 7 (Буревестник) в CoKα-излучении. Параметры кристаллической решетки аустенитной фазы (a_γ) определяли экстраполяцией зависимости величин (a_{hkl}), определенных для каждой рентгеновской линии с индексами (*hkl*), от функции ($cos\theta cot\theta$). Анализ микроструктуры образцов выполняли с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ, микроскоп LEO EVO 50, Zeiss) и просвечивающего электронного микроскопа JEM 2100 (JEOL, ПЭМ). Образцы для ПЭМ в виде фольг получали электрополировкой в охлажденном растворе 95% CH_3COOH + 5% H_3ClO_4.



Данные рентгеновской дифракции свидетельствуют о том, что независимо от способа обработки сплавы имеют ГЦК структуру – все рентгеновские линии соответствуют аустенитной фазе. Легирование углеродом сопровождается увеличением параметра кристаллической решетки аустенита (*a*), значения которого зависят от режима обработки: FeCrMnNiCo – *a* = 0,3599 нм; $FeCrMnNiCo_{0.85}C_{0.15}$ – *a* = 0,3608-0,3612 нм. Тем не менее, исследования микроструктуры сплава $FeCrMnNiCo_{0.85}C_{0.15}$ указывают на формирование гетерофазных состояний с разным содержанием, формой и распределением карбидов (распределены преимущественно вдоль границ зерен) в аустенитной матрице. Однако, рентгенофазовый анализ не выявил карбидной фазы, из чего следует, что ее объемная для не превышает 5 %. Закалка образцов приводит к частичному, а термомеханическая обработка к практически полному растворению карбидов.

Образцы сплава FeCrMnNiCo, обладают высокой пластичностью и низкими значениями предела текучести ($\sigma_{0,2}$ = 180 МПа, σ_B = 495 МПа, δ = 62 %). При растяжении они разрушаются вязко с образованием выраженной шейки на стадии, предшествующей разрушению. Литой сплав $FeCrMnNiCo_{0.85}C_{0.15}$ с гетерофазной структурой обладает более высокими прочностными и низкими пластическими свойствами ($\sigma_{0,2}$ = 315 МПа, σ_B = 550 МПа, δ = 12 %), чем сплав FeCrMnNiCo, не содержащий атомов внедрения. При достижении предела прочности происходит макроскопически хрупкое разрушение образцов без образования шейки, и характер излома хрупкий. Частичное растворение карбидов в сплаве $FeCrMnNiCo_{0.85}C_{0.15}$ при термообработке способствует росту предела текучести углеродистого сплава, но его удлинение остается низким из-за присутствия хрупкой карбидной фазы ($\sigma_{0,2}$ = 365 МПа, σ_B = 608 МПа, δ = 9 %). Механизм разрушения образцов аналогичен тому, который наблюдали в образцах литого сплава. Термомеханические обработки, за счет значительного растворения и сфероидизации карбидов, а также за счет увеличения твердорастворного упрочнения обеспечивают высокие прочностные свойства при сохранении значительной пластичности в углеродистом сплаве $FeCrMnNiCo_{0.85}C_{0.15}$ ($\sigma_{0,2}$=434-436 МПа, σ_B=844-884 МПа, δ=35-37%) по сравнению с литым состоянием. Такие образцы разрушаются транскристаллитно вязко, микромеханизмы их излома аналогичны – на поверхностях разрушения видны многочисленные ямки излома. Внутри некоторых ямок наблюдали крупные частицы карбидов, в ряде случаев они были разрушены (хрупко). Такие крупные частицы не могут обусловливать сильное дисперсионное твердение образцов и, очевидно, они слабо влияют на закономерности пластической деформации и разрушение высокоуглеродистого аустенита.

Заключение

В работе исследовали структуру, фазовый состав и механические свойства сплава $FeCrMnNiCo_{0.85}C_{0.15}$ в литом и отожженном (при 1200°С, 1 ч) состояниях, а также после многоступенчатых термомеханических обработок, включающих высокотемпературные отжиги, горячую ковку и холодную прокатку. Установлено, что легирование углеродом приводит к повышению предела текучести и резкому падению пластичности литого сплава $FeCrMnNiCo_{0.85}C_{0.15}$ по сравнению с референтным сплавом Кантора, не содержащим атомов углерода. Литой углеродистый сплав $FeCrMnNiCo_{0.85}C_{0.15}$ имеет неоднородную структуру, состоящую из аустенитной фазы и крупных карбидов. Отжиг способствует частичному растворению карбидов, сопровождается ростом предела текучести, но не способствует увеличению пластичности сплава. Термомеханические обработки не обеспечивают формирования однофазной аустенитной структуры, но способствуют значительному растворению карбидов и усилению твердорастворного упрочнения аустенитной фазы. Такие сплавы обладают более высокими показателями прочности и пластичности по сравнению с литым углеродистым сплавом и сплавом Кантора.

Автор для переписки

Мельников Евгений Васильевич

e-mail: melnickow-jenya@yandex.ru

Благодарность

Работа поддержана Российским научным фондом (проект № 20-19-00261).

Исследования проведены на оборудовании ИФПМ СО РАН (ЦКП «Нанотех»).

АПП-2021/ФШМ-2021
13-17 сентября 2021
г.Тольятти

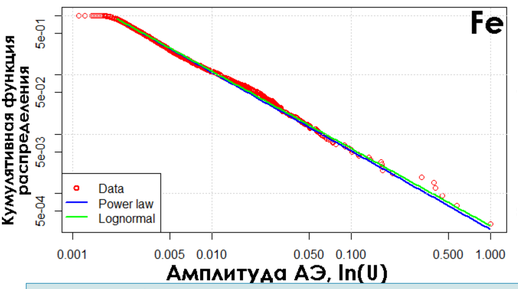
О ЗАКОНЕ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ АМПЛИТУД АКУСТИЧЕСКОЙ ЭМИССИИ

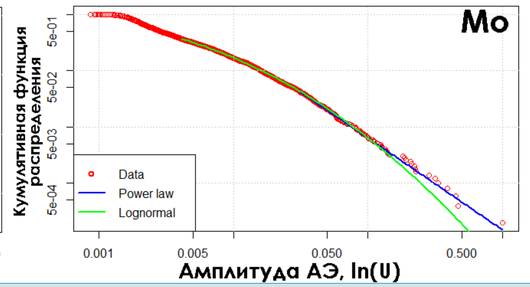
Э.А. Аглетдинов
НИИ прогрессивных технологий, Тольяттинский государственный университет, г. Тольятти
aeinar7@gmail.com

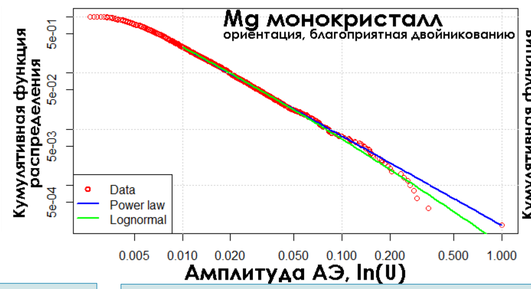
ТОЛЬЯТТИНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

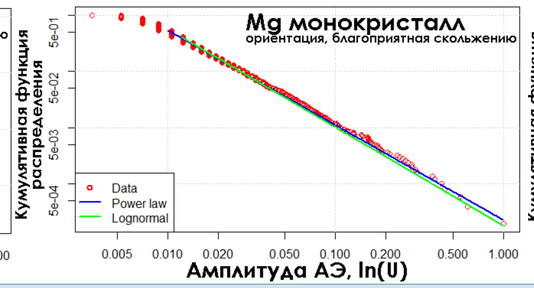
ФИЗИКА ПРОЧНОСТИ и интеллектуальные диагностические системы

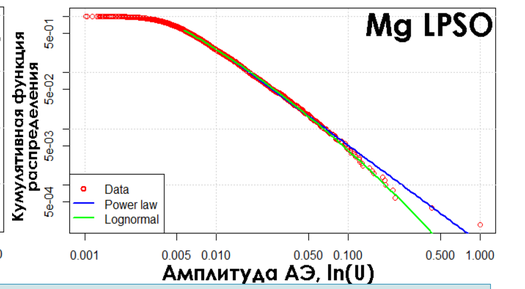
Метод акустической эмиссии (АЭ), основанный на явлении генерирования упругих волн в ходе локальной перестройки структуры, обеспечивает уникальную возможность глубокого изучения процессов деформации и разрушения материалов. Использование современных статистических методов обработки и анализа сигналов АЭ позволяет выявить особенности динамики разномасштабных дефектов кристаллического строения [1, 2]. Были проанализированы распределения амплитуд потока событий АЭ, полученные при механических испытаниях на растяжение и сжатие различных материалов. Тест отношения правдоподобия Вуонга показал, что распределение амплитуд АЭ для всех исследуемых материалов подчиняется в равной мере как степенной, так и логнормальной функциональной зависимости. Невозможно отдать предпочтение одной из этих зависимостей. Наличие "тяжелых хвостов" в распределении амплитуд АЭ подтверждается в результате проверки гипотез для двух исследуемых распределений.





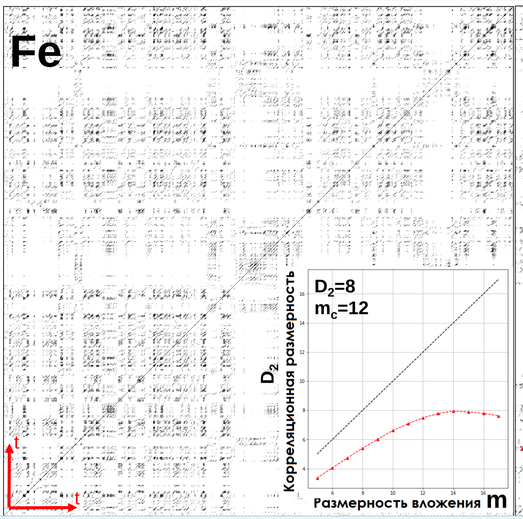


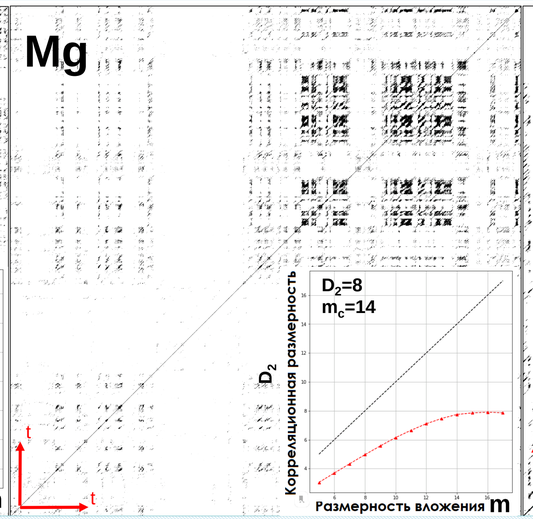


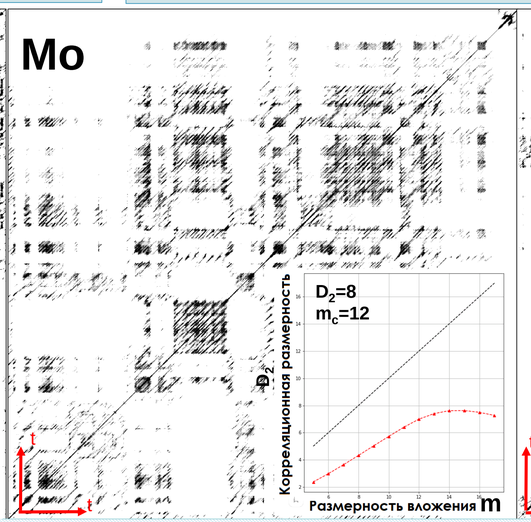


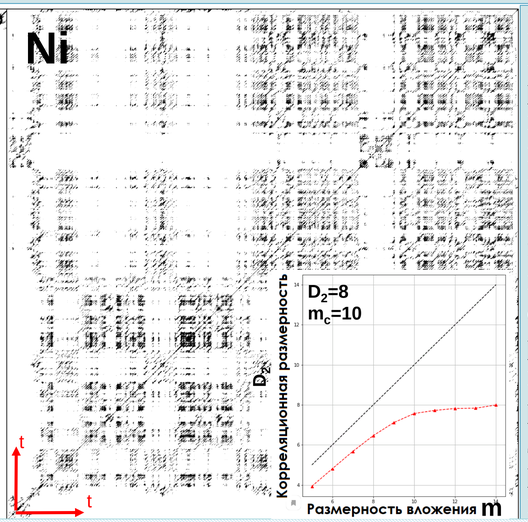
Масштабная инвариантность в распределении амплитуд обычно связывается с хаотическими свойствами в поведении ансамбля дефектов. Детерминированный хаос характеризуется экспоненциальным разбеганием изначально близких траекторий строго детерминированной динамической системы (без стохастических членов). То есть, несмотря на детерминированность, эволюция таких систем на больших временах непредсказуема, а решения напоминают стохастический сигнал. Качественное и количественное исследование динамических систем возможно путем реконструкции её фазового портрета. Множество точек фазового портрета, соответствующее хаотическому режиму, называется странным аттрактором. Странный аттрактор, характеризуемый фрактальной размерностью d_F, всегда можно вложить в пространство с целочисленной размерностью $m \geq 2d_F + 1$, которая называется размерностью вложения. Восстановив фазовый портрет в m-мерном пространстве можно отследить динамику системы на странном аттракторе.

Чаще всего доступна лишь одна наблюдаемая дискретная переменная, характеризующая систему $\{x_i\}$, i=1,2,…N (N - длина сигнала). Всегда возможно восстановить фазовый портрет, используя в качестве m-мерного вектора, характеризующего состояние системы, вектор $(x_i, x_{i+\tau}, x_{i+2\tau}, x_{i+(m-1)\tau})$, где τ – временная задержка, m – размерность вложения. В качестве $\{x_i\}$ была взята энергия непрерывного сигнала АЭ, вычисленная скользящим окном. Процедурой Грассбергера-Прокаччиа была получена размерность вложения аттрактора m_c , как величина, при которой корреляционная размерность D_2 выходит на насыщение. Сам факт насыщения зависимости $D_2(m)$ свидетельствует о присутствии динамического хаоса в наблюдаемом сигнале (для полностью стохастического сигнала зависимость $D_2(m)$ остается линейной при $m \to \infty$). Для изображения фазового портрета многомерных систем используют так называемую рекуррентную диаграмму, представляющую собой график матрицы $R_{ij} = \Theta(\varepsilon - \|x_i - x_j\|)$. Если расстояние между траекториями в моменты времени i и j меньше ε, на графике отмечается точка. Наличие диагональных отрезков разной длины свидетельствует о хаотической динамике, тогда как отдельные точки порождаются случайным процессом, светлые участки говорят о редких событиях, непрерывные диагонали порождаются периодическими орбитами.









Выводы: имеет место масштабная инвариантность в амплитудном распределении АЭ. В первом приближении анализ сигналов АЭ методами нелинейной динамики выявил, что деформируемый металл проявляет признаки нелинейного хаотического поведения. При этом низкоразмерный хаос не обнаруживается, фрактальная размерность странного аттрактора не меньше 8 для всех исследованных в работе материалов. Для более детального понимания полученных результатов необходимы дальнейшие исследования.

1. Agletdinov, E. Mechanical Twinning is a Correlated Dynamic Process / E. Agletdinov , A. Vinogradov, D. Merson // Scientific Reports – 2019. - Vol. 9, Article number: 5748
2. Agletdinov, E. On the long-term correlations in the twinning and dislocation slip dynamics / E. Agletdinov, D. Drozdenko , P. Dobron , and A. Vinogradov // Materials Science and Engineering: A. – 2020. – Том. 777. – № 139091.

АПП-2021/ФШМ-2021
13-17 сентября 2021
г.Тольятти

МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ

Борисова Ю.И.*, Юзбекова Д.Ю., Могучева А.А.
Белгородский государственный университет, Белгород, Россия

НИУ БелГУ
BELGOROD STATE UNIVERSITY (BSU)

Аннотация

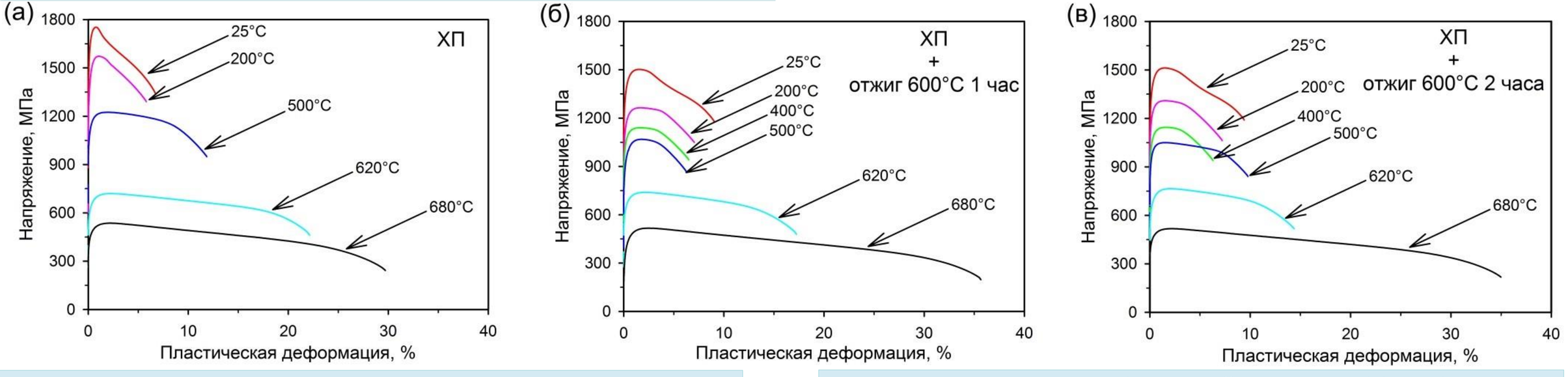
Аустенитная сталь типа Fe-18%Cr-8%Ni (получившая название S304H), на сегодняшний день является безусловным лидером по практическому применению в конструкциях котлов угольных энергоблоков нового поколения. Аустенитные нержавеющие стали обладают уникальным сочетанием механических, технологических и функциональных свойств. Однако одним из основных недостатков предел аустенитных нержавеющих сталей является относительно низкий предел текучести. Данный недостаток ограничивает их применение в качестве конструкционного материала при эксплуатации при повышенных температурах. Известно, что на механические свойства сталей и сплавов сильно влияет их микроструктура, которая, в свою очередь, зависит от термомеханической обработки. Одним из наиболее важных структурных параметров, влияющих на механическое поведение металлических материалов, является размер зерна. Таким образом, повышение прочности может быть достигнуто за счет уменьшения среднего размера зерен.

Методы и материалы

В работе исследована аустенитная сталь Fe–18Cr–8Ni–2,8Cu (масс.%) после термической обработки, состоящей из закалки при 1150°C со временем выдержки 1 час и последующего охлаждения в воду. Далее была проведена холодная прокатка (ХП) при комнатной температуре до истинной степени деформации 3. Далее полученные пластины аустенитной стали подвергались отжигам при температуре 600°C в течение 1 и 2 часов с последующим охлаждением в воду. Механические испытания проводились на плоских образцах с длиной рабочей части 16 мм и размерами поперечного сечения 3×1,5 мм. Деформацию образцов осуществляли на универсальной испытательной машине Instron 5882 при температурах 25 - 680°C и скорости деформации 1×10^{-3} c^{-1}.

Результаты и их обсуждение

Исследуемая сталь после ХП характеризуется падением прочностных характеристик и ростом пластичности с повышением температуры испытаний. Однако, в диапазоне температур 25-200°C наблюдается одновременно падение характеристик пластичности и прочности. При температурах испытаний более 600°C снижение характеристик прочности всех испытанных образцов сопровождается увеличением пластичности. В интервале температур 500 – 620°C наблюдается резкое падение прочностных свойств и резкий прирост пластичности почти в 2 раза. Отжиг при температуре 600°C в течение 1 и 2 часов, приводит к небольшому снижению предела прочности и предела текучести, изменение составляет менее 300 МПа. Однако, характеристики пластичности при этом возрастают не значительно.



Автор для переписки
* - Борисова Юлия Игоревна, borisovayuliya94@mail.ru, +7 929-005-30-52

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ и ГФЕН Китая в рамках научного проекта №20-58-53053.

АПП-2021/ФШМ-2021
13-17 сентября 2021
г.Тольятти

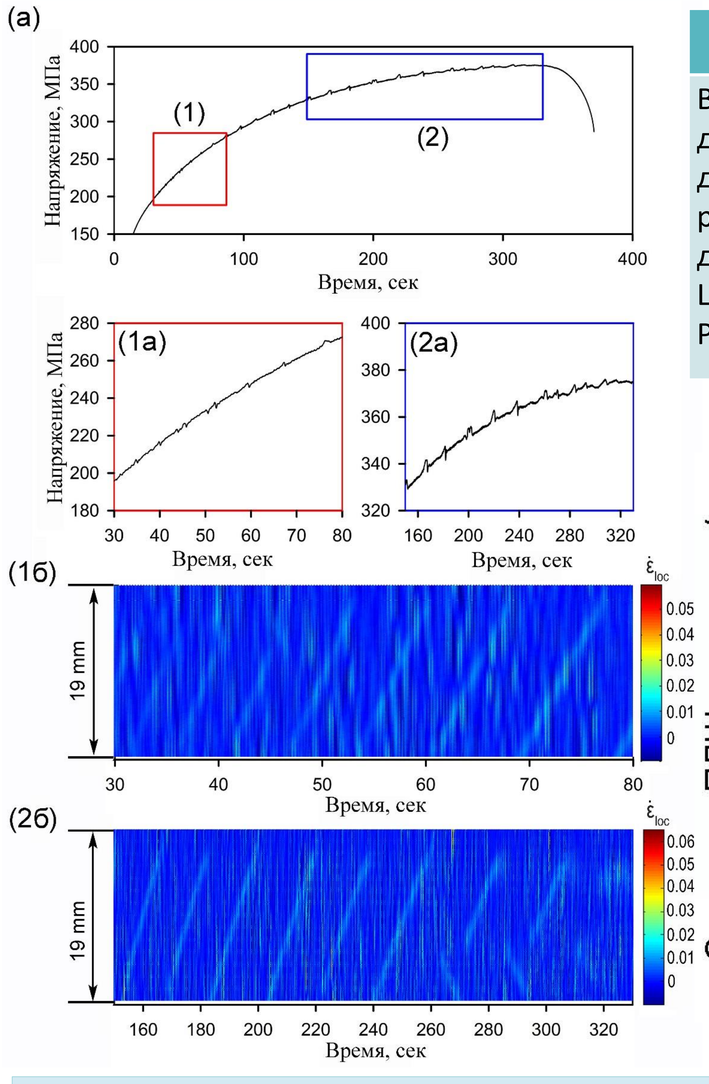
РАСПРОСТРАНЕНИЕ ДЕФОРМАЦИОННЫХ ПОЛОС ПРИ ПОВЫШЕННОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ В СТАЛИ FE-18CR-8NI

Юзбекова Д.Ю., Борисова Ю.И.*, Могучева А.А.
Белгородский государственный университет, Белгород, Россия

НИУ БелГУ
BELGOROD STATE UNIVERSITY (BSU)

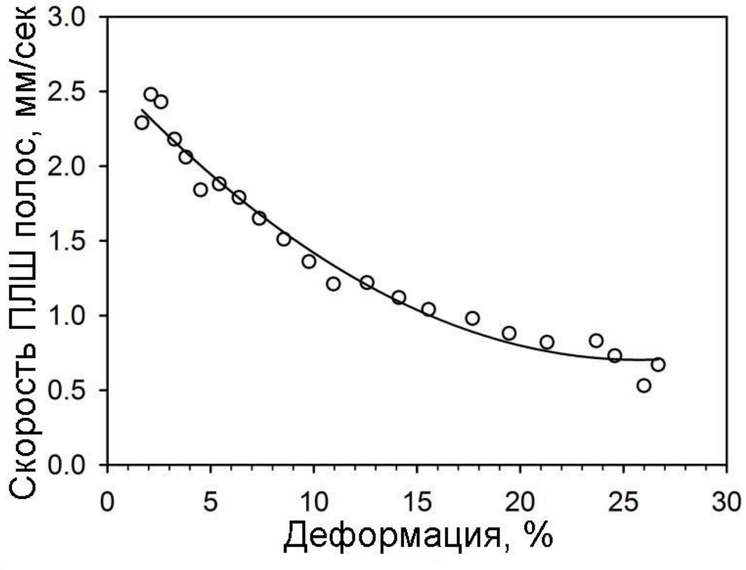
Аннотация

Существует несколько методов регистрации деформационных полос, но в последнее время наиболее широко используется метод корреляции цифровых изображений (digital image correlation (DIC)), отображающий распределение деформации и локальной скорости деформации на поверхности образца. Стоит отметить, что почти все исследования, посвященные поведению полос Портевена-Ле Шателье (ПЛШ) в металлических материалах проводились при комнатной температуре, поскольку получение изображений при повышенных температурах затруднительно. Таким образом, необходимо проведение исследований характеристик ПЛШ полос при повышенных температурах, чтобы понять поведение полос в аустенитных сталях.



Методы и материалы

В работе исследована аустенитная сталь Fe–18Cr–8Ni–2,8Cu (масс.%) после термической обработки, включающей нагрев до 1150°C, выдержку в течении 1 ч и охлаждение в воде. Механические испытания проводились на плоских образцах с длиной рабочей части 16 мм и размерами поперечного сечения 3×1,5 мм. Деформацию образцов осуществляли по схеме равноосного растяжения на универсальной испытательной машине Instron 5882 при температуре 680°C и скорости деформации 1×10^{-3} c^{-1}. Полосы ПЛШ наблюдали с использованием метода корреляции цифровых изображений. Цифровая камера записывала последовательные изображения поверхности образца со скоростью 10 кадров в секунду. Расчеты локальных скоростей деформации проводились с помощью программы Vic-2D.



Результаты и их обсуждение

Деформационная кривая аустенитной стали характеризуется скачкообразным пластическим течением, которое является проявлением эффекта ПЛШ. Форма скачков указывает на неустойчивость пластического течения типа А. Пространственно-временное поведение полос ПЛШ характеризуется непрерывным распространением по всей длине рабочей части образца. Первые деформационные полосы не достаточно четко видны по сравнению с хорошо выявленными полосами, зарегистрированными при большей степени деформации. Таким образом, интенсивность полос увеличивается с увеличением деформации. Установлено, что скорость распространения полос и расстояние, непрерывно пройденное полосой, имеют тенденцию уменьшаться с увеличением деформации. Снижение способности полосы к распространению вероятно связано с увеличением количества препятствий для движения дислокаций с деформацией.

Автор для переписки
* - Борисова Юлия Игоревна, borisovayuliya94@mail.ru, +7 929-005-30-52

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ и ГФЕН Китая в рамках научного проекта №20-58-53053.

ВЛИЯНИЕ ТЕРМООБРАБОТКИ НА ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ МАГНИЕВЫХ СПЛАВОВ, СОДЕРЖАЩИХ LPSO ФАЗУ

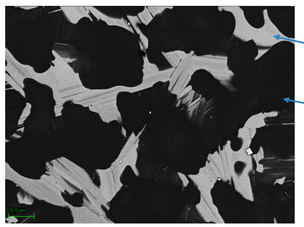
С.В. Засыпкин*[1], А.И. Иртегов[2] А.И. Брилевский[1], А.В. Данюк[1], Д.Л. Мерсон[1].
[1] Тольяттинский государственный университет, Тольятти,
[2]ООО «Соликамский опытно-металлургический завод

Аннотация

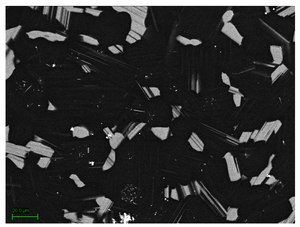
Высокие механические свойства, получаемые в магниевых сплавах с LPSO структурой делают их наиболее перспективными и востребованными в конструкциях, требующих снижения веса. В основном такие сплавы используются в качестве деформируемых, поскольку формирование наиболее благоприятной структуры обеспечивается благодаря термомеханической обработке. Тем не менее, перспектива применения магниевых сплавов с LPSO фазой в качестве литейных остается весьма высокой. В этой работы было изучено влияние различных режимов термообработки (ТО) на структуру и механические свойства магниевого сплава с LPSO структурой. Был определён оптимальный режим ТО, позволяющий достичь $\sigma_в$=290-305 МПа и δ=6-9%.

Методы и материалы

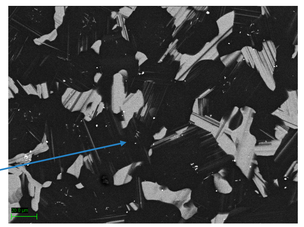
1. Исследуемый сплав системы Mg-Re-Zn-Zr (производства ООО «СОМЗ»), где Re= (Gd+Y);
2. Режимы ТО включали в себя гомогенизационный отжиг, закалку от температуры отж. или от 540°С в горячую воду и старение 200°С 100ч;
3. Микроструктуры в исходном состоянии и после ТО изучали на шлифах с применением электронного микроскопа Zeiss Sigma, детектор AsB(BSE);
4. Мех. свойства образцов определяли на универсальной испытательной машине Tinius Olsen H50KT.



Отж. 450°С 12ч.



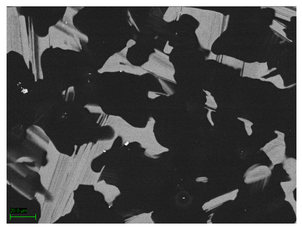
Отж. 525°С 12ч.



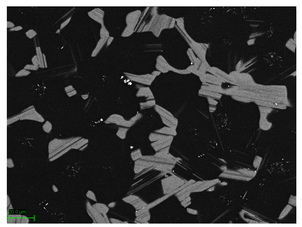
Отж. 525°С 24ч.



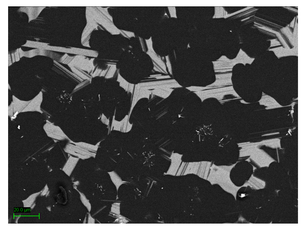
Закалка



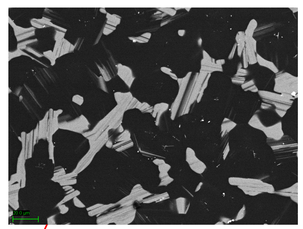
Закалка от 540°С



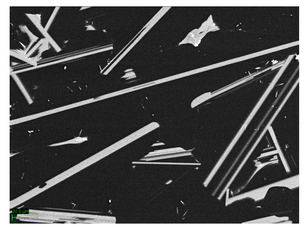
Закалка



Закалка от 540°С



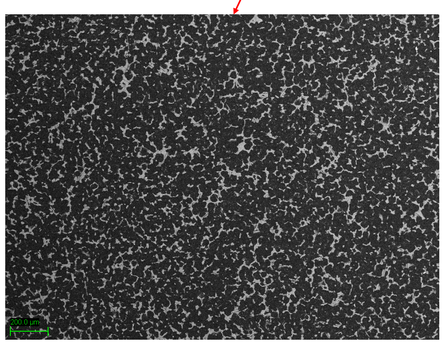
Закалка

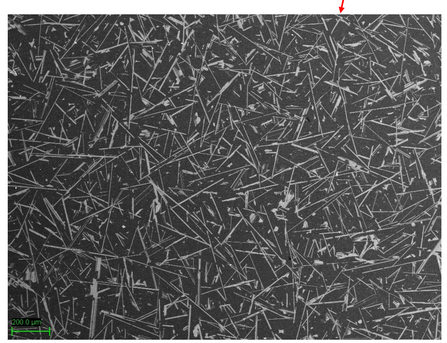


Закалка от 540°С

Таблица 1. Механические свойства образцов после ТО

Режим ТО	$\sigma_в$, МПа	Δ, %
Отж. 450°С 12ч. + закалка + старение	242,7	4,0
Отж. 450°С 12ч. + закалка от 540°С + старение	260,9	5,1
Отж. 525°С 12ч. + закалка + старение	305,8	9,5
Отж. 525°С 12ч. + закалка от 540°С + старение	305,8	6,5
Отж. 525°С 24ч. + закалка + старение	292,8	9,7
Отж. 525°С 24ч. + закалка от 540°С + старение	235,1	3,6





Заключение

1. С увеличением температуры и продолжительности гомогенизационного отжига растёт «растворимость» LPSO фазы в α-Mg.
2. При соблюдение определённого режима ТО (Отж. 525°С 24ч. + закалка от 540°С + старение 200°С 100ч.) возможно кардинально поменять вид распределения вторичной фазы в α-Mg.

Автор для переписки
*- Засыпкин Сергей Васильевич, zvs181@mail.ru,
Тел. +79674888949

АПП-2021/ФШМ-2021
13-17 сентября 2021
г.Тольятти

ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА АЭ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МОМЕНТА НАЧАЛА РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ IN SITU ПРИ ТЕМПЕРАТУРНО-СКОРОСТНЫХ ИСПЫТАНИЯХ МАГНИЕВОГО СПЛАВА

Брилевский А.И., Линдеров М.Л., Данюк А.В., Кудашева К.К., Мерсон Д.Л.
Тольяттинский государственный университет, Тольятти, Россия

ФИЗИКА ПРОЧНОСТИ
и интеллектуальные диагностические системы

Аннотация

Определение оптимальных технологических режимов деформационной (формообразующей) обработки металлических материалов при повышенных температурах, обеспечивающей наилучший комплекс механических свойств, является достаточно сложной трудоемкой задачей, т.к. требует многовариантных испытаний и исследований. Для получения на выходе максимальных пластических свойств желательно, чтобы процесс формоизменения шел в режиме равномерной динамической рекристаллизации.

Введение

Настоящая работа посвящена выявлению точек начала динамической рекристаллизации при различных температурно-скоростных режимах испытания магниевого сплава Mg-1Zn-0.15Ca медицинского назначения [1] с помощью метода акустической эмиссии (АЭ).

Методы и материалы

Испытание образов на одноосное растяжение проводились на универсальной сервогидравлической испытательной системе Instron 8802 при температуре 150^{0}C, с разными скоростями деформации. Регистрацию АЭ вели в потоковом режиме с использованием аппаратуры PAC PCI-2 совместно с широкополосным пьезоэлектрическим преобразователем MSAE-WB и предварительным усилителем той же фирмы с усилением 60 дБ. Из полученных данных вычисляли энергию (E) и медианную частоту (f_m) (частота, разделяющая площадь под кривые мощности спектральной плотности на две равные части) и синхронизировали ее с деформационной кривой. Изучение микроструктуры материала проводилось на электронном микроскопе Zeiss Sigma с использованием метода дифракции обратно-отражённых электронов (EBSD).

Результаты и их обсуждение

На рис. 1 приведена диаграмма нагружения образца магниевого сплава со скоростью деформирования $3{,}1\cdot10^{-3}c^{-1}$, синхронизированная с энергией и медианной частотой АЭ. Как видно, на возрастающей ветви f_m наблюдается провал, после завершения которого медианная частота еще достаточно длительное время слабо возрастает, а затем начинает снижаться.

Известно, что возрастание f_m сигналов АЭ связано с уменьшением длины свободного пробега дислокаций, а провал – с массовым синхронизированным движением дислокаций в области предела текучести (с увеличением масштабного уровня) и практически совпадает с максимумом энергии АЭ (рис.1). Поскольку с ростом деформации происходит непрерывное увеличение плотности дислокаций и, соответственно, уменьшение длины их свободного пробега, то функция f_m от времени (деформации, ε) должна все время возрастать. Однако в данном случае на зависимости $f_m(\varepsilon)$ имеется явная точка перегиба, что, по нашему мнению, связано с началом процесса рекристаллизации (по сути, приводящего зеренную структуру в равновесное состояние). За точку перегиба (ε_{cr}^{AE}) была принята точка пересечения двух прямых – линейных аппроксимаций восходящих и нисходящих участков кривой $f_m(\varepsilon)$, как показано на рис.1. В данном случае ε_{cr}^{AE} соответствует ~8% относительного удлинения.

Для проверки гипотезы связи точки перегиба с началом процесса рекристаллизации идентичные образцы испытывали (150^{o}C; $3{,}1\cdot10^{-3}c^{-1}$) до трех деформаций: докритической (5%), критической (8%) и послекритической (15%). Для всех случаев (включая исходное) проводили EBSD анализ микроструктуры (рис. 1).

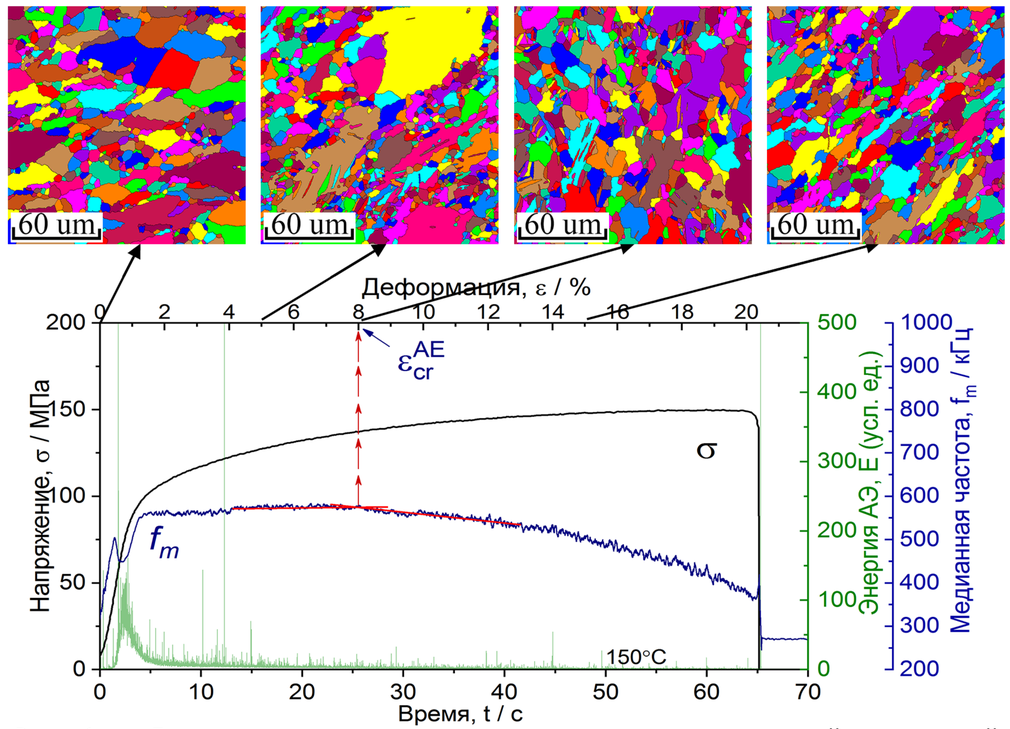


Рис. 1 – Диаграмма растяжения, совмещенная с диаграммой медианной частоты и схема определения критической деформации по данным f_m для образца, испытанного при T=150^{0}C и скорости деформирования $3{,}1\cdot10^{-3}c^{-1}$

Заключение

Как следует из рис. 1, именно ε_{cr}^{AE} соответствует наиболее равномерно рекристаллизованная структура. Таким образом, применение метода АЭ позволяет определять in situ момент активации процесса рекристаллизации при конкретных температурно-скоростных режимах нагружения, что может быть с успехом использовано для разработки режимов формообразования изделий из магниевых сплавов.

Автор для переписки
* - Брилевский Александр Игоревич, email: alexandrbril@yandex.ru

Библиографический список

1. Merson D, Brilevsky A., Myagkikh P., Markushev M, Vinogradov A. Effect of deformation processing of the dilute Mg-1Zn-0.2Ca alloy on the mechanical properties and corrosion rate in a simulated body fluid. Letters on Materials 10 (2), 2020 pp. 217.

АПП-2021/ФШМ-2021
13-17 сентября 2021
г.Тольятти

Полупроводниковые наноматериалы на основе диоксида титана. Возможности применения

Чиркунова Н.В.*[1,2], Подлеснов Е.[1], Дорогов М.В. [1]
[1]Университет ИТМО, [2]Тольяттинский государственный университет

УНИВЕРСИТЕТ ИТМО

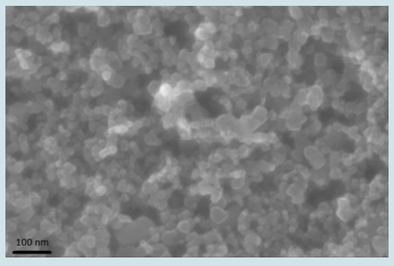
Введение

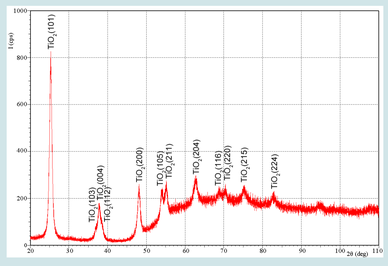
Диоксид титана является широкозонным полупроводником и обладает высокой химической активностью при ультрафиолетовом облучении. Области применения его достаточно широки: катализаторы химических реакций, газовые сенсоры, активные компоненты солнечных элементов и др. Эффективность фотоэлектрохимического преобразования у катализаторов на основе TiO_2 остается не слишком высокой. Это связано с низкой фоточувствительностью фотоэлектрода в коротковолновой части солнечного спектра. Таким образом, фотоэлектрод поглощает всего несколько процентов солнечной энергии. Поэтому для катализаторов и фотоэлементов TiO_2 важной задачей является смещение области спектральной фоточувствительности в сторону максимума солнечного спектра.

Диоксид титана является многообещающим анодным материалом альтернативным графиту благодаря нетоксичности и дешевизне и что еще более важно, очень низкому изменению объема TiO_2 в процессе (де)/литирования; все это обеспечивает ему высокую стабильность.

Методы и материалы

Наночастицы TiO_2 получали и допировали атомами металлов (Ag, Sn) и неметаллов (F, N, S) с помощью золь-гель метода, позволяющего легко регулировать структуру и размеры частиц за счет изменения соответствующих условий процесса (pH, времени, комплексообразователя и т.д.). Полученные TiO_2-наночастицы исследовали методами рентгеновской дифракции, энергодисперсионной рентгенофлуоресцентной спектрометрии, сканирующей электронной микроскопии, лазерной дифракции, спектрофотометрии.

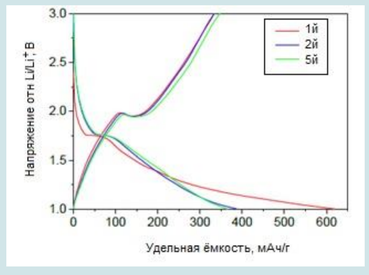


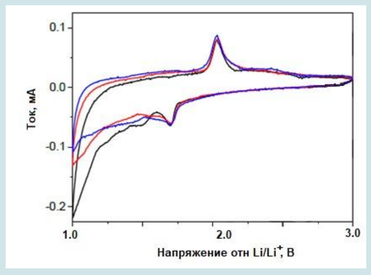


СЭМ микроснимок и рентгеновская дифрактограмма диоксида титана

Результаты и их обсуждение

Для исследования электрохимических характеристик диоксида титана изучали его профили заряда-разряда при 1С на 1, 2 и 5 циклах. Каждый профиль разряда имеет три типичных области. Первая - это быстрое падение напряжения от напряжения разомкнутой цепи до 1,75 В, что соответствует введению Li в объем, вплоть до предела растворимости. Второе - это плато напряжения при 1,75 В, которое отражает вставку Li^+ и заполнение промежуточных пустот TiO_2. Третий - длинный наклон напряжения до 1,0 В, который связан с межповерхностным/интерфейсным емкостным литием.





Циклограмма и профили заряд-разряд ячейки ЛИА с анодом на основе диоксида титана

Заключение

В литий ионных аккумуляторах наблюдается положительный эффект допирования: аккумуляторы с анодом на основе допированного азотом диоксида титана показывают большую удельную емкость, относительно чистого диоксида титана. Данный эффект можно объяснить обеспечением лучшей проводимости материала и большим количеством активных центров.

Наибольшую фотокаталитическую активность при разложении органического загрязнителя в УФ и видимом диапазоне света проявляют образцы со средним размером частиц порядка 60 нм в структурной модификации анатаз. Допирование является эффективным способом сдвинуть активность материала в коротковолновую часть спектра

Автор для переписки
* - Чиркунова Наталья Валерьевна, natchv@yandex.ru,
8(8482)54-94-21

Работа поддержана Российским научным фондом (грант № 19-72-10112)