

Национальная академия наук Беларуси

Межгосударственный координационный совет по физике прочности  
и пластичности материалов

Министерство образования Республики Беларусь

Белорусский республиканский фонд фундаментальных исследований

ГНУ «Институт технической акустики НАН Беларуси»

УО «Витебский государственный технологический университет»



**Международный симпозиум**  
**«Перспективные**  
**материалы и технологии»**  
посвящен Году науки

*22-26 мая 2017, Витебск, Беларусь*

**Материалы симпозиума**

*Часть 1*

**Витебск, Беларусь**  
**2017**

УДК 539.2  
ББК 22.25  
П-26

Международный симпозиум «Перспективные материалы и технологии», 22–26 мая 2017 года, Витебск, Беларусь: материалы симпозиума: в 2 ч. / Витебск: УО «ВГТУ», 2017. –Ч.1. – 328 с.

В сборнике материалов симпозиума представлены результаты исследований по проблемам материаловедения, обработки материалов, создания композиционных материалов. Обсуждены механизмы формирования структуры, результаты исследования структурно-фазовых состояний и дефектной субструктуры материалов, а также воздействия ультразвука, электромагнитного излучения, интенсивной пластической деформации на свойства различных материалов.

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

**ISBN**

Тексты набраны с авторских оригиналов.



**ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ ПОЛУЧЕНИЯ ПРУТКОВ ДИАМЕТРОМ 10-12 ММ ИЗ СПЛАВОВ С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ НА ОСНОВЕ НИКЕЛИДА ТИТАНА МЕТОДОМ ГОРЯЧЕЙ РОТАЦИОННОЙ КОВКИ**

<sup>1,2</sup>Андреев В.А., <sup>2</sup>Юсупов В.С., <sup>2</sup>Перкас М.М., <sup>1,2</sup>Якушевич Н.В., <sup>3</sup>Бондарева С.А.

<sup>1</sup> «Промышленный центр «МАТЭК-СПФ», г. Москва, Россия

E: mail: andreev.icmateks@gmail.com

<sup>2</sup> ИМЕТ РАН, г. Москва, Россия, E:mail: vl-yusupov@mail.ru

<sup>3</sup>НИТУ «МИСиС», г. Москва, Россия

Технология производства полуфабрикатов из сплавов с эффектом памяти формы на основе никелида титана разрабатывалась ведущими мировыми производителями США, Японии и СССР с 70-80-х годов прошлого столетия. Основные принципы достаточно широко известны, опубликованы и включают выплавку сплавов из шихтовых материалов технической чистоты, горячую деформацию слитков на пруток или лист и дальнейшую холодную или горячую деформацию на требуемый размер [1,2]. Никелид титана относится к сложно-деформируемым сплавам и имеет ряд особенностей на различных стадиях обработки. В данной работе рассматривается технологическая схема производства прутков диаметром 10-12 мм методом горячей ротационной ковки, разработанная и реализованная на предприятии «Промышленный центр МАТЭК-СПФ».

При разработке данной технологии учитывалось несколько факторов. Пруток диаметром 10-12 мм чаще всего является промежуточной заготовкой для производства более тонких полуфабрикатов – прутков диаметром 3-5 мм или проволоочной заготовки диаметром 2,0 мм. Но, может использоваться, как конечный продукт для изготовления рабочих элементов. Исходная заготовка может содержать 54,6-57,0 вес.%Ni, в зависимости от назначения и дальнейшего использования продукции. Известно, что в этом диапазоне технологические, механические и функциональные свойства этого материала меняются в значительной степени, причём некоторые из составов можно отнести к труднодеформируемым.

Особенностью ротационной ковки является осуществление деформации в условиях всестороннего сжатия, её высокой дробности и при небольших единичных усилиях, что позволяет подвергать формоизменению малопластичные и труднодеформируемые материалы[3]. Ротационная ковка также обеспечивает получение прутка с хорошо проработанной структурой и равномерными свойствами как по длине, так и в поперечном сечении при высоком качестве поверхности во всём диапазоне составов никелида титана.

Исходной заготовкой в представляемой технологии является горячекатаный пруток диаметром 20 мм, полученный на станах ПВП (поперечно-винтовой прокатки) из литой заготовки диаметром 90 мм.

Для получения прутка диаметром 10-12 мм из заготовки диаметром 20 мм используется ротационно-ковочная машина РКМ1(В2129.01), модернизированная специалистами «Промышленного центра МАТЭК-СПФ». Модернизации подвергся ковочный узел и инструмент (бойки), что позволило уменьшить диаметр получаемой заготовки с 7 мм до 5 мм (см. табл. 1).

Геометрия рабочего элемента и качество его изготовления очень сильно влияют как на долговечность самого инструмента, так и на качество поверхности и свойства получаемого прутка. В данной технологической цепочке используется двухбойковая ротационно-ковочная машина. Схема ковочного узла приведена ниже на рисунке 1.

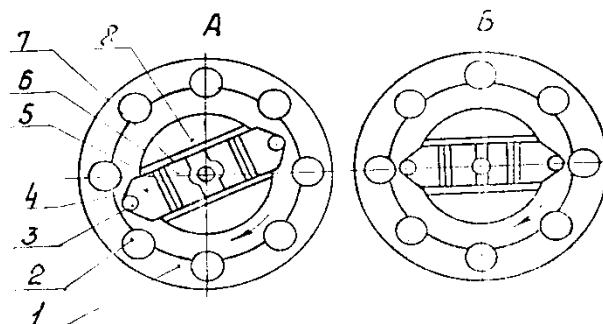


Рисунок 1 – Принципиальная схема ковочного механизма. 1-сепаратор; 2-ролик сепаратора; 3-ролик ползуна; 4-ползун; 5-регулирующие пластины; 6-бойёк; 7-бойковая плита; 8- вал

На больших диаметрах 20 – 13 мм подача заготовки осуществляется вручную (см. рис. 2), что связано с длиной исходной заготовки. На дальнейших проходах с диаметра 13 мм используется валковая подача, что позволяет получить более прямолинейную заготовку и убрать неравномерность по длине.

Таблица 1 – Основные технические данные РКМ1 (В2129.01 модернизированная)

№ п/п	Наименование параметров	Размерность	Значение
1	Номинальное усилие	кН	800
2	Величина хода бойков	мм	4
3	Частота вращения шпинделя	мин <sup>-1</sup>	220
4	Количество бойков	шт.	2
5	Частота хода бойков	мин <sup>-1</sup>	1760
6	Наибольший диаметр обрабатываемой заготовки	мм	20
7	Наименьший диаметр готового прутка	мм	5
8	Точность получаемой поковки	мм	+/- 0,2

Нагрев заготовки производится в трубчатой печи ПТС-2000-60-1200, разработанной по техническому заданию «Промышленный центр МАТЭК-СПФ» и предназначенной для нагрева длинномерных изделий типа прутков. Температура в печи 700-950°С. Заготовки малых диаметров и большей длины успевают прогреваться в процессе перемещения в печи.

Обжатие за проход составляет не более 15-20%. Между проходами осуществляется промежуточный нагрев заготовки. Существует проблема измерения температуры заготовки в ковочном узле и перед ним. В настоящее время приходится в основном ориентироваться на температуру в печи, что не всегда отражает фактические условия деформации. Для сплавов с памятью формы на основе никелида титана перепад в 30-50°С может иметь серьёзное значение для формирования функциональных свойств в готовом изделии.

Проведенные исследования и накопленный опыт эксплуатации РКМ создали предпосылки для разработки и внедрения в конструкцию данных машин новых технических решений, расширяющих спектр доступных технологических цепочек, что позволило получать полуфабрикаты из никелида титана с другими функциональными свойствами. К таким решениям относятся и изменение некоторых технических данных машин (частота вращения шпинделя, механизация подачи больших диаметров заготовок, скорость продольной подачи), а также изменение геометрии бойков для получения специальных свойств материалов. Проведённая модернизация РКМ не потребовала значительных капитальных затрат и на практике доказала свою эффективность.



Рисунок 2 – Ковка прутка никелида титана диаметром 18 мм на РКМ1

**Выводы:**

1. Показано, что ротационная ковка позволяет получать полуфабрикаты из никелида титана диаметром 10-12 мм с высоким качеством поверхности.
2. Приведены технологические режимы ротационнойковки никелида титана, обеспечивающие выполнение ТУ 18.4270 – 001 – 16980791 – 2013.

**Список литературы:**

1. Ооцука К., Симидзу К., Судзуки Ю. Сплавы с эффектом памяти формы: Пер. с японск. М.: Металлургия, 1990. -260 с.
2. Андреев В.А. Актуальные вопросы производства полуфабрикатов (прутков, проволоки) из литого никелида титана для медицины // Актуальные вопросы имплантологии и остеосинтеза: Сб. науч. трудов. Новокузнецк – Санкт-Петербург, 2001. - С.27-28.
3. Радюченко Ю.С. Ротационное обжатие / Москва, 1972. - С. 5-15.
4. Патент № 2162900 от 20.07.2000 / Андреев В.А. и др. Способ получения прутков и способ получения проволоки из сплавов системы никель-титан с эффектом памяти формы и способ получения этих сплавов. Оpubл. 10.02.2001. Бюл. №4.
5. Патент на изобретение № 2536614 от 09.04.2013 / Андреев В.А. Способ получения прутков и способ получения тонкой проволоки из сплава системы никель-титан с эффектом памяти формы. Оpubл. 27.12.2014. Бюл. №36
6. Андреев В.А., Хусаинов М.А., Бондарев А.Б. Технологические особенности получения проволоки из сплавов TiNi с эффектом памяти формы // Производство проката. 2008. - №9. - С.37-42.

**ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОВОДИМОСТИ ГРАФЕНОСОДЕРЖАЩЕГО ШУНГИТА  
ВОЛНОВОДНЫМ МЕТОДОМ**

**<sup>1</sup>Антонец И.В., <sup>2</sup>Голубев Е.А., <sup>3</sup>Шавров В.Г., <sup>3</sup>Щеглов В.И.**

<sup>1</sup>*Сыктывкарский государственный университет, Сыктывкар, Россия*

<sup>2</sup>*Институт геологии КомиНЦ РАН, Сыктывкар, Россия*

<sup>3</sup>*Институт радиотехники и электроники РАН, Москва, Россия*

*E-mail: vshcheg@cplire.ru*

Шунгит представляет собой углеродосодержащий минерал, занимающий по составу промежуточное положение между антрацитом и графитом [1]. Известные месторождения шунгитов находятся в Карелии (Шуньга, Максово и другие), а также в Казахстане (Коксуйское). Образование шунгита в ходе геологической истории происходило путем пропитки кварцевой породы (песка) нефтью, впоследствии окаменевшей, поэтому микроструктура шунгита представляет собой конгломерат непроводящих кварцевых частиц, разделенных прослойками углерода, обладающими проводимостью. Электронно-микроскопические исследования структуры шунгита показывают наличие пачек графеновых слоев размером до десятков нанометров. Графеновые пачки образуют слои толщиной до десятков нанометров, протяженность которых может превышать толщину на два порядка. Пространственно ограниченные совокупности непроводящих частиц, окруженных проводящими прослойками, образуют глобулы, размеры которых на порядок и более превышают размеры первичных областей. Глобулы распределяются по объему равномерно, причем промежутки между ними заполняются кварцевыми включениями или порами. По соотношению проводящей и непроводящей фаз шунгиты условно можно разделить на высокоуглеродистые (весовая концентрация углерода – более 70%), среднеуглеродистые (концентрация углерода – 30-70%) и низкоуглеродистые (концентрация менее 30%).

Различие концентрации углерода определяет проводящие свойства минерала в целом. Так в высокоуглеродистом шунгите проводимость на больших масштабах определяется непрерывной цепью последовательно соединенных между собой углеродных прослоек. В среднеуглеродистом такие непрерывные цепи могут продолжаться на значительные расстояния вплоть до нескольких расположенных последовательно друг за другом глобул, однако непрерывное замыкание цепочек уже отсутствует. В низкоуглеродистых шунгитах непрерывные проводящие цепочки ограничиваются, как правило, в пределах одной глобулы и даже только ее части. Тем не менее, вследствие высоких проводящих свойств графеновой структуры, общая проводимость образца может быть достаточно высокой, особенно в динамике, где за проводимость может отвечать механизм внутригранулярных токов [2-4].

Важнейшей областью применения шунгитов является создание высокоэффективных радиопоглощающих материалов [5-8]. При этом особенно заметное поглощение электромагнитных волн проявляется в диапазоне СВЧ. Так в работе [5] исследованы частоты от 100 кГц до 1 ГГц, причем показано, что эффективность экранирования на частотах 0.7-1.0 ГГц резко возрастает. В работе [6] в диапазоне 8-12 ГГц отмечено насыщение поглощения на постоянном уровне. В работе [7] выполнено моделирование углеродосодержащего материала, близкой к структуре шунгита, причем отмечено подобное же насыщение поглощения в диапазоне до 40 ГГц.

Несмотря на широкий круг исследований, выполненное рассмотрение является неполным. Так СВЧ свойства шунгита в работах [5,6] исследованы на частотах не выше 12 ГГц, сопоставление со статической проводимостью выполнено лишь с использованием «эквивалентной электрической схемы замещения». Роль процентного содержания углерода оставлена без должного внимания. Работа [7] выполнена не на природном шунгите, а на синтетическом шунгитоподобном материале.

Упомянутые обстоятельства побудили авторов настоящей работы выполнить исследование СВЧ свойств шунгита в более широком диапазоне частот, в том числе с привлечением данных по статическим параметрам.

В работе исследовалось отражение, прохождение и поглощение СВЧ сигнала в диапазоне частот от 8 до 70 ГГц с помощью комплекта волноводных СВЧ

спектрометров, включавших в себя генератор качающейся частоты (ГКЧ-61, 65, 68) в сочетании с индикатором КСВН и ослабления (Я2Р-67). Измерения на СВЧ проводились по методике, аналогичной описанной в работах [8, 9]. Статическая проводимость измерялась контактным методом, описанным в тех же работах.

Образцы представляли собой пластины шунгита толщиной порядка 100 нм, площадью до 2-3 квадратных сантиметров, наклеенные на стеклянные пластинки. Размеры образцов были выбраны, исходя из условия перекрытия волноводных окон соответствующих спектрометров во всем диапазоне исследованных частот. Весовая концентрация проводящего углерода в исследованных образцах составляла от 3% до 95%. Подробные измерения показали, что характеристики динамической проводимости в исследуемом диапазоне 8-70 ГГц от частоты практически не зависят, что в области перекрытия частотных диапазонов согласуется с данными работы [6].

Полученные зависимости коэффициента отражения  $R$ , прохождения  $T$  и поглощения  $A$  приведены на рисунке 1.

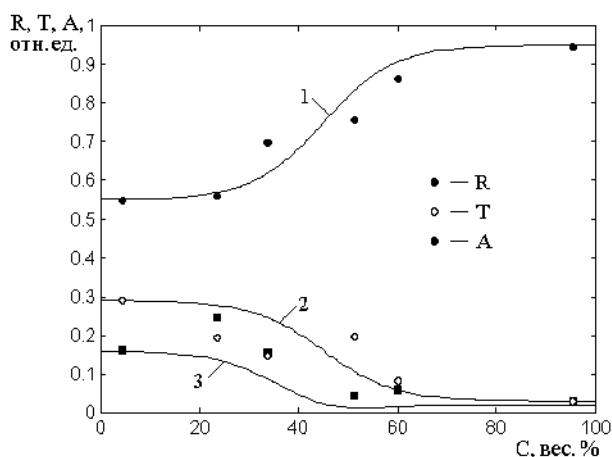


Рисунок 1 – Зависимости коэффициентов отражения  $R$  (кривая 1), прохождения  $T$  (кривая 2) и поглощения  $A$  (кривая 3) от весовой концентрации углерода

Приведенные на рисунке экспериментальные точки соответствуют среднему арифметическому из четырех значений, полученных на частотах 28, 29, 33 и 38 ГГц. Разброс данных по частоте не превышал 10%. Аппроксимирующие кривые построены по следующим эмпирическим формулам:

$$\text{кривая 1:} \quad R = 20 \cdot \text{th}[0.07 \cdot (C - 45)] + 0.75 \quad (1)$$

$$\text{кривая 2:} \quad T = -13 \cdot \text{th}[0.07 \cdot (C - 45)] + 0.16 \quad (2)$$

$$\text{кривая 3:} \quad A = 1 - R - T \quad (3)$$

Использование для описания кривых гиперболического тангенса соответствует классической картине распространения электромагнитной волны через проводящую пластину [10, 11], в предположении, что проводимость образца в целом соответствует концентрации углерода.

Приведенные кривые позволяют определить удельную проводимость образцов с помощью формулы, полученной на основе модели гранулярных токов [4]:

$$\sigma = \frac{1}{Z_0 d} \cdot \frac{2 \sqrt{R}}{1 - \sqrt{R}} \quad (4)$$

где  $R$  – коэффициент отражения,  $d$  – толщина пластины шунгита,  $Z_0$  – импеданс свободного пространства в системе СИ.

Полученные значения динамической проводимости были сопоставлены с величинами статической проводимости при различных концентрациях углерода. Так при концентрации равной 95% статическая проводимость равнялась 333 См/м, а динамическая – 490 См/м. При концентрации 35% те же значения составляли 100 См/м и 51 См/м, а для концентрации 3% – 33 См/м и 23 См/м.

Можно видеть, что полученные по формуле (4) значения близки к статическим с точностью до полутора-двух раз. Возможной причиной некоторого рассогласования может быть недостаточно адекватная применимость формулы (4), которая получена для случая диэлектрической матрицы с проводящими включениями, тогда как для шунгита, особенно в области больших концентраций, положение обратное. Тем не менее, можно полагать, что формула (4) для приближенной оценки вполне пригодна.

Работа выполнена при финансовой поддержке за счет гранта Российского Научного Фонда (проект № 14-22-00279).

### Список литературы:

1. Удивительный шунгит. // Интернет-газета «Континент». [kontinentusa.com](http://kontinentusa.com)>udivitelnyj-shungit.
2. Антонец И.В., Котов Л.Н., Калинин Ю.Е., Ситников А.В., Шавров В.Г., Щеглов В.И. // ПЖТФ. 2014. Т.40. №14. С.1.
3. Антонец И.В., Котов Л.Н., Кирпичёва О.А., Голубев Е.А., Калинин Ю.Е., Ситников А.В., Шавров В.Г., Щеглов В.И. // РЭ. 2015. Т.60. №8. С.839.
4. Антонец И.В., Власов В.С., Котов Л.Н., Кирпичёва О.А., Голубев Е.А., Калинин Ю.Е., Ситников А.В., Шавров В.Г., Щеглов В.И. // Электронный «Журнал радиоэлектроники». 2016. №5. С.1-60. <http://jre.cplire.ru/jre/may16/10/text.html>,
5. Мошников И.А., Ковалевский В.В., Лазарева Т.Н., Петров А.В. // Материалы совещания «Геодинамика, магматизм, седиментогенез и минерагения северо-запада России. Петрозаводск: Институт геологии КарНЦ РАН. 2007. С.272.
6. Лыньков Л.М., Махмуд М.Ш., Криштопова Е.А. // Вестник Полоцкого государственного университета. Серия С. Фундаментальные науки. Новополоцк: ПГУ. 2012. №4. С.103.
7. Родионов В.В. Механизмы взаимодействия СВЧ-излучения с наноструктурированными углеродсодержащими материалами. Дисс. на соиск. уч. степ.к.ф.-м.н. Курск – 2014.
8. Антонец И.В., Котов Л.Н., Некипелов С.В., Шавров В.Г., Щеглов В.И. // РЭ. 2004. Т.49. №10. 1243.
9. Антонец И.В., Котов Л.Н., Шавров В.Г., Щеглов В.И. // РЭ. 2006. Т.51. №12. С.1481.
10. Антонец И.В., Щеглов В.И. Распространение волн через тонкие слои и пленки. Сыктывкар: ИПО СыктГУ. 2010.
11. Антонец И.В., Щеглов В.И. Распространение волн через многослойные структуры. Часть первая. Прямой метод. Сыктывкар: ИПО СыктГУ. 2011.



## ПРОВОДНИКОВЫЕ АЛЮМИНИЕВЫЕ СПЛАВЫ С ПОВЫШЕННОЙ ПРОЧНОСТЬЮ И ТЕРМОСТОЙКОСТЬЮ

Белов Н.А.

НИТУ «МИСус», г. Москва, Россия, E-mail: nikolay-belov@yandex.ru

Высокая электропроводность алюминия обусловила его применение для производства широкой номенклатуры кабельной продукции [1,2]. Поскольку при добавлении других элементов в той или иной степени снижается электропроводность, то проволоку в основном изготавливают из технического алюминия (А5Е или А7Е) [3,4] или из низколегированных сплавов системы Al-Si-Mg, в частности, АВЕ [5]. В настоящее время в различных областях техники сильно возрос интерес к термостойким материалам на основе алюминиевых сплавов (в частности, в энергетике для изготовления проводов высоковольтных воздушных ЛЭП). Такие материалы должны сочетать низкое электросопротивление и достаточную прочность, сохраняющуюся после нагревов вплоть до 250-300°C, что исключает использование традиционных сплавов.

В работах ВИЛСа, проводившихся в семидесятых-девяностых годах прошлого века под руководством В.И.Добаткина [6,7], для создания термостойких сплавов было предложено легировать алюминий добавками церия и других РЗМ (в частности, в виде мишметалла – Мм), способных обеспечить значительное повышение характеристик жаропрочности. Результаты проведенных исследований нашли отражение в составе сплава 01417, который содержит около 7 % РЗМ (ТУ 1-809-1038-96) и ориентирован на гранульную технологию – быстрое затвердевание с последующими операциями порошковой металлургии (RS/PM). Жаропрочный алюминиевый сплав 01417 предназначен для изготовления проволоки, длительно работающей при температурах до 250 °С. В настоящее время из него изготавливают бортпровода авиалайнеров взамен медных проводов, при этом достигается существенное снижение массы изделия по сравнению с медной проволокой [8].

В последние годы активно развивается другое направление: создание низколегированных проводниковых алюминиевых сплавов с добавкой циркония [9,10]. Эти сплавы нашли уже достаточно значительное применение для изготовления проволоки, используемой в проводах высоковольтных ЛЭП, в которых возможны нагревы до 300°C. Раньше создание алюминиевых сплавов с повышенным содержанием циркония рассматривалось только применительно к технологии сверхбыстрой кристаллизации (RS/PM) [6]. Однако из-за высокой стоимости полуфабрикатов, полученных данным методом, такие материалы (например сплав 01419) не получили значительного применения. В качестве альтернативы технологии RS/PM в работах авторов [11-12] было предложено использовать традиционные литейные технологии для получения отливок и слитков сплавов, содержащих до 0,6% Zr. В этом случае улучшенные эксплуатационные свойства деформированных полуфабрикатов определяются наночастицами фазы Al<sub>3</sub>Zr (а именно, метастабильной модификации L12) с объемной долей 0,5–1 % (об.) и средним размером 5-10 нм.

При получении сплавов с добавкой циркония необходимы повышенные температуры плавки литья, что обусловлено спецификой диаграммы состояния Al–Zr, характеризующейся резким повышением температуры ликвидуса с ростом концентрации этого элемента [2]. Поскольку в процессе кристаллизации весь цирконий должен войти в состав алюминиевого твердого раствора [далее (Al)], то для Al–Zr-сплавов требуется иная технология приготовления литой заготовки по сравнению с марочными сплавами. Второй важнейшей особенностью технологии является выделение циркония из пересыщенного (Al) в виде наночастиц фазы Al<sub>3</sub>Zr, что достигается деформационно-термической обработкой. В сплавах с РЗМ низкая легированность (Al) обеспечивается строением соответствующих фазовых диаграмм, в частности Al–Ce [2]. А вот минимизация значения  $\lambda$  вызывает серьезные трудности, которые даже для технологии RS/PM представляются непреодолимыми. Ниже дается обоснование сказанному.

Величина  $\lambda$  зависит от объемной доли ( $Q_V$ ) второй фазы и ее размера ( $d$ ). В сплавах системы Al-PЗМ (т.е. типа 01417) для слитковой технологии максимальное значение  $Q_V$  составляет около 12,5 % (об.), что соответствует эвтектической точке (~10 % (масс.) PЗМ). В этом случае при  $d=0,5$  мкм расчетная величина  $\lambda$  составляет порядка 1,6 мкм, что согласуется с экспериментальными данными (рис.1а). И это по сути предел для слитков. При переходе к технологии RS/PM значение  $Q_V$  может быть увеличено до ~19,5 % (об.) (~15 % (масс.)PЗМ), а значение  $d$  снижено до ~200 нм (рис.1б). Это позволяет добиться уменьшения межчастичного расстояния  $\lambda$  до ~400 нм, что можно считать пределом для гранульной технологии.

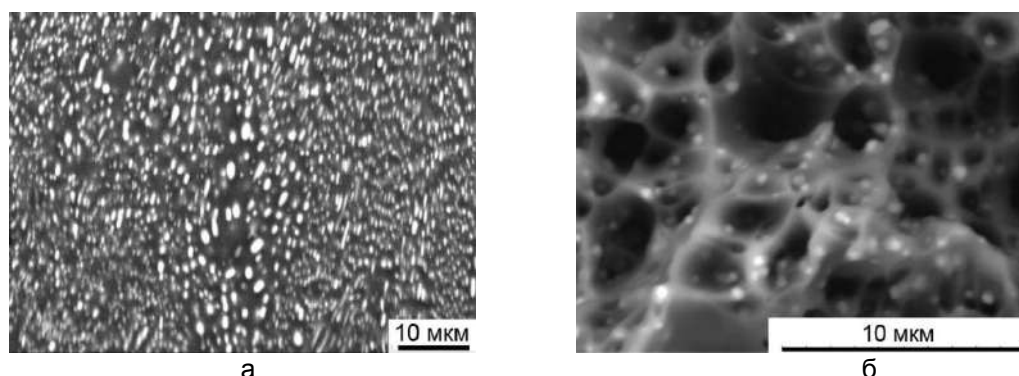


Рисунок 1 – Включения фазы  $Al_4Ce$  (PЗМ) в сплавах Al-9,8%Ce (а) и 01470 (Al-7%Mn) (б), СЭМ: а – слиток, отжиг при 600 °С, 3 ч; б - проволока (излом), отжиг при 300 °С, 3 ч

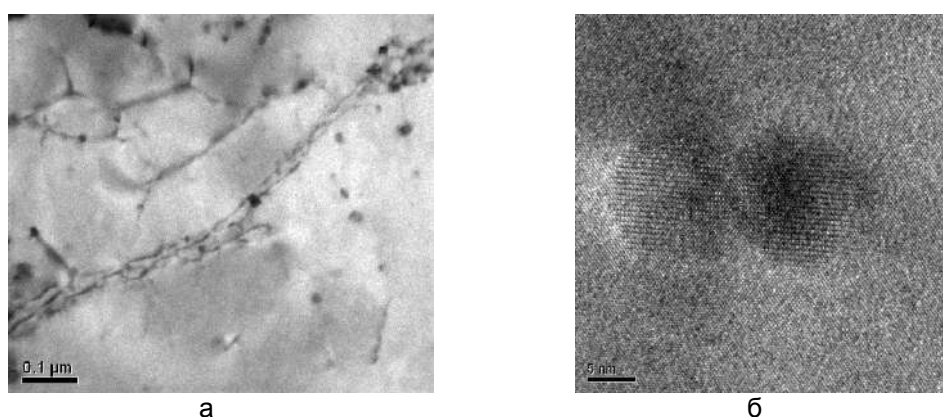


Рисунок 2 – Вторичные выделения фазы  $Al_3Zr$  в сплаве Al-0,64%Zr (проволока, отжиг при 300 °С, 500 ч), ПЭМ: а – дислокации, закрепленные вторичными наночастицами фазы  $Al_3Zr$ ; б – наночастица фазы  $Al_3Zr$  крупным планом

Для Al-Zr-сплавов, полученных по слитковой технологии, максимальное значение  $Q_V$  не превышает 1 % (об.) (т.е. намного меньше, чем в сплавах с PЗМ), однако реально достижимый размер частиц  $Al_3Zr$  составляет около 10 нм (рис. 2), поэтому даже при  $Q_V = 0,5$  % (об.) расчетное значение  $\lambda$  составляет ~100 нм. Это свидетельствует о существенно большей эффективности добавки циркония по сравнению с PЗМ.

Сравнение характеристик термостойких сплавов двух типов: с добавками циркония (АЦр1Е) и PЗМ (01417) свидетельствует в пользу первого. В качестве эффективного критерия для проводниковых сплавов может служить соотношение между значениями  $\rho$  и  $\sigma_B$ . Сравнение результатов, полученных на проволоке, полученной из слитков Al-Zr- сплавов, содержащих от 0,1 до 0,6 % Zr, с результатами, полученными авторами [6] на проволоке, изготовленной по технологии RS/PM из Al-Ce-сплавов, содержащих от 3 до 15 % Ce, свидетельствует в пользу первых. В табл. 1 приведены значения  $\sigma_B$  и  $\rho$  для сплавов систем Al-Ce и Al-Zr. Они достаточно наглядно показывают, что при одинаковой прочности (после отжига при 300 °С) сплавы с цирконием обладают меньшим электросопротивлением. Если принять во внимание

повышенную плотность сплавов с РЗМ (2,9 против 2,7 г/см<sup>3</sup>) и дороговизну технологии RS/PM, то преимущество сплавов с цирконием выглядит достаточно убедительным. Более детально это отражают данные, приведенные в таблице.

Таблица 1– Механические и электрические свойства проволоки из сплавов 01417 и АЦр1Е

Сплав	Термическая обработка	$\sigma_B$ , МПа	$\delta$ , %	$\rho$ , Ом·м·10 <sup>-9</sup>
01417*	Без термообработки	281	2,3	32,8
	Отжиг при 300 °С	181	7,2	32,0
АЦр1Е**	Без термообработки	215	2,5	29,6
	Отжиг при 300 °С	180	>5	29,2

\* по данным [6]

\*\* экспериментальные данные авторов

**Список литературы:**

1. Алюминий. Свойства и физическое металловедение: Справочник / Под ред. Дж. Хэтча. М.: Металлургия, 1989.
2. Белов Н.А. Фазовый состав промышленных и перспективных алюминиевых сплавов- М.: Издательский Дом МИСиС, 2010, 511 с.
3. ГОСТ 11069-2001. Алюминий первичный. М.: ИПК Изд-во стандартов, 2002.
4. ГОСТ 13843-78. Катанка алюминиевая. М.: Изд-во стандартов, 1985.
5. ГОСТ20967-75.Катанкаизалюминиевогосплава.М.:Изд-востандартов, 1975.
6. Добаткин В.И., Елагин В.И., Федоров В.М. Быстрозакристаллизованные алюминиевые сплавы. М.: ВИЛС, 1995, 341 с.
7. Добаткин В.И., Федоров В.М., Бондарев Б.И. и др. Гранулируемые алюминиевые сплавы с высоким содержанием переходных металлов // Технология легких сплавов 2004. №3. С. 22–29.
8. Матвеев Ю.В., Гаврилова В.П., Баранов В.В. Легкие проводниковые материалы для авиапроводов // Кабели и провода. 2006. № 5 (300). С.22-23.
9. Алюминиевый композитный усиленный провод – новое изобретение для высоковольтных воздушных ЛЭП // Энергоэксперт. 2007. №3. С. 60–62.
10. P.Uliaz, T.Knych, A.Mamala, B.Smyrak: Aluminium Alloys, Ed. by J. Hirsch, B. Skrotzki and G. Gottstein, (WILEY-VCH, Weinheim, 2008) pp. 248–255.
11. Белов Н.А., Алабин А.Н., Прохоров А.Ю. Влияние добавки циркония на прочность и электросопротивление холоднокатаных алюминиевых листов // Изв.вузов. Цветная металлургия. 2009. № 4. С.42-47.
12. N.A.Belov, A.N. Alabin, D.G.Eskin, I.A.Matveeva «Effect of zirconium additions and annealing temperature on electrical conductivity and hardness of hot rolled aluminum sheets». Transactions of Nonferrous Metals Society of China», 2015, Vol. 25, P. 2817–2826

*Статья подготовлена в рамках гранта Президента РФ для поддержки ведущих научных школ, НШ-9899.2016.8.*

**ФАКТОРЫ, СНИЖАЮЩИЕ ЛОКАЛЬНУЮ ПРОЧНОСТЬ ГРАНИЦ ЗЕРЕН СТАЛЕЙ,  
СОДЕРЖАЩИХ МАРТЕНСИТ**

**Мишин В.М.**

*ФГАОУ ВПО Северо-Кавказский федеральный университет,  
г. Пятигорск, Россия, E-mail: mishinvm@yandex.ru*

В результате превращения аустенита в мартенсит образуются ослабленные структурные зоны – границы исходных аустенитных зерен [2,5]. На них выходят кристаллы образовавшегося мартенсита, перед вершинами которых образуются области объемного растяжения – источники остаточных внутренних микронапряжений [4]. В то же время, происходит образование зернограничных сегрегаций охрупчивающих примесей фосфора, сурьмы и олова [2-5]. В связи с этим, актуально изучение влияния перечисленных факторов на локальную прочность границ зерен. Целью исследования являлось установление количественного влияния факторов, снижающих локальную прочность границ зерен сталей, содержащих мартенсит.

Материал и методика исследования

Изучали локальную прочность исходных аустенитных зерен на различных сталях со структурой мартенсита (табл.1).

Таблица 1 – Исследуемые стали

Сталь	Термообработка
Мартенситная 18X2H4BA	1000 °С, 20 мин., зак. в воде
Аустенитно-мартенситная 50H7X6, 50X8H5	1100 °С, масло, холодная деформация
Мартенситностареющая H18M2T2	1000 °С, масло, старение 3 ч., 425 °С.
Метастабильная аустенитная 50H20	1100 °С масло

Локальную прочность границ зерен в стали оценивали уровнем растягивающих напряжений в зоне локального разрушения на основе испытаний сосредоточенным изгибом на замедленное хрупкое разрушение (ЗХР) образцов с концентраторами напряжений, позволяющих локализовать процесс зарождения и начального развития трещины на границах зерен [3]. Расчет локальных напряжений проводили на основе применения метода конечных элементов (МКЭ) [3].

Результаты исследования и их обсуждение

Локальная прочность границ зерен мартенситной стали

Показано, что локальная прочность границ зерен в мартенситной стали (18X2H4BA) (оцениваемая величиной порогового локального напряжения при испытаниях на ЗХР) зависит от их структурного состояния в зоне зарождения трещины [4-6]. В наибольшей степени локальную прочность границ зерен снижают сегрегации фосфора и остаточные внутренние микронапряжения в вершинах мартенситных кристаллов, выходящих на границы исходных аустенитных зерен [2] (рис. 1). Изучение одновременного воздействия углерода и фосфора на хрупкую прочность границ исходных зерен аустенита, оцениваемую уровнем пороговых м.л.р.н., стали в закаленном состоянии показало, что зависимость хрупкой прочности границ зерен от объемного содержания углерода и концентрации зернограничного фосфора немонотонна. С повышением объемного содержания от 0,007 до 0,03 % увеличивается хрупкая прочность границ, несмотря на одновременный рост при этом зернограничного фосфора. Установлено, что имеет место зависимость между содержанием углерода в стали и хрупкой прочностью границ зерен. Эта связь осуществляется через воздействие углерода на зернограничный фосфор. Существует диапазон концентраций углерода, в котором он влияет на выход фосфора на границы зерен.

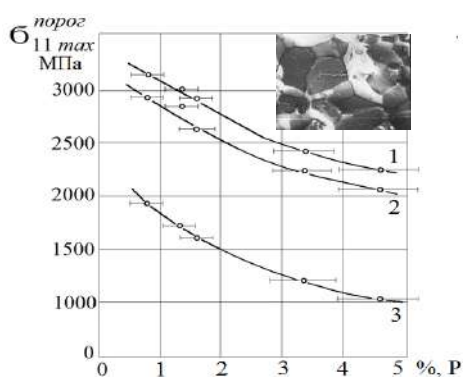


Рисунок 1 –Зависимости локальной прочности границ зёрен от атомной концентрация фосфора на границе зерна стали 18X2H4BA. Отдых: 1 – 30 мин, 2 – 50 ч, 3 – 100 ч

При малых концентрациях (до 0,04%) действие углерода позитивно – он нейтрализует охрупчивающее влияние зернограницных сегрегаций фосфора. Даже при росте концентрации последнего на границах, происходит рост хрупкой прочности границ зерен. При больших концентрациях (более 0,04%) углерод играет негативную роль, т.е. теряет нейтрализующее действие на фосфор, количество которого на границах растёт – хрупкая прочность падает.

Локальная прочность границ зерен аустенитно-мартенситной стали

В результате испытаний на ЗХР двух партий образцов из стали 50Н7Х6, имеющих примерно одинаковое общее содержание мартенсита (75 %), но полученное разными способами, установлено, что сталь после холодной пластической деформации в двухфазном состоянии имеет большую прочность границ зерен (рис. 2). Доказано, что именно протекание процессов релаксации микронапряжений в результате пластической деформации приводит к снижению уровня остаточных внутренних микронапряжений, привносящих основной вклад в ослабление границ зерен.

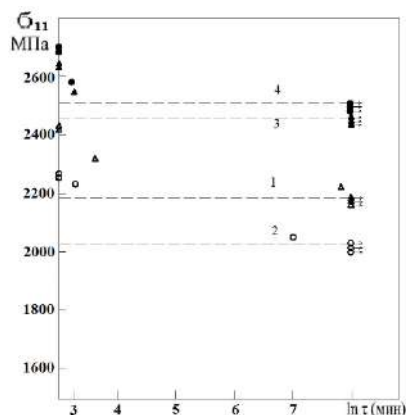


Рисунок 2 – Уровни локальной прочности границ зерен двухфазных аустенитно-мартенситных сталей с различным содержанием мартенсита с высоким и низким уровнем внутренних микронапряжений: 1 – сталь 50X6H7 (охлаждение при -50 °С, содержание мартенсита 75 %); 2–сталь 50X8H5 (содержание мартенсита 40 %); 3 –сталь 50X6H7 (холодная прокатка на 27 %, содержание мартенсита 75 %); 4 – сталь 50X8H5 (холодная прокатка на 25 %, содержание мартенсита 85 %). lnτ – время до регистрации разрушения

Таким образом, локальная прочность границ зерен двухфазных аустенитно-мартенситных сталей зависит от уровня остаточных внутренних микронапряжений, локализованных на границах исходных аустенитных зерен.

Локальная прочность границ зерен мартенситностареющей стали

Установлено, что в ходе старения модельной мартенситностареющей стали Н18М2Т2 происходит изменение состояния границ зерен, которое связано с упругими искажениями, образуемыми в результате распада по границам и с обогащением границ зёрен примесными атомами, ослабляющими межзеренную связь. Насыщение границ зёрен водородом приводит к значительному снижению их прочности, измеряемому величинами порогового локального напряжения при ЗХР (рис. 3). Водород оказывает максимальное охрупчивающее действие на локальную прочность границ зёрен при одновременном выполнении двух условий: в зоне концентрации напряжений действуют максимальные локальные растягивающие напряжения и достигается критическая концентрация водорода [4].

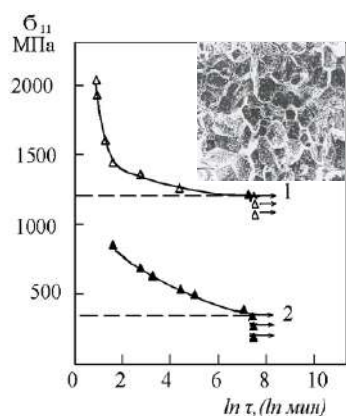


Рисунок 3 – Зависимости времени до разрушения от максимального локального растягивающего напряжения мартенситно-старяющей стали H18M2T2 (старение при 425°C, 3ч.) при испытаниях в воздушной среде – 1 и при электролитическом наводороживании – 2. Интеркристаллитный характер излома в зоне локального разрушения стали H18M2T2

при пороговых напряжениях  $\sigma_{11пороз}$ .

Таким образом, возникновение в структуре стали локальных упругих напряжений локализованных на межфазной когерентной границе интерметаллид – матрица и насыщение границ зёрен водородом приводит к снижению локальной прочности границ зёрен мартенситно-старяющей стали.

Локальная прочность границ зёрен метастабильной аустенитной стали

В метастабильной аустенитной стали (50H20) в вершине концентратора напряжений в результате деформации аустенита происходит фазовое превращение аустенита в мартенсит [1]. Появление «свежего» мартенсита приводит к возникновению высокого уровня остаточных микронапряжений в вершинах кристаллов мартенсита, вышедших на границы зёрен аустенита. Локальная прочность границ зёрен снижается, что приводит к реализации замедленного разрушения. Определённые пороговые локальные напряжения при испытаниях на ЗХР, соответствуют локальной прочности границ зёрен.

**Заключение**

1. Установлено, что локальную прочность границ зёрен мартенситных, двухфазных аустенитно-мартенситных, мартенситно-старяющих, метастабильных аустенитных сталей снижают остаточные внутренние микронапряжения, концентрация водорода в водородных ловушках в вершинах мартенситных кристаллов, выходящих на границы исходных аустенитных зёрен и сегрегации фосфора, сурьмы, олова.

2. Показана применимость разработанной методики количественной оценки локальной прочности границ зёрен на основе испытаний на замедленное разрушение и применения метода конечных элементов.

**Список литературы:**

1. Artemova E.N., Mishin V.M., Sarrak V.I., Suvorova S.O. Force criterion for delayed failure of metastable austenitic steel // Strength of Materials, 1989. -Vol. 21, Issue 11. -pp 1522–1525.
2. Волоконский М.В., Мишин В.М. Оценка прочности границ зёрен стали, ослабленных фосфором и остаточными напряжениями // Современные наукоемкие технологии, 2013. -№ 3. - С. 104-105.
3. Мишин В.М., Береснев А.Г., Саррак В.И. Способ определения склонности к замедленному разрушению стали при одновременном действии водорода и механических напряжений // Заводская лаборатория, 1986. -№ 8. -С. 69-74.
4. Мишин В.М., Филиппов Г.А. Критерий и физико-механическая характеристика сопротивления стали замедленному разрушению // Деформация и разрушение материалов, 2007. -№ 3. -С. 37-42.
5. Sarrak V.I., Mishin V.M. Delayed failure of steels // Materials Science, 1992. -Vol. 28, № 5.- P. 419-420.
6. Мишин В.М., Саррак В.И. Роль остаточных внутренних микронапряжений в термически активированном зарождении трещины при замедленном хрупком разрушении высоко- прочных сталей. // Физика металлов и металловедение, 1990. – №1. – С.195-198.

**МОДЕЛЬ ПРОХОЖДЕНИЯ УЛЬТРАЗВУКОВЫХ ВОЛН  
В МАТЕРИАЛЕ С ГРАДИЕНТНОЙ СТРУКТУРОЙ**

**Сарычев В.Д., Невский С.А., Громов В.Е.**

*Сибирский государственный индустриальный университет,  
г. Новокузнецк, Россия, E-mail: nevskiy\_sa@physics.sibsiu.ru*

Известно, что скорость ультразвука является физической величиной, зависящей от упругих характеристик и физических свойств материала [1]. Если с изделием происходят какие-нибудь изменения, вызванные, например нанесением покрытия методом наплавки, термообработкой, интенсивной пластической деформацией, то возникает градиент структуры и фазового состава материала и скорость ультразвука неизбежно изменяется. При эксплуатации таких материалов неизбежно возникают микротрещины. Поэтому определение степени поврежденности материала, т.е. того момента, когда микротрещины достигают размера макротрещин, является важной задачей, так как своевременное определение стадии предразрушения позволяет избежать наступления различного рода катастрофических ситуаций [2]. Для диагностики накопления микроповреждений используются различные методы неразрушающего контроля [3]. К таким методам относится, например, теневой метод измерения акустических параметров среды. Суть метода заключается в периодическом возбуждении излучающего преобразователя (датчик совмещает приемный и излучающий пьезопреобразователи), преобразователь формирует поверхностную акустическую волну в исследуемом материале. Волна распространяется от излучающего к приемному преобразователю, где преобразуется в электрический сигнал, поступающий на вход осциллографа [4]. При различном состоянии материала (трещины, поры и т.п.) изменяется длина ультразвукового пути и по изменению скорости звука и резонансной частоты можно судить о степени поврежденности материала.

Для объяснения вышеотмеченных изменений в настоящей работе предлагается теоретическая модель прохождения ультразвука по материалу с усталостными трещинами в приближении воздушной пробки. Суть этого приближения состоит в том, что ультразвуковой тракт представляется в виде трех слоев: бездефектный материал - воздушная прослойка - бездефектный материал. Обратимся к теории прохождения ультразвука через три слоя с целью получения определяющего уравнения для резонансной частоты [5]. Пусть имеются следующие характеристики трех слоев: координаты, волновые числа и модули Юнга. Запишем волновые уравнения для каждого слоя:

$$\frac{\partial^2 U_n}{\partial t^2} = c_n^2 \frac{\partial^2 U_n}{\partial x^2} \quad (1)$$

где  $n = 1, 2, 3$  – номер слоя.

Решение волнового уравнения будем искать в виде:

$$U_n(x,t) = (A_n \cdot e^{-i \cdot x \cdot k_n} + B_n \cdot e^{+i \cdot x \cdot k_n}) \cdot e^{i \cdot \omega \cdot t} \quad (2)$$

$$k_n = \frac{2\pi}{\lambda_n} = \frac{\omega}{c_n}$$

где  $x_n$  – координата;  $k_n$  – волновое число;  $c_n$  – скорость звука;  $\omega = 2\pi f$  – частота;  $A_n, B_n$  – комплексные амплитуды.

Граничные условия прохождения звука в материале с дефектами имеют вид:

$$U = A_1 + B_1; U = A_3 \exp(-ik_3 x_3) + B_3 \exp(ik_3 x_3) \quad (3)$$

Амплитудные значения в (2) можно определить из граничных условий (3) и условий непрерывности напряжений и смещений:

$$U_n(x_n) = U_{n+1}(x_n); E_n(x_n) = E_{n+1}(x_n) \quad (4)$$

где  $E_n$  – модуль Юнга. Для простоты вычислений воспользуемся матричным методом [6], суть которого состоит в записи условий (3), например, на границе  $x=x_1$  в виде:

$$M_{11}f_1 = M_{12}f_2 \quad (5)$$

где

$$f_1 = \begin{bmatrix} A_1 \\ B_1 \end{bmatrix}, \quad f_2 = \begin{bmatrix} A_2 \\ B_2 \end{bmatrix}, \quad M_{11} = \begin{bmatrix} \exp(-ix_1k_1) & \exp(ix_1k_1) \\ -E_1k_1 \exp(-ix_1k_1) & E_1k_1 \exp(ix_1k_1) \end{bmatrix}$$

$$M_{12} = \begin{bmatrix} \exp(-ix_1k_2) & \exp(ix_1k_2) \\ -E_2k_2 \exp(-ix_1k_2) & E_2k_2 \exp(ix_1k_2) \end{bmatrix}$$

Из (4) получаем  $f_2 = M_{12}^{-1} \cdot M_{11} \cdot f_1$  или, обозначив через  $R_{21} = M_{12}^{-1} \cdot M_{11}$ , имеем  $f_2 = R_{21} \cdot f_1$ . Аналогично  $f_3 = R_{32} \cdot f_2$ . Тогда связь между  $f_1$  и  $f_3$  может быть представлена в виде:

$$f_3 = R_{32} \cdot f_2 = R_{32} \cdot R_{21} \cdot f_1 \quad \text{или} \quad f_3 = S \cdot f_1 \quad (6)$$

где  $S = R_{32} \cdot R_{21}$ . Формула (6) в развернутом виде:

$$A_3 = S_{11}A_1 + S_{12}B_1, \quad B_3 = S_{21}A_1 + S_{22}B_1 \quad (7)$$

и с учетом (3) получаем:

$$\begin{cases} U_0 = A_1 + B_1 \\ U_3 = (e^{-i \cdot x_3 \cdot k_3} \cdot S_{11} + e^{i \cdot x_3 \cdot k_3} \cdot S_{21}) \cdot A_1 + (e^{-i \cdot x_3 \cdot k_3} \cdot S_{12} + e^{i \cdot x_3 \cdot k_3} \cdot S_{22}) \cdot B_1 \end{cases} \quad (8)$$

Для собственных частот системы необходимо, чтобы определитель системы (6) обращался в ноль:

$$\Delta = e^{-i \cdot x_3 \cdot k_3} (S_{12} - S_{11}) + e^{i \cdot x_3 \cdot k_3} (S_{22} - S_{21}) = 0 \quad (9)$$

После аналитических преобразований получим:

$$\Delta = \operatorname{tg}(\varphi_1) + z_2 \cdot \operatorname{tg}(\varphi_2) + z_3 \cdot \operatorname{tg}(\varphi_3) - \frac{z_3}{z_2} \cdot \operatorname{tg}(\varphi_1) \cdot \operatorname{tg}(\varphi_2) \cdot \operatorname{tg}(\varphi_3) = 0 \quad (10)$$

где

$$z_2 = \sqrt{\frac{E_1 \cdot \rho_1}{E_2 \cdot \rho_2}}; \quad z_3 = \sqrt{\frac{E_1 \cdot \rho_1}{E_3 \cdot \rho_3}}; \quad \varphi_n = \frac{\omega \cdot d_n}{c_n} \quad (11)$$

Для сравнения с результатами эксперимента была рассмотрена следующая ситуация:

$$z_3 = 1, \quad k_1 = k_3 = \frac{2\pi}{\lambda_1} = \frac{2\pi}{c_1 \cdot T} = \frac{\omega}{c_1}; \quad k_2 = \frac{\omega}{c_2}$$

Данные параметры позволяют определить наличие трещин. Тогда (10) примет вид:

$$\Delta = \operatorname{tg}\left(\frac{\omega \cdot d_1}{c_1}\right) + z_2 \cdot \operatorname{tg}\left(\frac{\omega \cdot d_2}{c_2}\right) + \operatorname{tg}\left(\frac{\omega \cdot d_3}{c_1}\right) - \frac{1}{z_2} \cdot \operatorname{tg}\left(\frac{\omega \cdot d_1}{c_1}\right) \cdot \operatorname{tg}\left(\frac{\omega \cdot d_2}{c_2}\right) \cdot \operatorname{tg}\left(\frac{\omega \cdot d_3}{c_1}\right) \quad (12)$$

$$\Psi_1 = \frac{\omega \cdot d_1}{c_1}; \quad \Psi_2 = \operatorname{arctg}\left(z_2 \cdot \operatorname{tg}\left(\frac{\omega \cdot d_2}{c_2}\right)\right); \quad \Psi_3 = \frac{\omega \cdot d_3}{c_1}$$

Введем обозначения: (12) примет вид:

$$\Delta = \operatorname{tg}(\Psi_1) + \operatorname{tg}(\Psi_2) + \operatorname{tg}(\Psi_3) - \operatorname{tg}(\Psi_1) \cdot \operatorname{tg}(\Psi_2) \cdot \operatorname{tg}(\Psi_3) = 0 \quad (13)$$



$$(1 - \operatorname{tg}(\Psi_2) \cdot \operatorname{tg}(\Psi_3)) \cdot (\operatorname{tg}(\Psi_1) + \operatorname{tg}(\Psi_2 + \Psi_3)) = 0$$

$$(1 - \operatorname{tg}(\Psi_2) \cdot \operatorname{tg}(\Psi_3)) \cdot (1 - \operatorname{tg}(\Psi_1) \cdot \operatorname{tg}(\Psi_2 + \Psi_3)) \cdot \operatorname{tg}(\Psi_1 + \Psi_2 + \Psi_3) = 0$$

Первые два множителя в ноль обращаться не могут, так как  $\omega$  будет принимать такие значения, при которых  $\Delta=0$ . Действительно, пусть  $\omega_0$  такое, что  $\operatorname{tg}(\Psi_2) \cdot \operatorname{tg}(\Psi_3) = 1$ .

Тогда  $\operatorname{tg}(\Psi_3) + \operatorname{tg}(\Psi_2) = 0$  или  $\operatorname{tg}(\Psi_3) + \frac{1}{\operatorname{tg}(\Psi_3)} = 0$ , откуда  $\operatorname{tg}^2(\Psi_3) + 1 \neq 0$ . Это значит, что  $\Delta \neq 0$  при таком  $\omega_0$ . Поэтому окончательно получаем:

$$\operatorname{tg}(\Psi_1 + \Psi_2 + \Psi_3) = 0 \quad (14)$$

Решение уравнения (10) можно записать в виде:

$$\Psi_1 + \Psi_2 + \Psi_3 = \pi \cdot k, \text{ где } k = 0; \pm 1; \pm 2; \dots \quad (15)$$

Если первая и третья среды одинаковы, а вторая – включение, то оказывается, что размеры  $d_1$  и  $d_3$  по отдельности не входят в уравнение (14) и роль здесь играет расстояние между излучателем и приёмником минус ширина прослойки. Это обстоятельство позволяет выдвинуть гипотезу о консолидации пор и микротрещин в одну, но большую. Данная гипотеза оправдывает использование настоящей модели для описания прохождения звука через среду с усталостными трещинами.

Обозначим через  $d = d_1 + d_2 + d_3$ , тогда (14) можно представить в виде:

$$\frac{\omega \cdot (d - d_2)}{c_1} + \operatorname{Arctg}(z_2 \cdot \operatorname{tg}(\frac{\omega \cdot d_2}{c_2})) = \pi \cdot k \quad (16)$$

Для удобства нахождения резонансной частоты перепишем (16) в новых переменных:

$$x + \operatorname{arctg}(z_2 \cdot \operatorname{tg}(a \cdot x)) = \pi \cdot k \quad (17)$$

$$x = \frac{\omega \cdot (d - d_3)}{c_1}, \quad a = \frac{d_2 \cdot c_1}{c_2 \cdot (d - d_2)}$$

где:

Разрешая уравнение (17) относительно  $x$  для каждого  $k$ , получим все возможные варианты. Таким образом, разработана и протестирована модель прохождения ультразвука в материале, содержащем дефекты.

*Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (№ проекта 15-19-00065)*

#### Список литературы:

1. Rushchitsky, J. J. Nonlinear Elastic Waves in Materials / J. J. Rushchitsky. – Berlin: Springer. – 2013. – 440 p.
2. Махутов, Н. А. Конструкционная прочность, ресурс и техногенная безопасность в 2-х частях / Н.А. Махутов. – Новосибирск: Наука, 2005. – Ч.1. – 494 с.
3. Муравьев, В. В. Скорость звука и структура сталей и сплавов / В. В. Муравьев, Л. Б. Зуев, К. Л. Комаров – Новосибирск: Наука, 1996. – 270с.
4. Алешин, Н. П. Ультразвуковой контроль / Н. П. Алешин [и др.]. – М.: Спектр, 2011. – 224 с.
5. А.А. Ботаки, В.Л. Ульянов, А.В. Шарко. Ультразвуковой контроль прочностных свойств конструкционных материалов / А. А. Ботаки, В. Л. Ульянов, А. В. Шарко – М.: Машиностроение, 1981 – 80 с.
6. Sarychev, V.D., Nevskii, S.A., Gromov V.E. The theoretical analysis of stress-strain state of materials with gradient structure / V.D. Sarychev, S.A. Nevskii, V.E. Gromov // Materials physics and mechanics – 2015. – V. 22. – P. 157 – 169.

## **SOLUTION COMBUSTION SYNTHESIS OF PURE METALL NANOPOWDERS**

**<sup>1</sup>Podbolotov K.B., <sup>2</sup>Khort A.A.**

<sup>1</sup>*Physical-Technical Institute NAS of Belarus, Minsk, Belarus*

<sup>2</sup>*Heat and Mass Transfer Institute NAS of Belarus, Minsk, Belarus*

*E-mail: k.podbolotov@yahoo.com*

Nanomaterials of a different nature have attracted significant research interest because of their unique size-dependent properties that are not typically observed in the corresponding bulk material. Nanomaterials are characterized by a high specific surface area to volume ratio, which is the basis of their novel physical-chemical properties [1, 2]. In this case, perhaps half or more atoms are near the surface or interface. This strongly affects as energy levels, electronic structure, and reactivity from the small structural and composition properties. Among the nanomaterials, metal nanoparticles (NP) are objects of a great research interest in modern materials chemistry and physics, where they find a wide application in such fields as nanoelectronics, optics, photochemistry, catalysis, etc [1-2].

Although, pure metals such as nickel, copper and cobalt was successfully produced by different combustion methods earlier [3-5], most of them are required an inert atmosphere (N<sub>2</sub>, Ar) during synthesis process to prevent metal oxidation, or the using of addition post reduction of metal oxides in atmosphere of hydrogen. In spite of such kind of methods seems to be an attractive for metal NP production as an easier and more economically efficient there are only a few papers devoted to safe combustion one-step method of pure metal NP production in common atmosphere or without additional post reduction where glycine as a reducer was used.

Thus, in this work we report the synthesis of pure metallic Ni, Co and Cu NP by one-step modified SCS technique in normal air atmosphere without additional post reduction. The effect of the different fuels on the combustion synthesis process and structure of metal NP was also investigated.

*Synthesis procedure.* Metal NP (Ni, Co, Cu) samples were synthesized by modified SCS method using mixture of a metal precursor/oxidizer with a fuel. All chemicals were purchased from Sigma-Aldrich unless stated otherwise. Nickel nitrate hydrate (Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O, Alfa Aesar, 98%), was used as a metal precursor, urea (CH<sub>4</sub>N<sub>2</sub>O, U, 98.6%), citric acid hydrate (C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>·H<sub>2</sub>O, CA, 99%), glycine (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>NO<sub>2</sub>, G, 98.5%) and hexamethylenetetramine (C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>N<sub>4</sub>, HMT, 99.2%) as a fuel component. For all experiments, the ratio ( $\varphi$ ) between the fuel and the oxidizer was kept constant and equal to 2. All samples were obtained by the same procedure. Metal nitrate hydrate was dissolved in a minimum amount of distilled hot water (solution 1) and a fuel was dissolved in aqueous solution of ammonia (solution 2). Than solutions 1 and 2 were mixed and sol was formed. The obtained sol has been rapidly drying in microwave furnace, until gel and then foam has formed. The foam was ignited and burned at 873 K under normal air atmosphere, leading to the formation of a fluffy powder, which was rapidly cooled to prevent metal oxidation. A temperature change of the reaction mixture was measured using a K-type thermocouple. The output signal of the thermocouple was collected by a data acquisition system.

Figure 1 shows the XRD patterns of the synthesized Ni-, Co- and Cu-based materials in systems with different types of the fuel. It can be seen that the metallic phase was obtained in all cases.

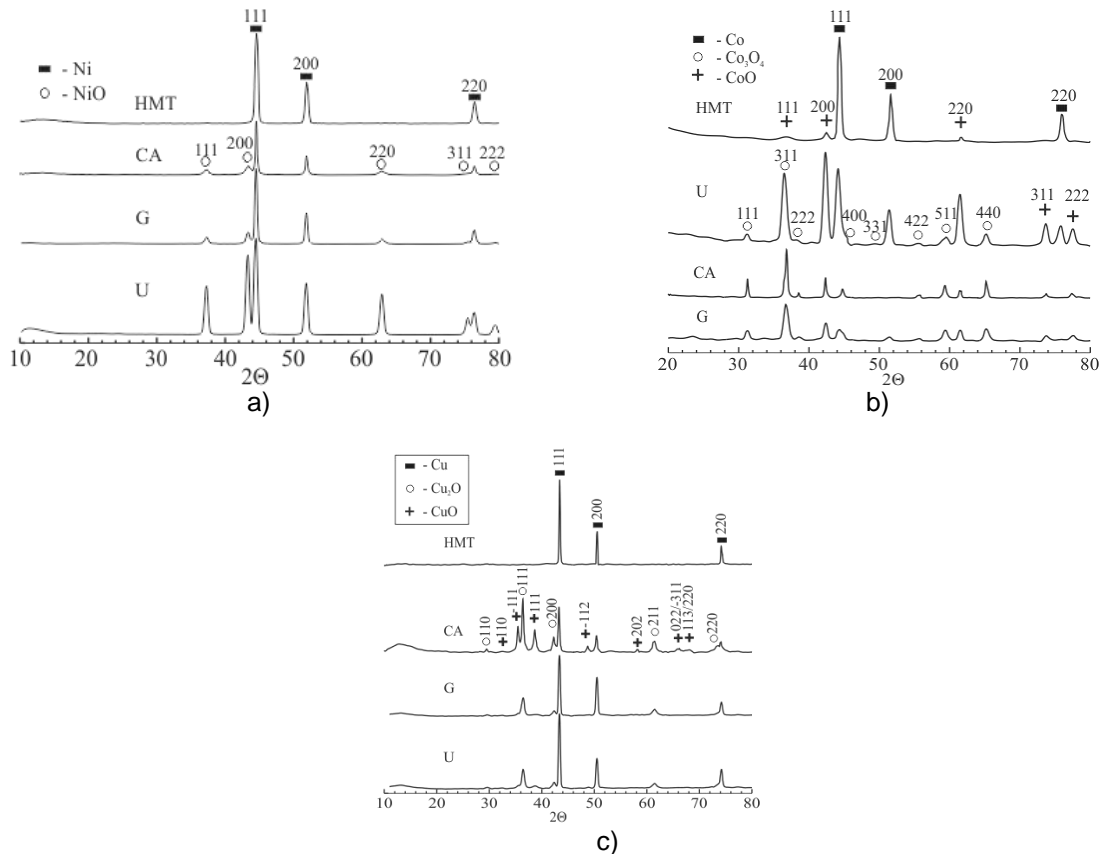


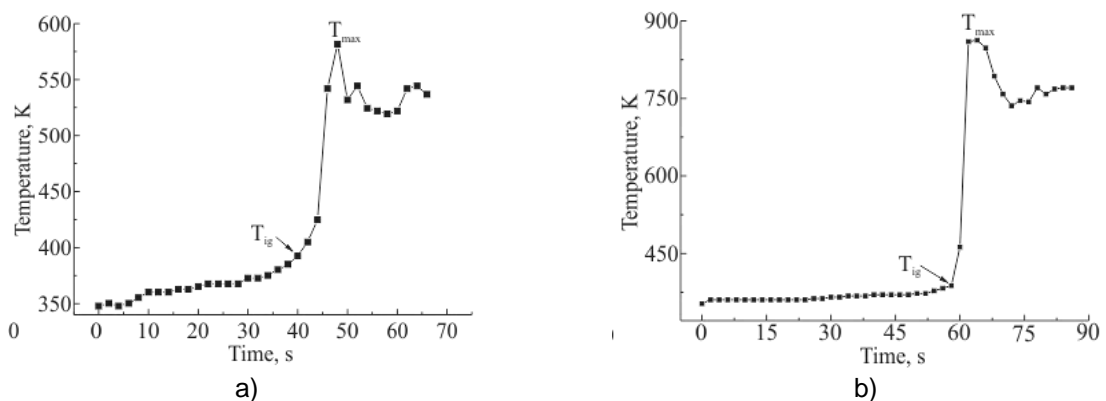
Figure 1 – XRD patterns of the synthesized Ni- (a), Co- (b) and Cu-based (c) materials

Nevertheless, only powder where HMT was used is characterized as a pure metallic Ni and Cu without any detected secondary phases and Co with a small amount of CoO as an additional side-phase.

In cases synthesis of Ni which CA and G were used traces of NiO phase were also detected. The usage of U as a fuel leads to formation of a mixture of Ni and NiO crystal phases. In cases where U and G were used Cu<sub>2</sub>O phase was also detected. The usage of CA as a fuel in processes of the synthesis of Cu leads to formation of a mixture of Cu, Cu<sub>2</sub>O and CuO crystal phases. In the cases synthesis of Co which CA and G were used a mixture of CoO and Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> was detected as a main phases. The use of urea as a fuel leads to the formation of a mixture of Co, CoO and Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> crystal phases.

In the case of using of HMT fuel was observed formation of pure metallic with the nanoscale grain size Ni (~5–20 nm), Co (~5–40 nm) and Cu (~10–67 nm).

Experimental temperature-time profiles of SCS in Me(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> – HMT systems are shown in Figure 2.



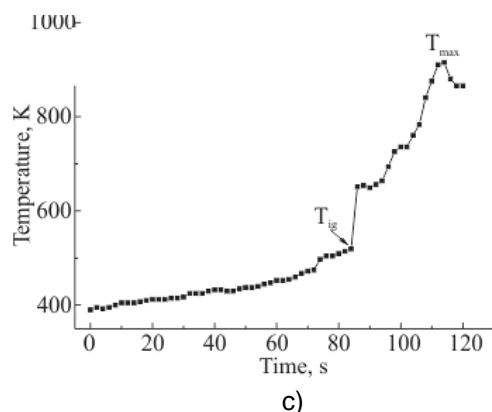


Figure 2 – Time-temperature-profile of SCS in  $\text{Me}(\text{NO}_3)_2$ -HMT systems, where Me – Ni (a), Co (b) and Cu (c)

In the system metal nitrate – HMT the one-step decomposition of HMT is resulted in formation of nitrogen and carbon monoxides and ammonia. The release of high amount of gases promotes the foam formation. After the accumulation of the gas mixture the exothermic reaction occurs at ( $T_{ig}$ ) 393 K for nickel, 387 K for cobalt and 519 K for copper systems. Maximum temperature of combustion processes was about 570 K, 850 K and 940 K for nickel, cobalt and copper systems respectively. In all cases metal nitrate decomposition occurs during the synthesis process with the formation of oxide solid phase and nitrogen oxides. Then the reduction of oxide particles by gaseous  $\text{NH}_3$ , CO, etc. occurs.

#### References:

1. H.M. Chen, R.-S. Liu, Architecture of Metallic Nanostructures: Synthesis Strategy and Specific Applications, *The Journal of Physical Chemistry C*, 115 (2011) 3513-3527.
2. M. Wautelet, *Nanotechnologies*, The Institution of Engineering and Technology, London, 2009.
3. A. Kumar, A.S. Mukasyan, E.E. Wolf, Combustion synthesis of Ni, Fe and Cu multi-component catalysts for hydrogen production from ethanol reforming, *Applied Catalysis A: General*, 401 (2011) 20-28.
4. A. Kumar, A. Cross, K. Manukyan, R.R. Bhosale, L.J.P. van den Broeke, J.T. Miller, A.S. Mukasyan, E.E. Wolf, Combustion synthesis of copper–nickel catalysts for hydrogen production from ethanol, *Chemical Engineering Journal*, 278 (2015) 46-54.
5. G.V. Trusov, A.B. Tarasov, E.A. Goodilin, A.S. Rogachev, S.I. Roslyakov, S. Rouvimov, K.B. Podbolotov, A.S. Mukasyan, Spray Solution Combustion Synthesis of Metallic Hollow Microspheres, *The Journal of Physical Chemistry C*, 120 (2016) 7165-7171.

## ИЗОСТАТИЧЕСКИЕ ТЕХНОЛОГИИ ПРИ ИЗГОТОВЛЕНИИ УГЛЕРОДНЫХ КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

<sup>1</sup>Антанович А.А., <sup>2</sup>Колесников С.А.

<sup>1</sup>ФГБУН Институт физики высоких давлений Российской Академии наук,  
г. Троицк, Россия

<sup>2</sup>АО «НИИ конструкционных материалов на основе графита»,  
г. Москва, Россия, E-mail: ntanov@hppi.troitsk.ru

Углеродные конструкционные материалы в том числе графиты и углерод-углеродные композиционные материалы получают высокотемпературной обработкой углеводородных прекурсоров матрицы, соединяющей, соответственно, порошкообразные или волокнистые углеродные наполнители. В последнее время всё большее применение при производстве таких материалов находит операция изостатическая карбонизация при высоких давлениях, проводимая или в сосудах высокого давления (газостатах) с системами сжатия, подачи и нагрева газа [1], или в аппаратах высокого давления (АВД) типа цилиндр-поршень, где передающей давления средой служит обычный кварцевый песок, а усилие на поршни передается с помощью гидравлического пресса [2]. Схемы технологического оборудования для обоих вариантов показаны на рисунке 1.

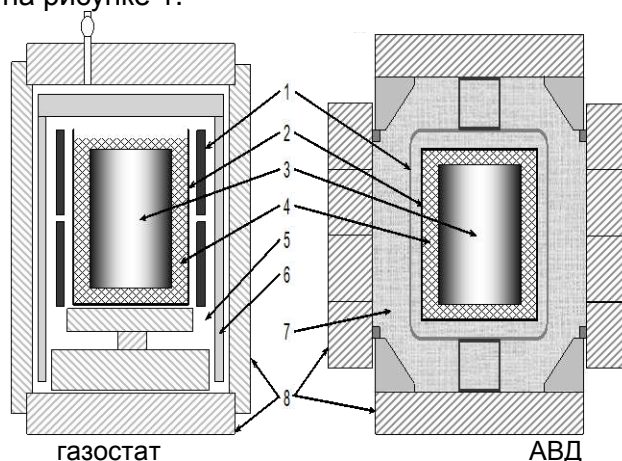


Рисунок 1 – Схемы технологического оборудования для изостатической карбонизации  
1 – нагреватель; 2 – металлическая капсула; 3 – обрабатываемая заготовка 4 – углеводородный прекурсор; 5 – газ; 6 – теплоизоляция; 7 – кварцевый песок; 8 – силовые элементы

В настоящей работе рассмотрены некоторые особенности процессов изостатической карбонизации в реальных условиях изготовления углерод-углеродных композиционных материалов с использованием АВД с внутренним диаметром 1000 мм (АВД-1000) при давлениях до 100 МПа и температурах до 750°C и выше. В качестве углеводородного прекурсора использовался каменноугольный пек [3]. При этом в АВД последовательно реализуются следующие основные физико-химические процессы:

- прогрев каменноугольного пека до расплавления;
- временная экспозиция, достаточная для проникновения прекурсора углеродной матрицы в поровую структуру между филаментных пор;
- прохождение этапа карбонизации, когда выделяются газообразные продукты, в температурно-изобарических условиях превышающих их критические точки;
- завершение процесса при температурах формирования твёрдого углеродного вещества.

В рабочем пространстве металлической оболочки с заготовкой и каменноугольным пеком при изостатической карбонизации основными присутствующими веществами являются расплав, собственно, высокомолекулярного пека с плотностью  $\sim 1,25 \text{ г/см}^3$ , азот и газообразные продукты карбонизации: водород, метан, бензол, этан, пропан, этилен, ацетилен и др. В области указанных температур и давлений для всех газообразных продуктов превышаются критические температура и давление. Для углеводородных газов критические температуры – от -80 °C для метана и до 562 °C для бензола. Критические давления – от 4,7 МПа для метана до 4,9 МПа

для бензола и, максимально, до 6,4 МПа для ацетилена. Поэтому все эти продукты в период их существования до завершения пиролиза представляют собой сверхкритические флюиды с плотностью, например, для углеводородов от 0,200 до 0,232 г/см<sup>3</sup>. Сверхкритические жидкости, как известно, характеризуются высокой активной способностью растворять близкие по структуре и составу органические вещества.



Рисунок 2 – Внешний вид коксовых матриц, полученных при различных режимах карбонизации: а – традиционная технологии при атмосферном давлении; б – изостатическая технология

Можно полагать, что газообразные продукты не покидают жидкообразную массу из расплава пека и низковязких сверхкритических жидкостей. Кроме того, из-за отсутствия межфазного натяжения и низкой вязкости сверхкритические флюиды легко проникают в поры малого диаметра, что существенно улучшает степень пропитки заготовок углеводородными прекурсорами перед началом процесса карбонизации.

В результате коксовая масса углеродного связующего, как показано на рисунке 2б, представляет собой монолитное вещество с истинной плотностью до 1,82 г/см<sup>3</sup>. При этом показанная на рисунке коксовая матрица была отобрана из коксового «пирога», образовавшегося над уровнем реально обрабатываемой заготовки углерод-углеродного композиционного материала. Такой уровень плотности углеродного вещества недостижим при проведении процесса по традиционной схеме [3] (рис.2а).

Для исследования влияния условий проведения карбонизации на физико-химические свойства углеродной коксовой матрицы определялись:

- истинная плотность  $\rho$ ;
- степень графитации  $\gamma$ ;
- скорость окисления  $v_{ок}$  при 500°C;
- суммарное содержание примесных элементов  $X_{\Sigma}$ .

При этом указанные свойства коксовых матриц (кроме  $X_{\Sigma}$ ) определялись как после изостатической карбонизации под давлением при максимальной температуре кар 780°C, так и после последующей высокотемпературной обработки в вакууме при температуре 2170°C. В таблице 1 приведены значения этих свойств и параметров для различных значений предельного давления изостатической карбонизации  $P_{ук}$  и использованного оборудования для изостатической карбонизации.

Таблица 1 –Свойства углеродной коксовой матрицы после карбонизации и последующей высокотемпературной обработки

$P_{ук}$ , МПа Оборудование	$\rho$ , г/см <sup>3</sup> температура обработки, °С		$\gamma$ , % температура обработки °С		$v_{ок}$ , (г/г·сек)·10 <sup>-7</sup> температура обработки, °С		$X_{\Sigma}$ , % температура обработки, °С
	780	2170	780	2170	780	2170	
0,1Печь карбонизации	1,53-1,67	2,03-2,10	0	38	545	4,36	1,5-1,8
80,0АВД-1000	1,79-1,83	2,03-2,15	0	36	170-350	4,3-5,8	1,0-1,9

Продолжение таблицы 1

100,0 АД-1000	1,85-1,87	2,06-2,11	0	37	160-300	1,2-1,4	1,0-1,8
100,0Газост ат Г6501	1,85-1,87	2,13-2,15	0	37	100-150	1,4-2,4	1,3-1,6

Приведенные в таблице интервалы значений величин включают в себя результаты обработки десятков проведенных процессов изостатической карбонизации при изготовлении углерод-углеродных композиционных материалов. В последней строке таблицы для сравнения приведены также аналогичные данные, полученные при использовании для изостатической карбонизации газостата Г6501, принадлежащего ООО «АВДТ».

Как видно из данных таблицы 1 при традиционном проведении карбонизации – при атмосферном давлении в печи карбонизации углеродная матрица характеризуется меньшим уровнем истинной плотности, что, как известно, свидетельствует о меньшем уровне совершенствования надмолекулярной и кристаллической структуры углеродного вещества. Эффективным показателем этого является и меньшая окислительная стойкость. Сумма 16-ти примесных элементов, среди которых нашли Al, B, Fe, Si, Mg, Ca, Mo, Ti и другие оказалась относительно малой и равной для всех образцов. Поэтому они не могли повлиять на величину скорости окисления углеродного вещества. При проведении изостатической карбонизации в АД, а также в газостатическом оборудовании достигаются практически одинаковые физико-химические свойства. После проведения высокотемпературной технологической операции различие истинной плотности углеродного вещества исследованных образцов уменьшилось. Однако сохранилась некоторая разность в окислительной стойкости.

Проведенные исследования позволили установить достаточный уровень предельного технологического давления при изостатической карбонизации. Для начальных операций формирования углеродной матрицы допустимо проведение процессов при 80 МПа с учётом выявленного выравнивания свойств после высокотемпературной обработки. В реальных условиях изготовления углерод-углеродных композиционных материалов начальная операция формирования углеродной матрицы во всем объеме заготовки при давлении 80 МПа в АД-1000 последовательно проводят два раза. Две заключительные операции в АД-100 проводят при предельном давлении 100 МПа.

В заключение следует отметить, что разработанная изостатическая технология углеродного производства в температурно-изобарических условиях, превышающих критические состояния для промежуточных продуктов карбонизации углеводородных прекурсоров углеродных матриц, обеспечили получение новых перспективных конструкционных материалов с высокими уровнями плотности, прочности и работоспособности в окислительных средах.

#### Список литературы:

1. Chard W., Niesz D. Advanced high pressure graphite processing technology // In Petroleum Derived Carbons, ACS Symposium Series, (American Chemical Society, Washington, D.C.) – 1974.- V. 21.- P. 155-67.
2. Alexander A. Antanovich, "Carbon-carbon composite materials (CCCM). Infiltration and carbonization under high pressure in the production of CCCM.Method and equipment. // Journal of Internationals Scientific Publications (ISSN 1313-2539): Materials, Methods & Technologies.- 2011.-V.- 5.- Part 1.- P. 19-24.
- 3.Привалов В.Е.Б Степаненко М.А. Каменноугольный пек //М.:Металлургия.-1981.- 208 С.
4. Проценко А.К., Колесников С.А. Разработка углерод-углеродных технологий и перспективы их развития // Научно-исследовательскому институту конструкционных материалов на основе графита – 55 лет. Сборник статей.- М.: Научные технологии. - 2015.- С.31-59.

## УСТАЛОСТНАЯ ПРОЧНОСТЬ НАНОКОМПОЗИЦИОННЫХ ВЫСОКОПРОЧНЫХ ПРОВОДОВ Cu/Nb, ИЗГОТОВЛЕННЫХ МЕТОДОМ «ПЛАВКА+ДЕФОРМАЦИЯ»

<sup>1</sup>Никулин С.А., <sup>1</sup>Рогачев С.О., <sup>1</sup>Крайнев А.В., <sup>2</sup>Панцырный В.И.,

<sup>1</sup>Рожнов А.Б., <sup>2</sup>Хлебова Н.Е., <sup>1</sup>Задорожный М.Ю.

<sup>1</sup>НИТУ «МИСис», г. Москва, Россия

<sup>2</sup>ООО «Научно-Производственное Предприятие «НАНОЭЛЕКТРО», г. Москва, Россия

E-mail: nikulin@misis.ru, csaap@mail.ru

### Введение

Бинарные наноконпозиционные проводники in-situ на основе металлической медной матрицы с добавками ОЦК металлов, такие как Cu/Nb, Cu/Fe, Cu/Cr, Cu/V являются предметом интенсивных исследований более 30 лет [1-9]. Уникальное сочетание высокой прочности с высокой электропроводностью, обусловленное переходом к наноразмерной дисперсности компонентов, выделяет их в отдельный класс наноконпозиционных материалов и позволяет использовать их в качестве перспективных материалов для изготовления элементов устройств, работающих в сильных электромагнитных полях, например, в высокопольных магнитах, в индукторах для магнитно-импульсной штамповки, а также в кабельных изделиях, работающих в условиях больших нагрузок. Высокую прочность (>1100 МПа) композиционных проводов больших сечений можно получить методом «плавка+деформация», которая включает комбинацию выплавки слитка на основе меди с использованием дуговой вакуумной плавки с расходуемым электродом, его деформацию в медной оболочке, с целью получения элементов in-situ, сборки элементов insitu в медный чехол с последующей холодной деформацией волочением до необходимого размера.

В данной работе проведены сравнительные испытания на усталостную прочность образцов наноконпозиционных проводов Cu/Nb, изготовленных методом «плавка+деформация», и образцов чистой меди, с использованием динамического механического анализатора (ДМА).

### Материалы и методики исследования

Исследовали проволочные образцы наноконпозиционного проводника диаметром 0,5 мм на основе сплава Cu-20%Nb, изготовленного методом «плавка+деформация». Суммарная степень холодной деформации волочением составила  $\ln(A_0/A) \sim 8$ . Структура композита Cu/Nb в поперечном направлении показана на рисунке 1.

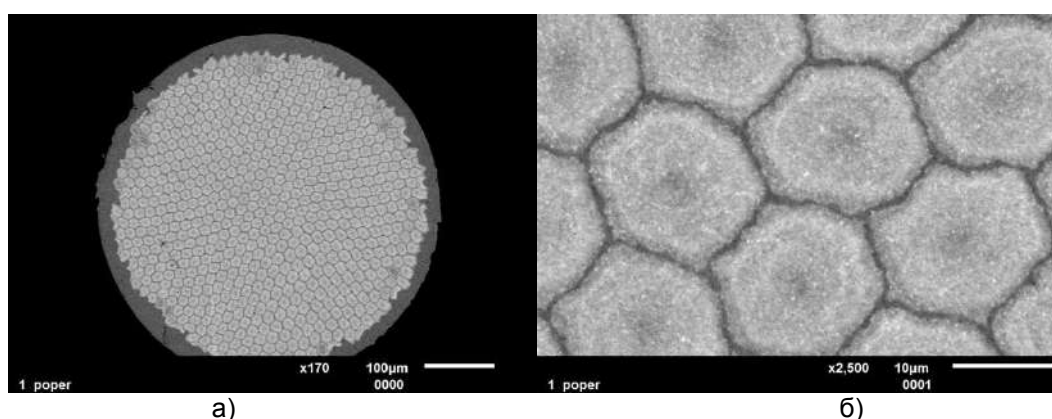


Рисунок 1 – Структура композита Cu/Nb в поперечном направлении (СЭМ):  
а) – общий вид; б) – фрагмент структуры

Для сравнения использовали проволочные образцы чистой меди диаметром 0,5 мм, полученные холодной деформацией волочением. Предел прочности образцов композита Cu/Nb и чистой меди составил, соответственно 1125 и 415 МПа.

Испытания на малоцикловую усталость образцов длиной 30 мм проводили на ДМА Q800 (TA Instrument) [10]. Испытания проводили по схеме поперечного изгиба в одной плоскости при постоянном уровне напряжений со знакопеременным



симметричным циклом нагружения (коэффициент асимметрии  $R = -1$ ) с использованием одинарного кантилеверного захвата, до момента разрушения образцов (рис. 2).

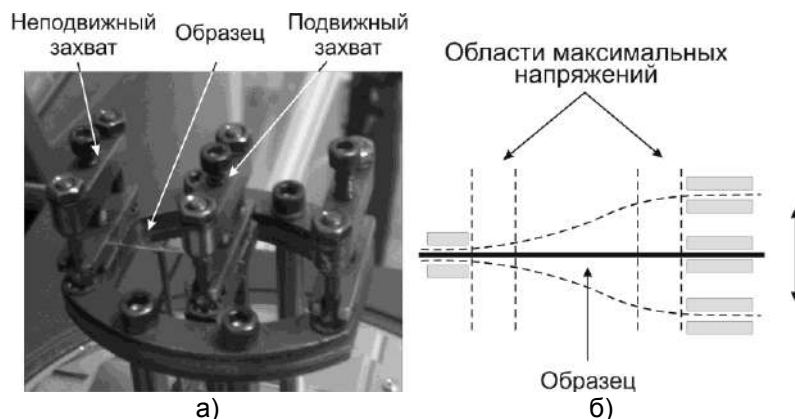


Рисунок 2 – Образец в одинарном кантилеверном захвате ДМА Q800:  
а) – фото образца и зажима; б) – схема деформирования образца при испытании на двусторонний изгиб

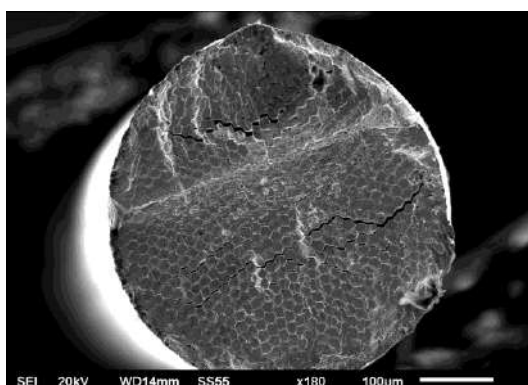
При движении захвата, во время испытаний образец симметрично отклонялся на заданную амплитуду от первоначального положения. Испытания проводили при напряжениях цикла 30...80 % от напряжения разрушения образца при испытаниях с инкрементом амплитуды напряжения. Использовали мягкую схему нагружения (при постоянной амплитуде напряжения цикла) с частотой циклов нагружения 10 Гц при температуре 30°C, с определением количества циклов до разрушения  $N$  (на базе  $2 \times 10^4$  циклов). Для каждого уровня напряжений  $\sigma_a$  использовали не менее трех образцов каждого материала.

### Результаты исследования

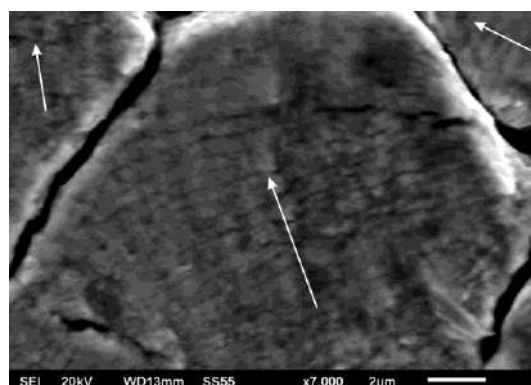
Показано, что нанокпозиционные проводники Cu/Nb, изготовленные методом «плавка+деформация», имеют зеренно-субзеренную структуру с размером зерна 100 нм с выделениями второй фазы (ниобия), имеющими «закрученную» форму в поперечном сечении и вытянутую – в продольном, и расположенными преимущественно по границам медных зерен.

Установлено, что характеристики сопротивления усталостному разрушению нанокпозиционных проводников Cu/Nb существенно превышают сопротивление усталости чистой меди. Ограниченный предел выносливости ( $\sigma_{RN}$ ) при долговечности  $N = 2 \times 10^4$  циклов для композита Cu/Nb и чистой меди равен 500 и 390 МПа, соответственно.

Распространение усталостной трещины в образце композита Cu/Nb происходит на двух масштабных уровнях: в пределах отдельных стрендов с образованием микробороздок и в пределах всего объема композита с формированием макробороздчатого рельефа (рис. 3).



а)



б)

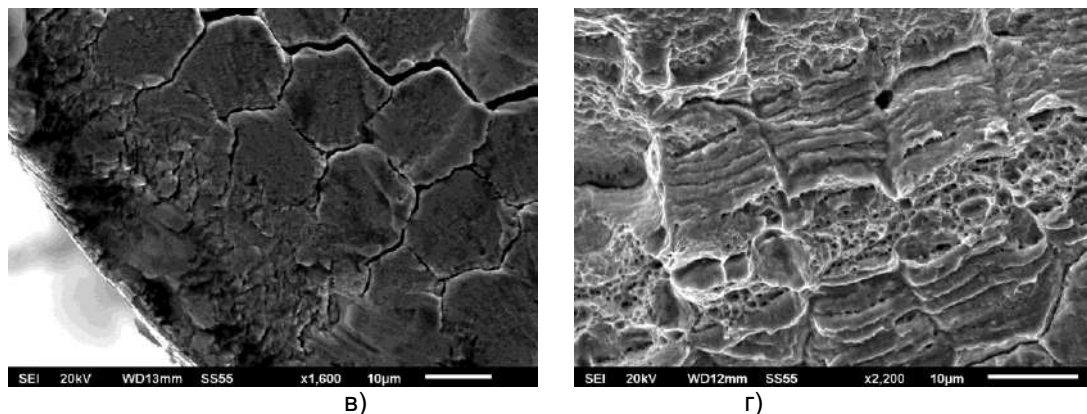


Рисунок 3 – Усталостные изломы образцов композита Cu/Nb при малом напряжении цикла (стрелками указано направление движения усталостной трещины)

**Список литературы:**

1. J. Bevk, J.P. Harbison, J.L. Bell. Anomalous increase in strength of in situ formed Cu-Nb multifilamentary composites // *Journal of Applied Physics*. - 1978. - V. 49. - P. 6031-6038
2. V. Pantsyrnyi, A. Shikov, A. Vorobieva, et al. Structure, Mechanical Properties and Electroconductivity of Cu-Nb Microcomposite Winding wires for High Field Pulsed Magnets // *Physica C*. - 2001. - V. 354. - P. 410-414
3. V. Pantsyrnyi. Status and Perspectives for Microcomposite Winding Materials for High Field Pulsed Magnets // *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*. - 2002. - V. 12. - P. 1189-1194
4. V. Pantsyrnyi, A. Shikov, A. Vorobieva, et al. High strength, high conductivity microcomposite Cu-Nb with cross-section in the range of 0,01-100 mm<sup>2</sup> // *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*. - 2008. - V. 18. - N. 2. - P. 616-619
5. C. Biselli, D.G. Morris. Microstructure and strength of Cu-Fe in situ composites obtained from prealloyed Cu-Fe powders // *Acta Metallurgica et Materialia*. - 1994. - V. 42. - P. 163-76
6. E. Snoeck, F. Lecouturier, L. Thilly, et al. Microstructural Studies of in Situ Produced Filamentary Cu/Nb Wires // *Scripta Materialia*. - 1998. - V. 38. - P. 1643-1648.
7. D. Raabe, U. Hangen. Simulation of the yield strength of wire drawn Cu-based in-situ composites // *Computational Materials Science*. - 1996. - V. 5. - P. 195-202.
8. Ge J.P., Zhao H., Yao Z.Q. Strength of deformation-processed Cu-Fe in-situ composites // *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. - 2005. - V. 15, N 3. P. 553-559
9. Pantsyrny V., Shikov A., Khlebova N., et al. The nanostructured high strength high conductivity Cu matrix composites with different BCC metals strengthening filaments // *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*. - 2010. - V. 20 (3). - P. 1614-1618.
10. Sergey A. Nikulin, Stanislav O. Rogachev, Andrey B. Rozhnov, et al. Microstructure and fatigue strength of high-strength Cu-Fe and Cu-V in-situ nanocomposite wires // *Composites: Part B*. - 2015. - V. 70. - P. 92-98

**ВЛИЯНИЕ СО НА СТРУКТУРУ И ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ СВОЙСТВА  
ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ НА ОСНОВЕ TiNi, ПОЛУЧЕННЫХ  
ВЫСОКОЭНЕРГЕТИЧЕСКИМИ ВОЗДЕЙСТВИЯМИ**

**Русинов П.О., Бледнова Ж.М.**

*ФГБОУ ВО «Кубанский государственный технологический университет»,  
г. Краснодар, Россия, E-mail: ruspiter5@mail.ru*

Сплавы с эффектом памяти формы (ЭПФ) отличаются комплексом важных характеристик: высокой прочностью, уникальными по величине эффектами одно- и многократнообратимой термомеханической памяти, высоким уровнем реактивных напряжений, восстановления и демпфирования, высокой коррозионной стойкостью и циклической долговечностью. Все это делает их незаменимыми, несмотря на высокую стоимость, и обуславливает эффективное практическое применение в качестве функциональных материалов нового поколения. Однако, несмотря на все преимущества, высокая стоимость сплава ограничивает их применение в машиностроении. В этих условиях актуальным становится направление, связанное с методами поверхностного модифицирования сталей материалами с ЭПФ. Формирование покрытий из материалов с ЭПФ в настоящее время осуществляется различными способами высокоэнергетических воздействий (аргонно-дуговая, лазерная наплавка с местной защитой, самораспространяющийся высокотемпературный синтез, термический перенос масс, различные вакуумно-плазменные методы) [1-3]. Среди сплавов с эффектом памяти формы, Ti-Ni-Co позиционируется как низкотемпературный сплав с ЭПФ, он является одним из наиболее перспективных сплавов из-за его более низких температур мартенситных превращений и низкой стоимости. При добавлении Co в сплавы Ti-Ni часть атомов Ni замещается атомами Co, в результате улучшаются сверхупругие свойства сплавов Ti-Ni. Температура  $M_s$  и предел текучести сплавов Ti-Ni-Co, выше, чем у бинарных сплавов Ti-Ni [4, 5]. Таким образом, сплавы Ti-Ni-Co являются перспективными при использовании их в машиностроении.

В качестве источников тепловой энергии в настоящей работе использована газопламенная струя. Выбор этого источника тепловой энергии объясняется возможностью формирования наноструктуры за счет исключительно малого времени взаимодействия с обрабатываемой поверхностью, то есть больших скоростей нагрева и охлаждения основного металла. Так, поверхность подложки под покрытием в слое, глубиной до 1 мкм, нагревается приблизительно на 200°C за 0.01 нс, после чего остывает до исходной температуры металла 1,0 нс.

Целью настоящей работы является исследование структуры и функциональных свойств поверхностных слоев из материалов на основе Ti-Ni-Co, полученных высокоскоростным газопламенным напылением механически активированного порошка и последующей поэтапной термомеханической обработки.

Напыления проводилось на стали 45, 08X14НДЛ. Высокоскоростное газопламенное напыление механоактивированного порошка следующего состава Ti-48,7%at.Ni-1,3%at.Co производилось на универсальной установке GLC-720 в среде аргона на цилиндрические образцы ( $\varnothing 10 \times 50$  мм).

При комнатной температуре основные структурные составляющие поверхностного слоя TiNiCo – аустенитная B2-фаза с кубической решеткой, мартенситные фазы B19' с моноклинной решеткой, фаза  $Ti_2Ni$  с кубической решеткой, фаза  $Ni_3Ti$  с гексагональной решеткой, фаза  $Ni_4Ti_3$  с ромбоэдрической решеткой, а также наблюдается небольшое количество оксида титана (TiO) менее 2% (рис.1в).

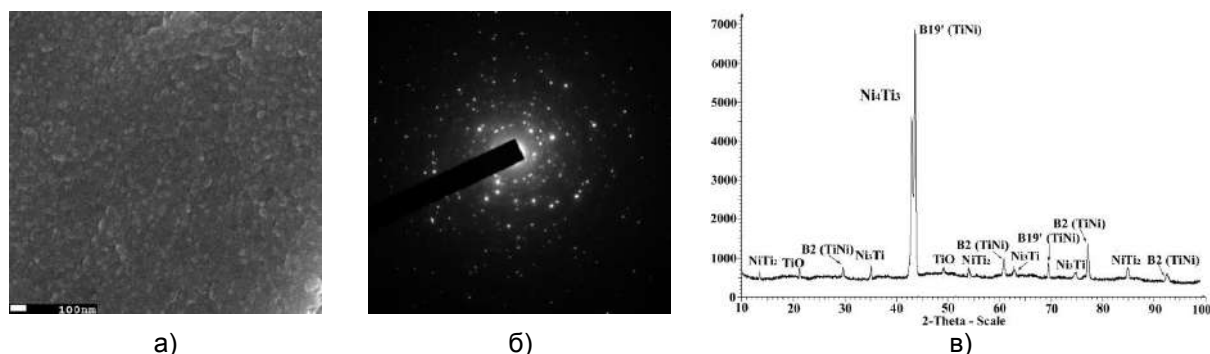


Рисунок 1 – Наноразмерное TiNiCo покрытие, полученное ВГН в защитной атмосфере,  $\times 150\,000$  – а); микроэлектроннограмма покрытия TiNiCo - б); рентгенофазовый анализ покрытия TiNiCo – в)

Полученное TiNiCo покрытие имеет наноразмерную структуру с размером зерна 30-190нм (рис.1а). Во многом образование такого покрытия связано с особенностями высокоскоростного газопламенного напыления (высокая скорость соударения частиц с подложкой, высокая скорость их охлаждения и быстрая закалка сплава).

Для устранения дефектов покрытий TiNiCo, полученных в результате ВГН механоактивированного порошка, проводилась термическая обработка (отжиг при температуре 1073К в течение 1ч в среде аргона). Далее осуществлялось поверхностно-пластическое деформирование полученного покрытия TiNiCo (слой толщиной 1мм). Поверхностно-пластическое деформирование осуществлялось обкаткой поверхностей цилиндрических образцов из стали 45 и 08Х14НДЛ со слоями с ЭПФ TiNiCo. После поверхностно-пластического деформирования и термоциклирования получается однородная наноразмерная структура слоя TiNiCo с размером зерна порядка 80-200нм (рис.2а).

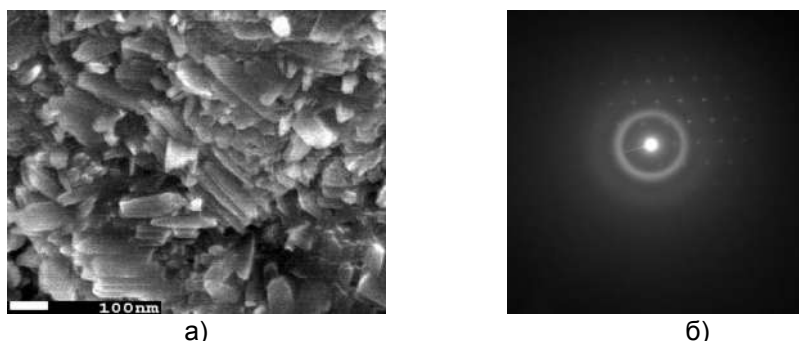


Рисунок 2 – Микроструктуры слоя сплава TiNiCo после термомеханической обработки с обкаткой: структура аустенитной B2 фазы  $\times 45\,000$  – а); мартенситной фазы B19',  $\times 80\,000$  – б); микроэлектроннограмма слоя TiNiCo после термомеханической обработки с обкаткой - в)

В результате поверхностно-пластическое деформирование приводит к ликвидации пор в покрытии, увеличению плотности покрытия (10-12%), увеличению прочности сцепления покрытия с основой (35-40%), возрастанию микротвердости, повышению функциональных свойств и деформационно-силовых параметров слоев сплавов с эффектом памяти формы TiNiCo.

Проведенные нами калориметрические испытания, показали, что в слое TiNiCo после отжига и поверхностно-пластического деформирования наблюдается следующая последовательность мартенситных превращений  $B2 \leftrightarrow R \leftrightarrow B19'$  и определены температуры мартенситных превращений  $M_f=188,7\text{K}$ ,  $M_s=244,6\text{K}$ ,  $A_s=263,5\text{K}$ ,  $A_f=331,4\text{K}$  (рис.3а). Из рисунка видно, что мартенситное превращение в сплаве TiNiCo происходит через промежуточную R фазу. Образование R фазы, вероятно, вызвано очень мелким зерном аустенита. Возникновению промежуточной R фазы с ромбоэдрической решёткой способствуют поля напряжений, связанные с дислокационной субструктурой и с особенностями наноразмерной структуры. Рентгенофазовый анализ сплава с ЭПФ TiNiCo подтверждает наличие R мартенсита

при комнатной температуре после отжига и поверхностно-пластического деформирования. На рисунке 3б представлены графики зависимостей величины обратимой деформации  $\varepsilon_0$  от наведенной деформации  $\varepsilon_H$  для слоя с эффектом памяти формы TiNiCo после высокоскоростного газопламенного напыления, термической обработки и поверхностно-пластического деформирования.

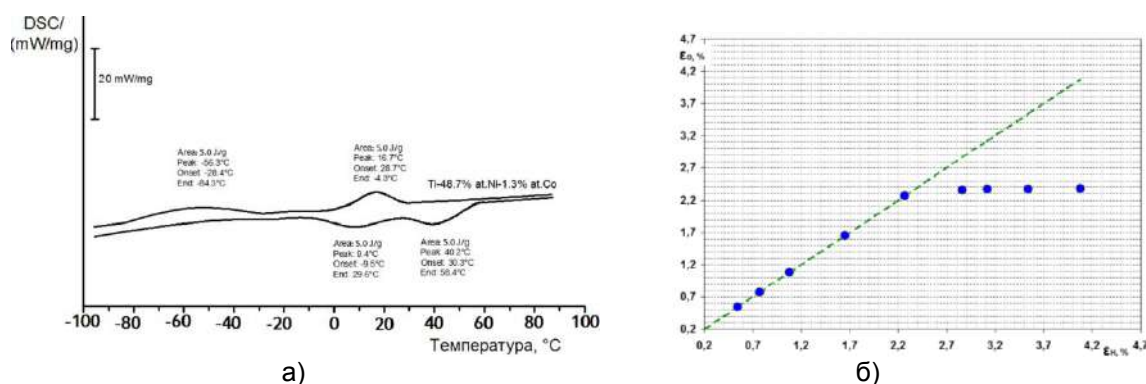


Рисунок 3 – Калориметрические кривые поверхностно-модифицированных слоев TiNiCo, после полного цикла обработки отжиг + поверхностно-пластическое деформирование; графики зависимостей величины обратимой деформации  $\varepsilon_0$  от наведенной деформации  $\varepsilon_H$  (отжиг при температуре 1073K)

После высокоскоростного газопламенного напыления и поверхностно-пластического деформирования наибольшая величина обратимой деформации для слоя TiNiCo равна 2,1-2,3% (рис. 3б), достигается в интервале отжигов 600-800°C.

### Заключение

Проведены исследования структуры и функциональных свойств поверхностных слоев из материалов на основе Ti-Ni-Co полученных высокоскоростным газопламенным напылением механически активированного порошка и последующей поэтапной термомеханической обработки. Установлено, что полученный TiNiCo слой имеет наноразмерную структуру с размером зерна 30-190нм, после термической обработки и поверхностно-пластического деформирования 80-200нм. Обратимая деформация для слоя TiNiCo составила 2,1-2,3%.

Работа выполнена при поддержке гранта Российского Научного Фонда № 15-19-00202 и гранта Президента МК-5445.2016.8.

### Список литературы:

1. Blednova, Zh.M. Influence of Superficial Modification of Steels by Materials with Effect of Memory of the Form on Wear-fatigue Characteristics at Frictional-cyclic[electronic resource] / Zh.M Blednova, P.O. Rusinov, M.A. Stepanenko //Advanced Materials Research. Trans Tech Publications.- Switzerland.- Vols. 915-916.- 2014.- pp. 509-514.
2. Blednova, Zh.M. Mechanical and Tribological Properties of the Composition Steel - nanostructured Surface Layer of a Material with Shape Memory Effect Based TiNiCu [electronic resource] / Zh.M. Blednova, P.O Rusinov // Applied Mechanics and Materials. Trans Tech Publications, Switzerland.-Vols. 592-594.- 2014.-pp 1325-1330.
3. Blednova, Zh.M. The Formation of Nanostructured Surface Layers of a Material with Shape Memory Effect of the TiNi Deposition Melt of the Fusible Metal at a Temperature Gradient[electronic resource] / Zh.M. Blednova, P.O. Rusinov, A.P.Yurkova // Applied Mechanics and Materials.- Vol. 621.-2014.-pp 7-12.
4. Z. Lekston, J. Drugacz. Structure and properties of NiTi and TiNiCo shape memory wires for maxillofacial surgery. Conference Proceedings AMME 2003. pp. 593-596.
5. Yoichi Kishi, Zenjiro Yajima and Ken'ichi Shimizu. Relation between Tensile Deformation Behavior and Microstructure in a Ti-Ni-Co Shape Memory Alloy. Materials Transactions, Vol. 43, No. 5 (2002) pp. 834-839.

**ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ ЭЛЕКТРОВЗРЫВНЫХ ПОКРЫТИЙ  
СИСТЕМ TiC-TiAl И TiB<sub>2</sub>-Ti-Al МЕТОДОМ ПРОСВЕЧИВАЮЩЕЙ  
ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ**

**Романов Д.А., Громов В.Е., Степиков М.А., Гаевой Е.А., Григорьева Е.А.**  
*Сибирский государственный индустриальный университет,  
г. Новокузнецк, Россия, E-mail: romanov\_da@physics.sibsiu.ru*

**Введение**

Согласно проведенному обзору литературы за последние два десятилетия перспективно формировать износостойкие покрытия с низким коэффициентом трения систем TiC-Ti-Al и TiB<sub>2</sub>-Ti-Al. Например в [1], для повышения показателей износостойкости гамма-TiAl интерметаллического сплава, порошки сплава Ti-Al-TiC были получены на поверхности TiAl интерметаллического сплава, затем обработаны с помощью лазера CO<sub>2</sub> высокой мощности. Морфология армированного TiC однородно диспергируется в матрице TiAl. Также, замечено повышение микротвёрдости. Лазерная наплавка композиционных покрытий обеспечивает лучшую износостойкость, чем оригинальный интерметаллический сплав гамма-TiAl. Согласно [2] композиционное покрытие из карбида титана, алюминидов, оксида алюминия и железа можно синтезировать с помощью центробежно-вспомогательной самораспространяющегося высокотемпературного синтеза. Этот композитный материал получают из уплотнённых титана и углерода порошков в виде гранул, внедрённых в подложку, которая была подвержена воздействию высокой температуры, вызванной термитной реакцией Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и Al. Процесс проходил в графитовой стальной трубе, установленной в центробежную машину акселератора, специально разработанной для этой функции. Функционально гранулированное покрытие было произведено под полем центробежного ускорения и продукты термитной реакции (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и Al) проникли в глубь TiC, что создало крепкий алюминид титана интерметаллический слой.

**Основная часть**

Композиционные покрытия системы TiC-TiAl были нанесены на штамповую оснастку из штамповых сталей X12MФ и 5XНМ, методом электровзрывного напыления на электровзрывной установке ЭВУ 60/10 М (Сибирский государственный индустриальный университет, г. Новокузнецк) с использованием алюминиевой фольги, а также порошков титана и карбида титана с размером частиц 0,1...1,0 мкм. Покрытия нанесены при тепловом воздействии, вызывающем нагрев поверхности подложки до температуры плавления. Импульсное переплавление поверхностного слоя выполнено высокоинтенсивными электронными пучками, обеспечивающими контролируемый нагрев до температуры выше температуры плавления и самозакалку из расплава со скоростями охлаждения до 10<sup>6</sup> К/с. Данные условия облучения позволили формировать поверхностные сплавы с нано- и субмикроструктурной структурой, обладающие высокими физико-механическими свойствами.

Выполненные электронно-микроскопические микродифракционные исследования тонких фольг показали, что структура покрытия TiC-TiAl, нанесенного на сталь 5XНМ и обработанного дополнительно интенсивным импульсным электронным пучком, на расстоянии ≈10 мкм от поверхности модифицирования, является многофазной и содержит карбид титана состава TiC, твердый раствор на основе α-железа (объемноцентрированная кубическая кристаллическая решетка) и твердый раствор на основе γ-Fe (аустенит, гранецентрированная кубическая кристаллическая решетка). Частицы карбида титана имеют глобулярную форму (рис. 1); средние размеры частиц карбида титана изменяются в пределах (100-130) нм (рис. 1). α-фаза и γ-фаза также имеют глобулярную форму; Размеры α-фазы и γ-фазы существенно больше, по отношению к частицам карбидной фазы, и изменяются в пределах (0,8 – 1,0) мкм (рис. 2).

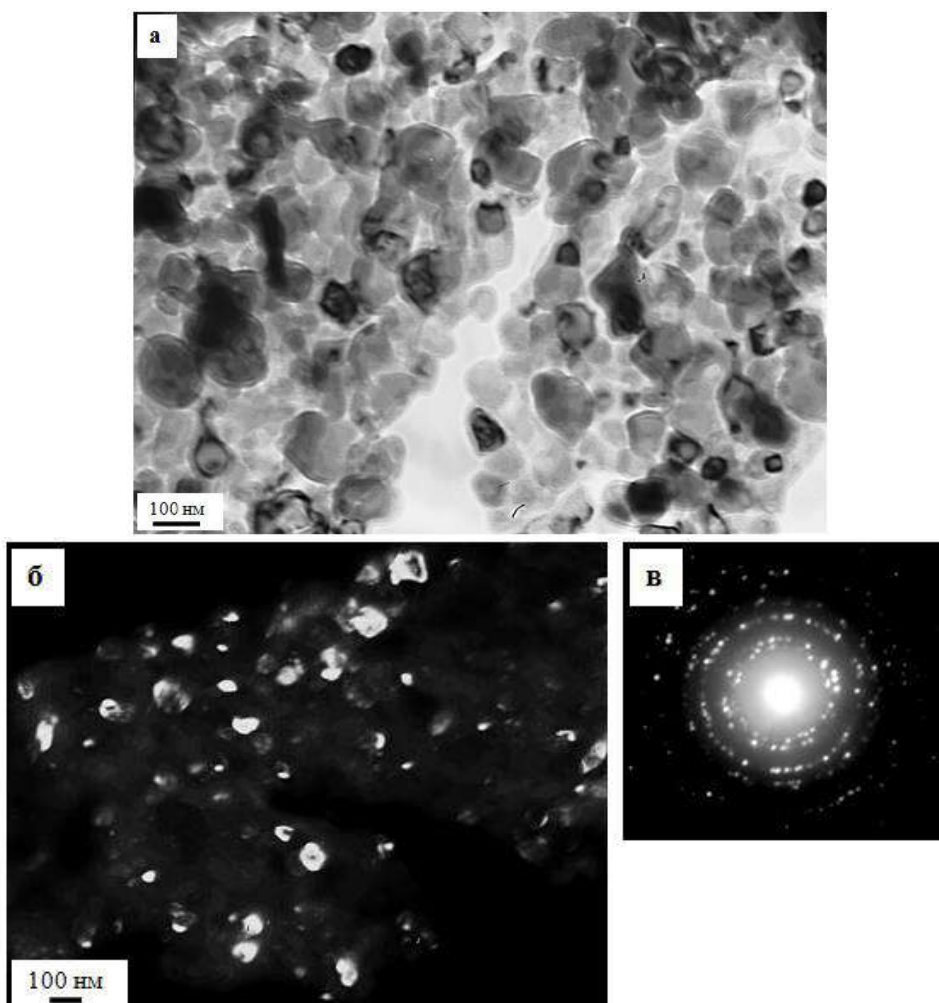


Рисунок 1 – Частицы карбида титана, расположенные в поверхностном слое покрытия TiC-TiAl, нанесенном на сталь 5ХНМ и обработанном интенсивным импульсным электронным пучком. Просвечивающая электронная микроскопия; а – светлое поле; б – темное поле, полученное в рефлексе [002] TiC; в – микроэлектроннограмма, стрелкой указан рефлекс, в котором получено темное поле (б)

Структура поверхностного слоя покрытия состава TiB<sub>2</sub>-Ti-Al, сформированного включениями пластинчатой формы, поперечные размеры которых изменяются в пределах (0,7-1,0) мкм; продольные размеры изменяются в пределах от 0,7 мкм до 3,5 мкм (рис. 1). Включения пластинчатой формы соседствуют с включениями округлой (глобулярной) формы, размеры которых изменяются в весьма широких пределах от 50 нм до 200 нм.

Зерна α-фазы (твёрдый раствор на основе железа с ОЦК кристаллической решеткой); размер зерен от 0,5 мкм до 1,5 мкм. По границам зерен α-фазы (рефлексы плоскости [135]α-Fe выделены цветом) располагаются включения Ti<sub>3</sub>.3Al; размеры частиц изменяются в пределах от 30 нм до 50 нм.

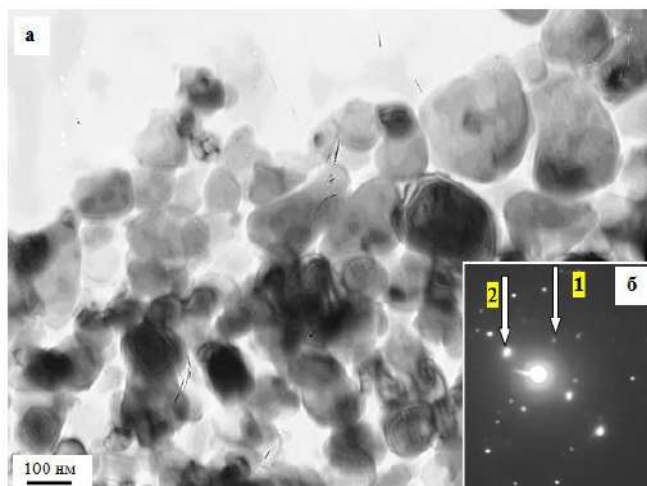


Рисунок 2 – Электронно-микроскопическое изображение структуры поверхностного слоя (слоя, расположенного на глубине 10 мкм) покрытия TiC-TiAl, нанесенного на сталь 5ХНМ и обработанного интенсивным импульсным электронным пучком; а – светлое поле; б – микроэлектроннограмма. Индексирование микроэлектроннограммы позволило выявить рефлексы, принадлежащие карбиду титана TiC и твердому раствору на основе  $\alpha$ -Fe (1 - [002]TiC, 2 - [110]  $\alpha$ -Fe)

### **Заключение**

Таким образом, исследования, выполненные методами дифракционной электронной микроскопии, выявили формирование в поверхностном слое многофазной структуры, размеры фаз которой изменяются в пределах десяткой нанометров – единиц микрометров. Фазовый состав поверхностного слоя системы TiB<sub>2</sub>-Ti-Al, выявленный при индексировании микроэлектроннограмм, представлен следующими фазами:  $\alpha$ -фаза (твердый раствор на основе ОЦК кристаллической решетки железа), алюминиды титана (Al<sub>3</sub>Ti, Ti<sub>3</sub>Al), алюминиды бора AlB<sub>12</sub>, бориды железа Fe<sub>3</sub>B, ферриты титана Fe<sub>2</sub>Ti. Для покрытий системы TiC-TiAl структура является многофазной и содержит карбид титана, твердый раствор на основе  $\alpha$ -железа и твердый раствор на основе  $\gamma$ -Fe.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научно-го проекта № 16-32-60032 мол\_а\_дк, Гранта Президента Российской Федерации для государственной поддержки молодых российских ученых – кандидатов наук МК-1118.2017.2.

### **Список литературы:**

1. Microstructure and properties of laser cladding TiC/TiAl composite coatings on  $\gamma$ -TiAl in-termetallic alloy / J. Wang, R.G. Song, X. Lin, W.D. Huang// Surface Engineering. – 2009.– Vol. 25, № 6. -P. 196-200
2. In situ TiC-Fe-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiAl/Ti<sub>3</sub>Al composite coating processing using centrifugal assisted combustion synthesis / R. Mahmoodiana, M.A. Hassana, M. Hamdi et al. // Composites Part B: Engineering. – 2014. –Vol. 59. -P. 279–284
3. Электровзрывное напыление износ- и электроэрозионностойких покрытий / Д. А. Романов, Е. А. Будовских, В. Е. Громов, Ю. Ф. Иванов. – Новокузнецк: Изд-во ООО «Полиграфист», 2014. – 203 с.



**ФАЗОВЫЙ СОСТАВ, СТРУКТУРА, И СВОЙСТВА ТИТАНА ПОСЛЕ  
ЭЛЕКТРОВЗРЫВНОГО ЛЕГИРОВАНИЯ ИТТРИЕМ  
И ЭЛЕКТРОННО-ПУЧКОВОЙ ОБРАБОТКИ**

**Соснин К.В., Романов Д.А., Громов В.Е., Козак О.А., Гостевская А.Н.**  
*Сибирский государственный индустриальный университет,  
г. Новокузнецк, Россия, E-mail: romanov\_da@physics.sibsiu.ru*

Развитие авиационной техники выдвигает новые требования к материалам на основе титана, технологическим процессам изготовления деталей из них и их упрочнению. Согласно литературным данным весьма перспективными с точки зрения их использования для упрочнения Ti могут явиться редкоземельные металлы и их аналоги, например иттрий. В последние годы находят применение новые способы упрочнения металлов и сплавов, основанные на использовании концентрированных потоков энергии. Одним из таких способов является электровзрывное легирование (ЭВЛ), суть которого состоит в изменении структурно-фазовых состояний и свойств металлов и сплавов путем оплавления и насыщения поверхности импульсной плазменной струей, сформированной из продуктов электрического взрыва проводников. Последующая электронно-пучковая обработка (ЭПО) улучшает свойства поверхности легирования. В последние годы выполнены исследования в области комбинированной обработки поверхности металлов и сплавов, сочетающей ЭВЛ и последующую ЭПО. Комбинированная обработка приводит к формированию нанокompозитных структурно-фазовых состояний, обеспечивающих кратное повышение микротвердости и износостойкости поверхности. В этой связи исследования структурно-фазовых состояний и трибологических свойств поверхностей титана при комбинированной обработке являются актуальными.

В настоящей работе для исследований был выбран технически чистый титан BT1-0. В качестве взрывающего электропроводящего материала использовали фольгу технического чистого титана BT1-0 массой 100 мг. На поверхность фольги в области взрыва помещали навеску порошка иттрия массой 400 мг. Время воздействия плазмы на поверхность образца составляло 100 мкс, поглощаемая плотность мощности на оси струи  $5.5 \text{ ГВт} \cdot \text{м}^{-2}$ , давление в ударно-сжатом слое вблизи облучаемой поверхности – 12.5 МПа, остаточное давление воздуха в рабочей камере – 100 Па.

Величина скорости изнашивания и коэффициент трения изменяются подобным образом. Оптимальной обработкой поверхностного сплава Ti-Y с точки зрения трибологических испытаний следует признать облучение интенсивным импульсным электронным пучком с параметрами  $50 \text{ Дж/см}^2$ ; 150 мкс; 3 имп.,  $0,3 \text{ с}^{-1}$ , при которых скорость изнашивания материала снижается в 3 раза, а коэффициент трения – более чем в 7 раз.

Анализ структуры дорожки трения выявил присутствие включений, характеризующихся более ярким контрастом относительно исходного состояния. Области, формирующие данные включения, обогащены иттрием. Они имеют глобулярную форму, распределены по дорожке трения неоднородно. Размеры таких включений достигают 10 мкм. Наряду с глобулярными, выявляются включения в виде прослоек, оконтуривающих объемы материала, размеры которых изменяются в пределах от 0,5 мкм до 1 мкм. Толщина таких прослоек изменяется в широких пределах, не превышая десятых долей микрометра. Результаты микрорентгеноспектрального анализа подтверждают высказанные предположения о присутствии иттрия в объеме дорожек трения.

Микротвердость поверхности облучения более чем в два раза превышает микротвердость подложки и весьма слабо зависит от режима облучения электронным пучком. Это означает, что твердость поверхностного слоя задается на стадии электровзрывного легирования. Последующее облучение легированного слоя импульсным электронным пучком, способствуя его гомогенизации, не приводит к дополнительному упрочнению материала.

Толщина упрочненного слоя изменяется в пределах от 30 мкм до 50 мкм и зависит от плотности энергии пучка электронов. А именно, увеличение плотности энергии пучка электронов в интервале от  $20 \text{ Дж/см}^2$  до  $60 \text{ Дж/см}^2$  сопровождается

ростом толщины упрочненного слоя. При дальнейшем увеличении плотности энергии пучка электронов толщина упрочненного слоя снижается, что, по всей видимости, обусловлено существенным испарением поверхностного модифицированного слоя.

После ЭВЛ основной фазой является  $\alpha$ -Ti. Дополнительной фазой, сформировавшейся вследствие легирования в условиях технического вакуума, является диоксид титана  $TiO_2$ .

При последующей ЭПО с плотностью энергии пучка электронов (20 – 50) Дж/см<sup>2</sup>, основной фазой является  $\alpha$ -иттрий, объемная доля которого изменяется в пределах (55 – 73) %. При больших значениях плотности энергии пучка электронов объемная доля фазы  $\alpha$ -иттрий быстро снижается и при плотности энергии пучка электронов 70 Дж/см<sup>2</sup>  $\alpha$ -иттрий в поверхностном слое титана методами рентгенофазового анализа не обнаруживается.

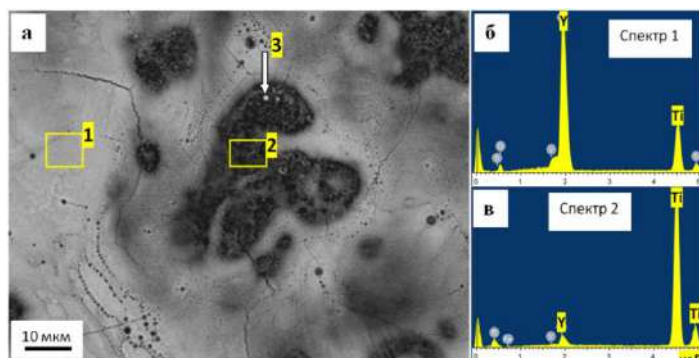
После электровзрывного легирования иттрием в поверхностном слое формируется структура, параметры кристаллической решетки  $\alpha$ -титана которой несколько больше, чем табличные значения параметров кристаллической решетки  $\alpha$ -титана. Принимая во внимание, что радиус атома титана  $R(Ti) = 0,147$  нм, а атома иттрия  $R(Y) = 0,178$  нм, можно предположить, что в процессе электровзрывного легирования формируется твердый раствор иттрия в титане. Это приводит к значимому увеличению параметра  $a$  кристаллической решетки  $\alpha$ -титана и незначительному повышению параметра  $c$  кристаллической решетки  $\alpha$ -титана. Облучение модифицированного слоя титана электронным пучком при малых (20 и 30 Дж/см<sup>2</sup>) плотностях энергии сопровождается уменьшением параметра  $a$  кристаллической решетки титана вплоть до значений, соответствующих табличным. По всей видимости это обусловлено уходом атомов иттрия из кристаллической решетки  $\alpha$ -титана, образованием фазы  $\alpha$ -иттрий и окисной фазы.

Микрорентгеноспектральный анализ поверхности образцов, подвергнутых электровзрывному легированию, выявил обогащение их атомами иттрия. Иттрий распределен неоднородно в поверхностном слое. Концентрация от области к области изменяется от 2,4 до 36 вес. %, т.е. может различаться в (5...15) раз.

Поверхность после ЭВЛ обладает высокоразвитым рельефом, элементами которого являются микрокапли, наплывы металла, микропоры и микротрещины. Последующая ЭПО сглаживает рельеф.

ЭПО приводит к формированию фрагментированной структуры. Фрагменты различаются по композиционному контрасту. Темные фрагменты обогащены атомами титана, более светлые фрагменты обогащены атомами иттрия. Соотношение площадей, занятых светлыми и темными фрагментами, 60 : 40. Облучение модифицированного слоя высокоинтенсивным импульсным электронным пучком сопровождается диспергированием структуры до нано- и субмикронного состояния. В областях, обогащенных Ti и имеющих темный контраст, содержатся включения Y размером 300-500 нм. Островки, обогащенные атомами Y, содержат прослойки из пластинок Ti размером 200-400 нм.

В совокупности эти факты указывают на протекающий при кристаллизации процесс расслоения фаз, имеющий место даже при высоких скоростях охлаждения материала, реализующихся при облучении пучком электронов.



б, в – энергетические спектры (на (а) выделены областимикрорентгеноспектрального анализа)  
Рисунок 1 – Структура поверхности Ti после комбинированной обработки

Методами ПЭМ фольг, вырезанных перпендикулярно поверхности упрочнения, проведен анализ структурно-фазовых состояний материала по мере удаления от поверхности. В результате комбинированной обработки титана формируется ярко выраженная многослойная структура. Поверхностный слой толщиной  $\approx 500$  нм является аморфным. Об этом свидетельствует характерный вид микроэлектроннограммы, полученной с данного слоя и представленной двумя широкими диффузными дифракционными кольцами. Ниже, под слоем с аморфной структурой, располагается слой (толщина слоя 1,0...1,5 мкм), имеющий столбчатое строение. Под данным слоем выявляется протяженный слой со структурой глобулярной кристаллизации.

Поверхностный аморфный слой обогащен титаном, лежащий под ним слой со столбчатой структурой – иттрием, ниже лежащий слой вновь обогащен титаном. Слой со столбчатой структурой имеет чередующуюся структуру и сформирован столбиками, обогащенными титаном и столбиками, обогащенными иттрием, свидетельствуя о фазовом расслоении материала данного слоя. Столбики, обогащенные титаном, имеют блочную структуру. Столбики, обогащенные иттрием, блочной структуры не имеют. Блоки разориентированы, о чем свидетельствует различие в контрасте их изображения. Размер блоков изменяются в пределах от 5 нм до 20 нм.

Слой, имеющий столбчатое строение, сформирован оксидами титана, иттрия и оксидами сложного состава на основе титана и иттрия. Индицирование микроэлектроннограммы показало, что блочная структура сформирована оксидами иттрия ( $Y_{0.4}O$ ), титана ( $Ti_7O_{13}$ ) и оксидом сложного состава ( $Y_2TiO_5$ ).

Слой, расположенный под слоем со столбчатой структурой, имеет глобулярное строение. Размеры глобул изменяются в пределах от 150 до 300 нм. Титан, преимущественно в форме прослоек, разделяет включения иттрия. Размеры прослоек титана изменяются в пределах от 100 до 150 нм. Следовательно, приповерхностный слой, анализ которого был осуществлен при исследовании поперечной фольги (слой толщиной  $\approx 25$  мкм), обогащен иттрием при соотношении  $Ti : Y \approx 3 : 1$ . Данные выводы подтверждаются как результатами анализа морфологии структуры модифицированного слоя, так и результатами микрорентгеноспектрального анализа.

*Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 16-32-60032 мол\_а\_дк, Гранта Президента Российской Федерации для государственной поддержки молодых российских ученых – кандидатов наук МК-1118.2017.2.*

## ДЕФОРМАЦИОННО-СИЛОВЫЕ СВОЙСТВА КОЛЬЦЕВЫХ СИЛОВЫХ ЛЕНТОЧНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ ИЗ СПЛАВА TiNi

<sup>1</sup>Вьюненко Ю.Н., <sup>2</sup>Турзаков А.С., <sup>3</sup>Хлопков Е.А., <sup>4</sup>Волков Г.А.

<sup>1</sup>ООО «Оптимикст Лтд», г. Санкт-Петербург, Россия

<sup>2</sup>АО «ГосНИИхиманалит», г. Санкт-Петербурге, Россия

<sup>3</sup>Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, г. Санкт-Петербург, Россия, E-mail: hlopkovelisey@mail.ru

<sup>4</sup>Институт проблем машиноведения РАН, г. Санкт-Петербург, Россия

Применение «металлических мышц», действующих на эффекте памяти формы (ЭПФ), в технологических процессах изготовления слоистых материалов показало их высокую эффективность [1]. Однако, наряду с проволоочной конструкцией кольцевых силовых пучковых элементов (КСПЭ) в установках Шер принципиально возможно использовать, представленные на рисунке 1, кольцевые силовые ленточные элементы (КСЛЭ). Изготовлены они из узкой полосы никелида титана шириной 11.5мм и толщиной 1.5мм. Содержание никеля в сплаве составило 49.9ат.%.

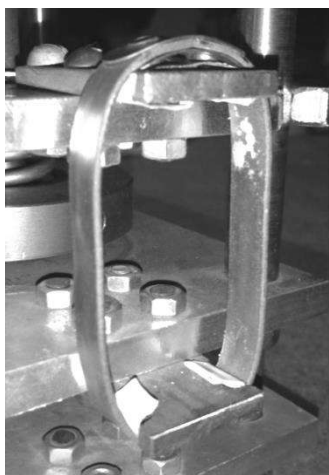


Рисунок 1 – Внешний вид КСЛЭ в нагруженном состоянии

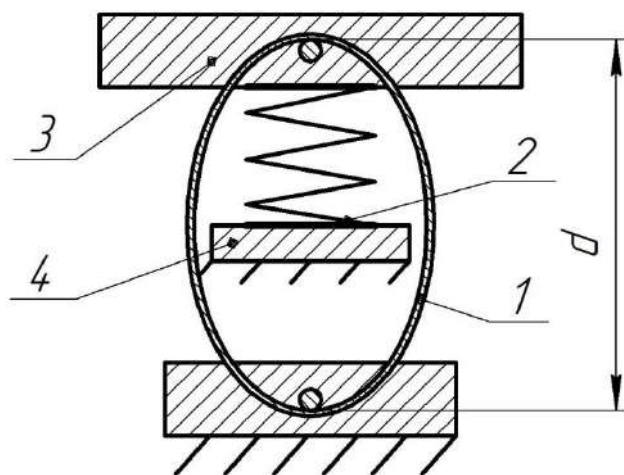


Рисунок 2 – Схема нагружения КСЛЭ в динамометре ЛИНД: 1 – КСЛЭ, 2 – контртело, 3 – подвижная пластина, 4 – регулирующая фиксируемая пластина, d – характеристический размер

Исследование деформационно-силовых свойств «металлических мышц» проводили в динамометре ЛИНД, принципиальная схема которого приведена на рисунке 2. Начальное силовое взаимодействие КСЛЭ с контртелом, в качестве которого использовалась спиральная пружина, было задано на уровне  $F_0 \sim 800\text{Н}$ . В результате силовой элемент правильной круговой формы диаметром 63мм продеформировался, и величина  $d$  установилась на уровне  $d_0=73.8\text{мм}$ . При этих условиях ЛИНД был помещен в термостат, камера которого была разогрета до температуры  $130^\circ\text{C}$ . Наблюдение вели за изменением характеристического размера  $d$  и температурой. На рисунке 3 приведены временные зависимости  $\Delta=d(t)-d_0$  и  $T$ . Через 10 минут после начала наблюдения стал изменяться параметр  $\Delta$ . Расстояние между крайними точками вытянутого овала КСЛЭ увеличивалось (кривая 1, рис.3). При этом, отмечено незначительное понижение температуры ( $\sim 1^\circ\text{C}$ ) в камере термостата (кривая 2, рис.3). Максимальное смещение контрольной точки отмечено на 50 минуте. Величина  $\Delta$  достигла 1мм. Затем, значение  $\Delta$  стало уменьшаться. Температура с 30 минуты постепенно увеличивалась от  $131^\circ\text{C}$  до  $147^\circ\text{C}$  на 130 минуте. Зависимость  $T$  от времени оказалось близкой к линейной. Величина  $\Delta$  с 90 минуты не менялась, оставаясь равной 0,2мм. Таким образом, был зафиксирован деформационный эффект, обусловленный, по-видимому, «дефектом» модуля упругости [3]. Эффект памяти формы отсутствовал, т.к. деформирование КСЛЭ во взаимодействии с контртелом при комнатной температуре скорее всего было чисто упругим.

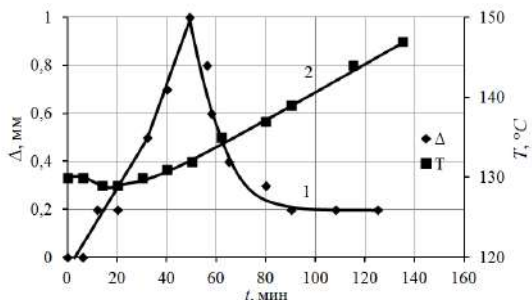


Рисунок 3 – Развитие деформационного поведения КСЛЭ в течение времени при нагреве от 130°C до 147°C и  $F_0 \sim 800\text{Нв}$  термоцикле №1

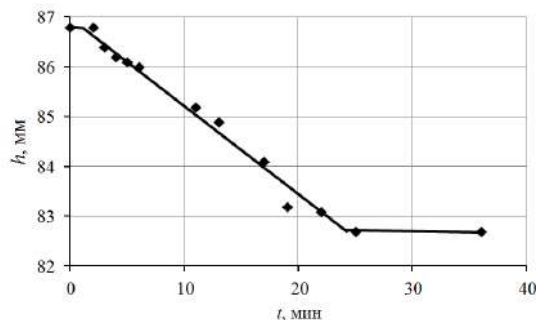


Рисунок 4 – Положение контрольной точки в течение времени в процессе охлаждения при  $T \sim 25^\circ\text{C}$  в термоцикле №1

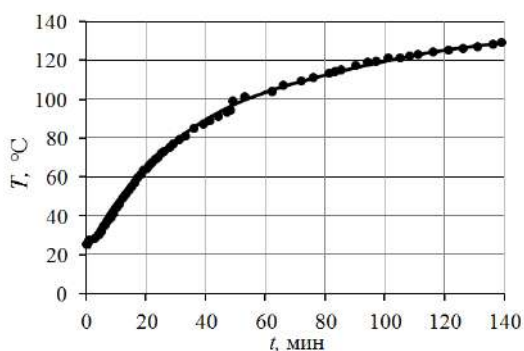


Рисунок 5 – Режим нагрева во 2 и 3 циклах

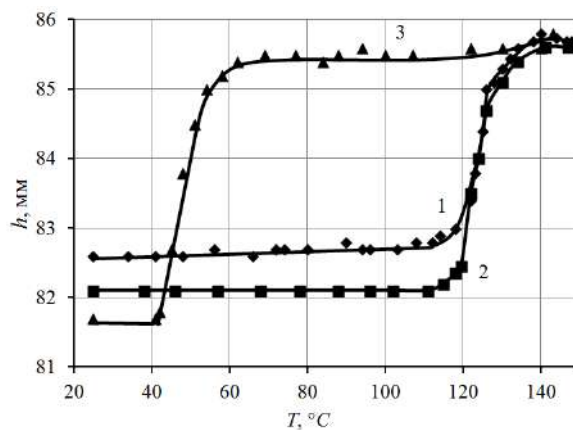


Рисунок 6 – Зависимость положения контрольной точки *hot T*

Охлаждение ЛИНДа проводили на воздухе при комнатной температуре  $\sim 25^\circ\text{C}$  (рис.4). Через 2 минуты после начала остывания было замечено начало деформационного процесса. В течение 22 минут происходило смещение контрольной точки с отметки 86.8мм до значения 82.6мм. При этом значение  $d_0$  возросло на 4.2мм. Причиной наблюдаемого деформационного процесса, вероятнее всего, была пластичность превращения, характерная для никелида титана в интервале температур прямого мартенситного превращения.

Во время повторного нагрева, который проводили вместе с термостатом от комнатной температуры до  $147^\circ\text{C}$ , наблюдали развитие ЭПФ в интервале температур от  $115^\circ\text{C}$  до  $135^\circ\text{C}$  (кривая 1, рис.6). Режим нагрева представлен на рисунке 5. После этого охлаждения проводили при комнатной температуре. Изменение геометрических параметров КСЛЭ было очень близким зависимости приведенной на рисунке 4.

Во время третьего термоцикла нагрев и охлаждение проводили вместе с термостатом. Деформация ЭПФ, как и во время второго нагрева, развивалась в интервале температур  $115^\circ\text{C} - 135^\circ\text{C}$  (кривая 2, рис.6). При охлаждении от  $60^\circ\text{C}$  до  $40^\circ\text{C}$  развивалось формоизменение «металлических мышц», обусловленное состоянием пластичности превращения сплава  $TiNi$  и силовым воздействием на КСЛЭ со стороны контртела (кривая 3, рис.6).

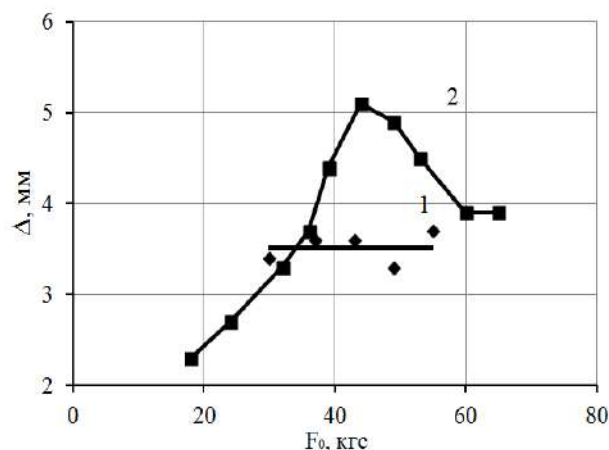


Рисунок 7 – Взаимозависимость параметра  $\Delta$  и  $F_0$

В результате деформационных процессов, происходивших в течение трех термоциклов, силовое взаимодействие исследуемых образцов с контртелом при комнатной температуре установилось на уровне  $\sim 300\text{Н}$ . В следующих пяти термоциклах постепенно увеличивали значение  $F_0$  во взаимодействии «металлических мышц» со спиральной пружиной с  $300\text{Н}$  до  $550\text{Н}$ . На рисунке 7 кривая 1 показывает, что в этом диапазоне начальных силовых нагрузок на КСЛЭ деформация эффекта памяти формы приводит к смещению  $\sim 3.5\text{мм}$ . На проволочных силовых элементах из сплава  $TiNi_{50.8\text{ат.}\%}$  формоизменение существенно меняется в указанном диапазоне  $F_0$ , и эта зависимость немонотонна (кривая 2, рис.7).

Таким образом, полученные результаты демонстрируют близость деформационно-силовых характеристик ленточных и пучковых силовых элементов. Несколько уступая КСПЭ в деформационных свойствах, КСЛЭ (масса  $\sim 23\text{г}$ ) достигают приблизительно того же уровня силовых возможностей. Коэффициент  $K_{Fm} = F_{max}/m$ , где  $F_{max}$  – максимальное значение генерируемой силы,  $m$  – масса силового элемента, достигает величины  $\sim 2\text{кгс/г}$ . Поэтому, кольцевые силовые ленточные элементы могут использоваться в устройствах типа ШеР.

#### Список литературы:

1. Вьюненко Ю.Н. Применение ЭПФ в производстве слоистых материалов // Перспективные материалы и технологии: сб.статей Междунар. науч. симпозиума. Витебск, УО «ВГТУ», 2011. - с.182-184.
2. Вьюненко Ю.Н. Особенности деформационно-силового поведения «металлических мышц» из сплава  $TiNi$  // Вест. Тамб. ун. Серия: Естественные и технические науки. – 2016. - Т.21, вып.3. - С.791-793.
3. Вьюненко Ю.Н. и др. Исследование внутреннего трения в никелиде титана // ФММ. -1980. - Т.49, №5. - С.1032-1038.

СТРУКТУРНЫЕ И КОНТИНУАЛЬНЫЕ МАТЕМАТИЧЕСКИЕ МОДЕЛИ  
НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ОДНОСЛОЙНЫХ СРЕД

Саркисян С.О.

Ширакский государственный университет им. М.Налбандяна,  
г. Гюмри, Армения, E-mail: s\_sargsyan@yahoo.com

**Введение**

В настоящее время большой интерес вызывает проблема изучения физико-механических свойств материалов в зависимости от их внутренней (атомной или молекулярной) структуры [1]. Как устанавливается в работах [2-4], во многих случаях, простейшая модель [5], где атомы представляются материальными точками, связанными парным центральным силовым взаимодействием, оказывается недостаточной. С этой точки зрения в работах [2-4] предлагается подход изучения атомных систем, сущность которого состоит в дополнительном учете парного моментного взаимодействия.

В работе [6] построена дискретная модель линейной цепочки атомов с учетом моментного взаимодействия между атомами и, осуществлен предельный переход, обосновывая применимость прикладной теории микрополярных тонких стержней [7], как континуальная модель указанного нанообъекта.

В данной работе развивается подход работы [6] для построения дискретных и континуальных моделей нанокристаллических однослойных сред, обосновывая применимость плоского напряженного состояния и теории изгиба микрополярных тонких пластин [8] с независимыми полями перемещений и вращений.

2. Дискретная и континуальная модели нанокристаллической однослойной среды (плоская задача и задача изгиба). Рассмотрим плоскую решетку (монослой), состоящую из однородных сферических частиц массы  $m$ , собственным моментом инерции  $J$ , диаметром  $2r$ . Будем учитывать взаимодействие с четырьмя самими близлежащими контактирующими соседями по решетке. Центры масс указанных частиц лежат в одной плоскости и одновременно в вершинах решетки.

Сначала рассмотрим плоскую задачу.

Запишем кинетическую и потенциальную энергии для малых колебаний атомов.

Кинематическая энергия рассматриваемой дискретной системы частиц будет

$$T = \frac{1}{2} \sum_i \sum_j \left\{ \frac{m}{2r2r} \left[ \left( \frac{dv_{1(i,j)}}{dt} \right)^2 + \left( \frac{dv_{2(i,j)}}{dt} \right)^2 \right] + \frac{J}{2r2r} \left( \frac{d\omega_{s(i,j)}}{dt} \right)^2 \right\} 2r2r, \quad (1)$$

а потенциальная энергия системы будет выражаться следующим образом:

$$\begin{aligned} U = \frac{1}{2} \sum_i \sum_j \left\{ \left[ k_5 \left( \frac{v_{1(i+1,j)} - v_{1(i,j)}}{2r} + \frac{v_{2(i,j+1)} - v_{2(i,j)}}{2r} \right)^2 + \right. \right. \\ \left. \left. + (k_4 - k_5) \left[ \left( \frac{v_{1(i+1,j)} - v_{1(i,j)}}{2r} \right)^2 + \left( \frac{v_{2(i,j+1)} - v_{2(i,j)}}{2r} \right)^2 \right] + \right. \\ \left. + k_1 \left[ \frac{v_{2(i+1,j)} - v_{2(i,j)}}{2r} + \frac{v_{1(i,j+1)} - v_{1(i,j)}}{2r} \right]^2 + k_2 \left[ \frac{v_{2(i+1,j)} - v_{2(i,j)}}{2r} - \frac{v_{1(i,j+1)} - v_{1(i,j)}}{2r} + 2\omega_{3(i,j)} \right]^2 + \right. \\ \left. + k_3 \left( \frac{\omega_{3(i+1,j)} - \omega_{3(i,j)}}{2r} \right)^2 + k_3 \left( \frac{\omega_{3(i,j+1)} - \omega_{3(i,j)}}{2r} \right)^2 \right\} - \\ - \left( \bar{q}_{1(i,j)} v_{1(i,j)} + \bar{q}_{2(i,j)} v_{2(i,j)} + \bar{m}_{3(i,j)} \omega_{3(i,j)} \right) \Bigg\} 2r2r. \quad (2) \end{aligned}$$

На основе (1) и (2), составляя лагранжиан рассматриваемой системы:  $L = T - U$  и

выполняя варьирование в вариационном уравнении Гамильтона:  $\delta \int_{t_1}^{t_2} L dt = 0$ , получим систему уравнений движения частицы под номером  $(i, j)$ .

Выполняя предельный переход  $2r \rightarrow 0, 2r \rightarrow 0$ , получим лагранжиан непрерывной (континуальной) системы:

$$L = \frac{1}{2} \iint \left\{ \left[ \rho_0 \left( \frac{\partial v_1}{\partial t} \right)^2 + \left( \frac{\partial v_2}{\partial t} \right)^2 + J_0 \left( \frac{\partial \omega_3}{\partial t} \right)^2 \right] - \left\{ k_5 \left( \frac{\partial v_1}{\partial x_1} + \frac{\partial v_2}{\partial x_2} \right)^2 + (k_4 - k_5) \left[ \left( \frac{\partial v_1}{\partial x_1} \right)^2 + \left( \frac{\partial v_2}{\partial x_2} \right)^2 \right] + k_1 \left( \frac{\partial v_2}{\partial x_1} + \frac{\partial v_1}{\partial x_2} \right)^2 + k_2 \left( \frac{\partial v_2}{\partial x_1} - \frac{\partial v_1}{\partial x_2} + 2\omega_3 \right)^2 + k_3 \left( \frac{\partial \omega_3}{\partial x_2} \right)^2 + (q_{x_1} v_1 + q_{x_2} v_2 + m_3 \omega_3) \right\} dx_1 dx_2. \quad (3)$$

Если формулу (3) сравнивать с соответствующий формулой работы [8], приходим к выводу, что континуальная модель атомного монослоя при плоской задаче из себя представляет модель плоского напряженного состояния микрополярной тонкой пластинки с независимыми полями перемещений и вращений.

Теперь рассмотрим задачу изгиба.

В этом случае кинематическая энергия дискретной системы частиц будет

$$T = \frac{1}{2} \sum_i \sum_j \left[ m \left( \frac{dv_{3(i,j)}}{dt} \right)^2 + J \left( \frac{d\omega_{1(i,j)}}{dt} \right)^2 + J \left( \frac{d\omega_{2(i,j)}}{dt} \right)^2 \right], \quad (4)$$

а потенциальная энергия системы имеет вид

$$U = \frac{1}{2} \sum_i \sum_j \left\{ k_5 \left[ \left( \frac{v_{3(i+1,j)} - v_{3(i,j)}}{2r} + \omega_{2(i,j)} \right) - c_2 \tilde{q}_{1(i,j)} \right]^2 + k_5 \left[ \left( \frac{v_{3(i,j+1)} - v_{3(i,j)}}{2r} - \omega_{1(i,j)} \right) - c_2 \tilde{q}_{2(i,j)} \right]^2 + k_2 \left[ \left( \frac{\omega_{2(i+1,j)} - \omega_{2(i,j)}}{2r} \right) + \left( \frac{\omega_{1(i,j+1)} - \omega_{1(i,j)}}{2r} \right) \right]^2 + (k_1 - k_2) \left( \frac{\omega_{2(i+1,j)} - \omega_{2(i,j)}}{2r} \right)^2 + (k_1 - k_2) \left( \frac{\omega_{1(i,j+1)} - \omega_{1(i,j)}}{2r} \right)^2 + k_4 \left[ \left( \frac{\omega_{1(i+1,j)} - \omega_{1(i,j)}}{2r} \right) + \left( \frac{\omega_{2(i,j+1)} - \omega_{2(i,j)}}{2r} \right) \right]^2 + (k_3 - k_4) \left( \frac{\omega_{1(i+1,j)} - \omega_{1(i,j)}}{2r} \right)^2 + (k_3 - k_4) \left( \frac{\omega_{2(i,j+1)} - \omega_{2(i,j)}}{2r} \right)^2 \right\} - \sum_i \sum_j \left( \bar{q}_{3(i,j)} v_{3(i,j)} + \bar{m}_{1(i,j)} \omega_{1(i,j)} + \bar{m}_{2(i,j)} \omega_{2(i,j)} + \bar{q}_{x_1(i,j)} 2r \omega_{2(i,j)} - \bar{q}_{x_2(i,j)} 2r \omega_{1(i,j)} \right). \quad (5)$$

При помощи выражений (4) и (5), определяя лагранжиан дискретной системы частиц  $(L = T - U)$ , из вариационного уравнения Гамильтона получим уравнения движения частицы под номером  $(i, j)$  при изгибной деформации монослоя.

Осуществляя предельный переход, получим вид лагранжиана для соответствующей континуальной модели



$$\begin{aligned}
 L = \sum_i \sum_j L_{ij} 2r 2r, \quad L_{ij} = \frac{1}{2} & \left[ \frac{m}{2r 2r} \left( \frac{dv_{3(i,j)}}{dt} \right)^2 + \frac{J}{2r 2r} \left( \frac{d\omega_{1(i,j)}}{dt} \right)^2 + \frac{J}{2r 2r} \left( \frac{d\omega_{2(i,j)}}{dt} \right)^2 \right] - \\
 - \frac{1}{2} & \left\{ \sum_i \sum_j \left\{ k_5 \left[ \left( \frac{v_{3(i+1,j)} - v_{3(i,j)}}{2r} + \omega_{2(i,j)} \right) - c_2 \tilde{q}_{1(i,j)} \right]^2 + k_5 \left[ \left( \frac{v_{3(i,j+1)} - v_{3(i,j)}}{2r} - \omega_{1(i,j)} \right) - c_2 \tilde{q}_{2(i,j)} \right]^2 \right. \right. \\
 + k_2 & \left[ \left( \frac{\omega_{2(i+1,j)} - \omega_{2(i,j)}}{2r} \right) + \left( \frac{\omega_{1(i,j+1)} - \omega_{1(i,j)}}{2r} \right) \right]^2 + (k_1 - k_2) \left( \frac{\omega_{2(i+1,j)} - \omega_{2(i,j)}}{2r} \right)^2 + \\
 + (k_1 - k_2) & \left( \frac{\omega_{1(i,j+1)} - \omega_{1(i,j)}}{2r} \right)^2 + k_4 \left[ \left( \frac{\omega_{1(i+1,j)} - \omega_{1(i,j)}}{2r} \right) + \left( \frac{\omega_{2(i,j+1)} - \omega_{2(i,j)}}{2r} \right) \right]^2 + \\
 + (k_3 - k_4) & \left( \frac{\omega_{1(i+1,j)} - \omega_{1(i,j)}}{2r} \right)^2 + (k_3 - k_4) \left( \frac{\omega_{2(i,j+1)} - \omega_{2(i,j)}}{2r} \right)^2 \left. \right\} + \\
 + \left( \frac{\bar{q}_{3(i,j)}}{2r 2r} v_{3(i,j)} + \frac{\bar{m}_{1(i,j)}}{2r 2r} \omega_{1(i,j)} + \frac{\bar{m}_{2(i,j)}}{2r 2r} \omega_{1(i,j)} + \frac{q_{x_1(i,j)}}{2r} \omega_{2(i,j)} - \frac{q_{x_2(i,j)}}{2r} \omega_{1(i,j)} \right). & \tag{6}
 \end{aligned}$$

Если формулу (6) сравнивать с соответствующей формулой работы [8], приходим к утверждению, что континуальная модель атомного монослоя при изгибной деформации представляет собой прикладную теорию изгиба микрополярных пластин с независимыми полями перемещений и вращений.

#### Список литературы:

1. Морозов Н.Ф. Структурная механика материалов и элементов конструкций. Взаимодействие нано-микро-мезо и макромасштабов при деформировании и разрушении//Известия РАН. Механика твердого тела. -2005. -N4. -С. 188-189.
2. Беринский И.Е., Иванова Е.А., Кривцов А.М., Морозов Н.Ф. Применение моментного взаимодействия к построенного устойчивой модели кристаллической решетки графита//Известия АН России. Механика твердого тела. -2007. -N5. -С. 6-16.
3. Gendelman O.V., Manevitch L.I. The description of polyethylene crystal as a continuum with internal degrees of freedom//Inter. J. of Solids and Structures. -1996. -V.33. -P.1781-1798.
4. Павлов И.С., Потапов А.И. Структурные модели в механике нанокристаллических сред//Доклады РАН. -2008. -Т. 421, N3. -С. 348-352.
5. Борн М., Кунь Х. Динамическая теория кристаллических решеток. М.: Изд-во иностр. лит, 1958.- 488с.
6. Саркисян С.О. Микрополярная стержневая модель для нанокристаллического материала, состоящего из линейных цепочек атомов//Физическая мезомеханика. -2016. -Т. 19, N 4. -С. 14-20.
7. Саркисян С.О. Прикладные одномерные теории балок на основе несимметричной теории упругости// Физическая мезомеханика. -2008. -Т. 11, N 5. -С. 41-54.
8. Саркисян С.О. Краевые задачи несимметричной теории упругости для тонких пластин// Прикладная математика и механика. -2008.-Т.72,Вып.1.-С.129-147.

**СИЛУМИН С ГЛОБУЛЯРНЫМ КРЕМНИЕМ. ПОЛУЧЕНИЕ, СВОЙСТВА, ПРИМЕНЕНИЕ**

**Марукович Е.И., Стеценко В.Ю., Гутев А.П.**

*ГНУ «Институт технологии металлов НАН Беларуси»,  
г. Могилев, Беларусь, E-mail: lms@itm.by*

Сплавы с глобулярной микроструктурой обладают повышенными механическими и антифрикционными свойствами, поскольку соответствуют принципу Шарпи. Основным недостатком слитков из силуминов является пластинчатая дендритная микроструктура. Чтобы повысить механические и антифрикционные свойства силуминовых заготовок, необходимо получать отливки с недендритной, глобулярной микроструктурой. Она получается тогда, когда при затвердевании силумина образуется относительно большое количество центров кристаллизации  $\beta$ -фазы (кремния), которые не успевают превратиться в дендриты. Поэтому для получения силумина с глобулярным кремнием (СГК) нужна более высокая линейная скорость затвердевания, чем при литье в обычный (щелевой) кристаллизатор.

В Институте технологии металлов НАН Беларуси разработаны два способа литья ускоренным затвердеванием, позволяющие получать заготовки СГК. Первый – метод литья закалочным затвердеванием [1]. Он позволяет получить отливки из силумина с глобулярным наноструктурным эвтектическим кремнием (рис. 1).

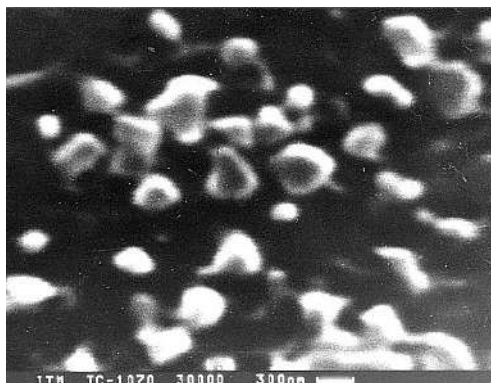


Рисунок 1 – Микроструктура литой заготовки диаметром 50 мм из сплава Al+12%Si (x30000)

Метод литья закалочным затвердеванием позволяет получать отливки диаметром 50...150 мм и высотой до 300 мм. Они, по сравнению с аналогичными непрерывнолитыми (серийными), имеют в 6...10 раз выше дисперсность фазовых составляющих и в 1,5...2 раза больше предел прочности на разрыв. Второй способ литья ускоренным затвердеванием – литье в струйный кристаллизатор, где используется затопленно-струйный метод охлаждения [2]. Он, при прочих равных гидравлических параметрах, позволяет увеличить коэффициент теплоотдачи от охлаждаемой поверхности рабочей втулки кристаллизатора к охладителю более чем в 2 раза [3]. Это происходит благодаря уменьшению толщины гидродинамического и, следовательно, толщины теплового пограничных слоев. Линейная скорость затвердевания отливки диаметром 100 мм из эвтектического силумина в струйном кристаллизаторе в 3 раза выше, чем в обычном кристаллизаторе. Это обеспечивает получение литых заготовок из СГК (рис. 2). Размер глобул кремния в СГК можно увеличить путем ускоренного (в течение 3-6 ч) отжига отливок (рис. 3).

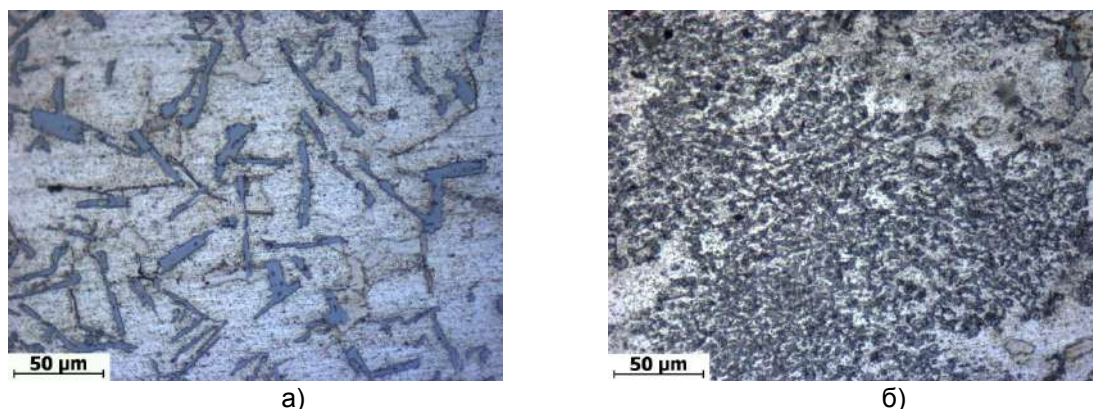


Рисунок 2 – Микроструктура литой заготовки диаметром 100 мм из сплава Al+12%Si+3%Cu: а – литье в обычный (щелевой) кристаллизатор; б – литье в струйный кристаллизатор

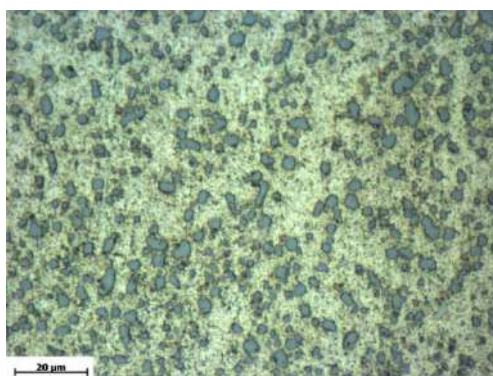


Рисунок 3 – Микроструктура заготовок из СГК после термической обработки

После термической обработки по режиму Т5 непрерывнолитые заготовки из эвтектического СГК имеют временное сопротивление разрыву 350...450 МПа и относительное удлинение 3...5%. После прокатки со степенью деформации 65% предел прочности на разрыв увеличивается в среднем на 40%, а относительное удлинение – в 4 раза.

Высокая степень структурной инверсии и высокодисперсная микроструктура заготовок из СГК обеспечивают им уникальные антифрикционные свойства. Их исследовали в Санкт-Петербургском институте машиностроения. Были проведены сравнительные триботехнические испытания образцов из СГК и бронзы БрОЦС5-5-5. В условиях сухого трения образцы из СГК по износостойкости превосходили бронзовые в 7 раз. В условиях смазки (И20А) образцы из СГК по износостойкости превосходили бронзовые в 23 раза. Соответственно коэффициент трения по стали у образцов из СГК ниже, чем у бронзовых как при сухом трении (в 1,65 раз), так и в условиях смазки (в 1,35 раз). Аналогичные результаты получили по сравнению с бронзой БрАЖ9-4. Испытания проводили на машине трения СМЦ-2 в условиях сухого трения по схеме «вал-втулка». Было установлено, что линейный износ образцов из СГК в 10...15 раз ниже, чем у аналогичных образцов из бронзы БрАЖ9-4. Эти испытания свидетельствуют о том, что СГК может с успехом заменить традиционные антифрикционные бронзы в узлах трения машин и механизмов. Были проведены опытно-промышленные испытания деталей из СГК в сравнении с аналогичными из бронз (табл.1).

Таблица 1 – Опытные-промышленные испытания деталей из СГК

№ п/п	Предприятие	Страна	Результат
1	ПАО «Таганрогский металлургический завод»	Россия	Превосходят бронзовые
2	ОАО «Первоуральский новотрубный завод»	Россия	Превосходят бронзовые

Продолжение таблицы 1

3	ОАО «БЕЛАЗ» - управляющая компания холдинга «БЕЛАЗ-ХОЛДИНГ»	Беларусь	Не уступают бронзовым
4	ОАО «Витебскифт»	Беларусь	Не уступают бронзовым
5	ОАО «Гомсельмаш»	Беларусь	Не уступают бронзовым
6	ОАО «Управляющая компания холдинга «Бобруйскагромаш»	Беларусь	Превосходят бронзовые
7	ОАО «Амкодор - Дзержинск»	Беларусь	Не уступают бронзовым
8	ОАО «Светлогорск Химволокно»	Беларусь	Не уступают бронзовым
9	ОАО «Белшина»	Беларусь	Не уступают бронзовым
10	Завод «Могилевтрансмаш» ОАО «МАЗ»	Беларусь	Превосходят бронзовые
11	ОАО «Гомельский завод станочных узлов»	Беларусь	Превосходят бронзовые
12	ОАО «Кузлитмаш»	Беларусь	Не уступают бронзовым
13	ОАО «Завод Оптик»	Беларусь	Превосходят бронзовые
14	ЧУП «ВС-Техника»	Беларусь	Не уступают бронзовым
15	ОАО «Оршанский станкостроительный завод «Красный Борец»	Беларусь	Не уступают бронзовым
16	РУП «Завод «Эвистор»	Беларусь	Не уступают бронзовым

Эти испытания показали, что детали из СГК по износостойкости и ресурсу работы либо превосходят аналогичные из бронз, либо не уступают им.

В Институте технологии металлов НАН Беларуси из СГК изготавливают: сплошные, мерные заготовки диаметром до 200 мм и высотой до 250 мм; полые заготовки наружным диаметром от 90 до 350 мм и высотой до 200 мм; непрерывнолитые прутки диаметром от 40 до 90 мм. Стоимость заготовки из СГК в 3 раза ниже, чем аналогичной из бронзы. Поставка заготовок из СГК осуществляется по ТУ ВУ 700002421.003-2011 на более 60 предприятий Беларуси и России. Область применения заготовок из СГК: подшипники скольжения, шестерни червячных колес редукторов, втулки балансиров и шарнирных соединений, вкладыши люнета токарных станков и прессов, втулки сателлитов дифференциалов и сальниковых букс, поршни гидроцилиндров, направляющие втулки и другие детали узлов и технологического оборудования.

Таким образом, силумин с глобулярным кремнием является перспективным антифрикционным материалом, который с успехом заменяет более тяжелые и дорогостоящие серийными антифрикционные бронзы.

**Список литературы:**

1. Патент RU 2288067, МПК В22D7/00, 27/04. Способ литья заготовок / В. Ю. Стеценко, Е. И. Марукович – 2006. – Бюл. № 33.
2. Патент RU 234220, МПК В22D11/055. Способ охлаждения кристаллизатора / Е. И. Марукович, В. Ю. Стеценко – 2008. – Бюл. № 36.
3. Марукович, Е. И. Модифицирование сплавов / Е. И. Марукович, В. Ю. Стеценко – Минск: Беларус. навука, 2009. – 192 с.

## ИССЛЕДОВАНИЕ ПОВРЕЖДЕННОСТИ МЕДИ В ПРОЦЕССЕ РАВНОКАНАЛЬНОГО УГЛОВОГО ПРЕССОВАНИЯ

Сенникова Л.Ф., Ткаченко В.М., Бурховецкий В.В., Борзенко А.П.

Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина,

г. Донецк, Украина, E-mail: sennikova\_lf@ukr.net

Обработка металлов методами интенсивной пластической деформации (ИПД) является одним из наиболее перспективных методов получения материалов с высокими физическими и механическими свойствами. Особое внимание уделяется вопросам формирования прочностных свойств и влияния на эти процессы различных дефектов кристаллического строения, в том числе размера зерна и микропор.

В настоящее время учеными создаются основы для практической разработки методов пластической деформации с целью повышения механических свойств и ресурса долговечности для широкого круга материалов за счет залечивания и уменьшения количества микропор [1].

Прочностные аспекты, связанные с накоплением, развитием и слиянием микронесплошностей, имеют принципиальное значение, как для создания физических основ разрушения твердых тел, так и для разработки практических путей прогнозирования и повышения их долговечности.

Многочисленные исследования по изучению структуры материалов, подвергшихся ИПД, констатируют, что наблюдается сложное сочетание дефектных структур различных уровней – точечные дефекты, дислокации, границы зерен и трехмерные дефекты кристаллической решетки в виде микропор и микротрещин. Однако информация эта довольно противоречива и неоднозначна [2-6].

Предполагается, что накопление больших значений суммарной деформации с малыми разовыми степенями вносит меньше деформационных повреждений, чем в случае применения больших разовых деформаций, что позволяет повысить прочностные свойства материала.

Поэтому, нами была выбрана схема равноканального углового прессования, позволяющая деформировать материал при сдвиговой деформации в дробном режиме ( $\epsilon < 1$ ).

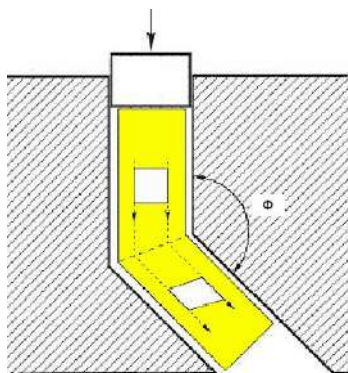


Рисунок 1 – Схема деформационной обработки заготовок методом равноканального углового прессования с одним очагом сдвиговой деформации.

Цель настоящей работы заключалась в изучении эволюции зеренной и дефектной структуры (микропоры) меди в результате деформации равноканальным угловым прессованием в дробном режиме, и влиянию этих структурных характеристик на механические свойства материала.

Результаты работы внесут свой вклад в понимание роли таких дефектов кристаллической решетки, как микропоры в формирование прочностных свойств материалов.

В работе исследовались образцы меди марки М06 диаметром 14 мм в исходном состоянии (после отжига 600°С, 2 часа) и после деформации РКУП с одним очагом сдвиговой деформации. Накопление деформации осуществляли повторением циклов в интервале от 1 до 8. Единичная эквивалентная степень деформации за один цикл прессования составляла  $\epsilon = 0.2$ .

Схема деформации показана на рисунке 1. Прессование заготовок осуществлялось на лабораторной установке, смонтированной на базе гидравлического пресса усилием 250 тс с использованием деформирующих блоков с рабочими каналами 15 мм. Деформирующий блок представляет собой набор толстостенных поворотных втулок с пересекающимися каналами одинакового диаметра. Втулки размещены в корпусной обойме. Угол пересечения втулок в данном случае  $\phi = 160^\circ$ .

Дефектную структуру (микропоры, микротрещины), свойства образцов в исходном состоянии и после деформации анализировали методами дюрOMETрических

(твердомер Виккерса HV-5), волюметрических (весы SHIMADZU) исследований, растровой электронной микроскопии (JEOLJSM-6490). Сканирование поверхности поперечного шлифа медных прутков, диаметром 14 мм, проводили в ВЕС–режиме с шагом 1мм. Зеренную структуру исследовали с помощью оптической микроскопии (микроскоп ZEISS, Axiovert 40 MAT).

В исходном отожженном состоянии структура представляет собой рекристаллизованные зерна величиной в среднем  $\sim 130$  мкм. Наблюдается структурная неоднородность по величине зерна и наличие множества двойников отжига (рис. 2а). Твердость по Виккерсу отожженного образца соответствовала 630 МПа.

В процессе деформации РКУП происходит измельчение структурных составляющих и структура приобретает мелкозернистое строение (рис.2б). В нашем случае, после 8 проходов деформации РКУП ( $\epsilon=1.6$ ), средняя величина зерна составляет  $\sim 40$  мкм, а твердость увеличилась до 1050 МПа.

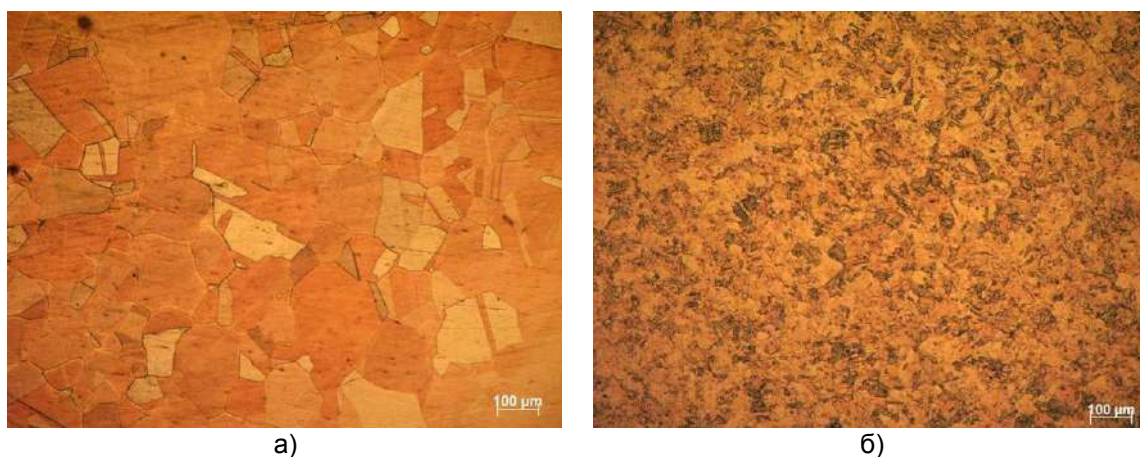


Рисунок 2 – Оптическая микроскопия поперечного сечения прутка меди М0б диаметром 14 мм: а – после отжига 600°C, 2ч.; б – после 8 проходов РКУП ( $\epsilon=1.6$ )

Необходимо отметить, что в эволюции структуры меди при РКУП с дробным режимом деформации в меньшей степени отмечаются особенности, связанные с активизацией процессов возврата и рекристаллизации, обусловленные большими пластическими деформациями, и фактором внешнего трения. Небольшие единичные интенсивности и соответствующий им малый эффект разогрева образцов при деформации не способствуют процессам динамического возврата и рекристаллизации, а это позволит в процессе РКУП получить СМК – структуру материала [7].

Методом растровой электронной микроскопии получены данные о деформационной пористости меди в результате РКУП и построены гистограммы распределения пор по размерам (рис.3). Показано, что с увеличением степени деформации до  $\Sigma\epsilon = 1.6$ , количество микропор незначительно меняется по отношению к отожженному состоянию материала. При этом наблюдается измельчение зеренной структуры и рост твердости в несколько раз, а, как известно, мелкозернистая структура и, следовательно, большая протяженность границ зерен, сдерживают образование новых несплошностей и тормозят развитие уже существующих [5]. Подавляющее большинство пор имеют размеры десятых и сотых долей микрона.

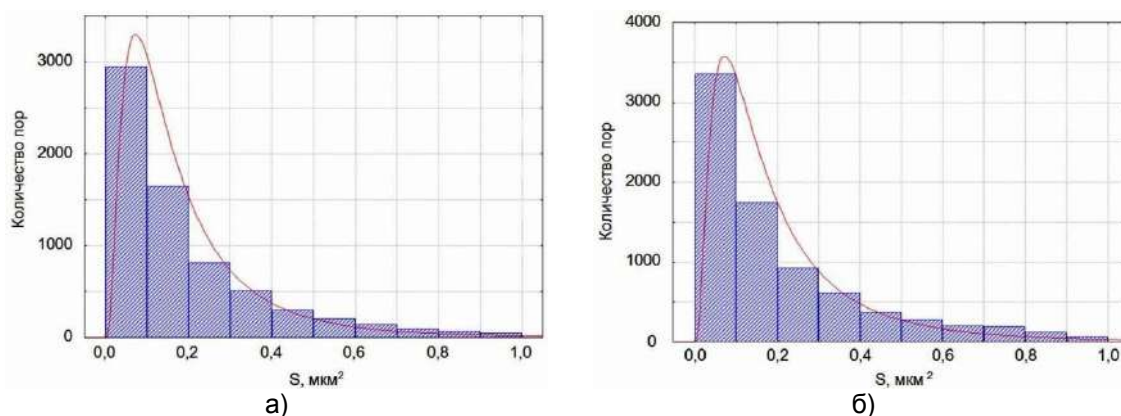


Рисунок 3 – Гистограммы распределения микропор по размерам (площади) для меди М06: а – после отжига 600 °С, 2ч.; б – после 8 проходов РКУП ( $\epsilon = 1.6$ ).

Анализ полученных экспериментальных данных по структуре, упрочнению и деформационной пористости медных образцов в результате РКУП показал, что для получения СМК-структуры, а следовательно, уменьшения деформационной пористости и повышения прочностных свойств материала необходимо увеличивать суммарную деформацию. Для этого будут продолжены исследования и опробованы другие технологические условия и режимы РКУП.

Таким образом, на основании проведенных экспериментов, изучена эволюция зеренной структуры и механических свойств медных образцов под влиянием деформации сдвигом в дробном режиме ( $\epsilon < 1$ ).

Показано измельчение зеренной структуры и увеличение твердости по Виккерсу в процессе накопления деформации РКУП.

Исследована деформационная пористость меди в результате деформации РКУП с эквивалентной разовой степенью  $\epsilon=0.2$  и построены гистограммы распределения пор по размерам.

Сделан вывод о необходимости продолжения исследования технологических условий и режимов процесса равноканального углового прессования с целью повышения механических свойств материала за счет залечивания и уменьшения количества микропор.

#### Список литературы:

1. Баранов Ю.В., Сахвадзе Г.Ж., Столяров В.В., Вестник научно-технического развития 38, № 10, (2010).
2. Тюменцев А.Н., Пинжин Ю.П., Коротаев А.Д. и др., ФММ 86, № 6, 110 (1998).
3. Тюменцев А.Н., Третьяк М.В., Пинжин Ю.П. и др., ФММ 90, № 5, 44 (2000).
4. Тюменцев А.Н., Дитенберг И.А., Пинжин Ю.П., Коротаев А.Д., Валиев Р.З., ФММ 96, № 4, 33 (2003).
5. Хомская И.В., Шорохов Е.В., Зельдович В.И., Хейфец А.Е., Фролова Н.Ю. и др., ФММ 111, №6, 639 (2011).
6. Черемской П.Г., Слезов В.В., Бетехтин В.И., Поры в твердом теле, Энергоатомиздат, Москва (1990).
7. Матросов Н.И., Сенникова Л.Ф., Павловская Е.А., Дугадко А.Б., Медведская Э.А., Шевченко Б.А., Металлофиз. новейшие технол. 25, №10, 1321 (2003).

**К ВОПРОСУ ОБРАБАТЫВАЕМОСТИ ИЗНОСОСТОЙКИХ ПОКРЫТИЙ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ЦЕНТРОБЕЖНОЙ ИНДУКЦИОННОЙ НАПЛАВКИ**

<sup>1</sup>Сосновский И.А., <sup>2</sup>Белявин К.Е., <sup>1</sup>Курилёнок А.А., <sup>3</sup>Кузнечик О.О.

<sup>1</sup>Объединенный институт машиностроения НАН Беларуси,  
г. Минск, Беларусь, E-mail: sos3@tut.by

<sup>2</sup>Белорусский национальный технический университет,  
г. Минск, Беларусь, E-mail: dz-m@tut.by

<sup>3</sup>Институт порошковой металлургии, г. Минск, Беларусь, E-mail: oleg-kuznechik@yandex.ru

Одним из наиболее эффективных методов нанесения износостойких покрытий на детали является центробежная индукционная наплавка (ЦИН) [1]. Указанный метод позволяет наносить покрытия на внутренние, наружные и торцевые поверхности детали (рис. 1).



Рисунок 1 – Процесс нанесения покрытий методом центробежной индукционной наплавки

Целью настоящей работы являлось исследование обрабатываемости покрытий из износостойких порошковых самофлюсующихся сплавов на железной основе системы Fe-Cr-B-Si [2].

Механическую обработку наплавленных покрытий из порошка ПР-Х4Г2Р4С2Ф системы Fe-Cr-B-Si целесообразно проводить на универсальном токарном оборудовании с использованием специальных расточных резцов (рис. 2), оснащенных универсальными резцовыми вставками с напаянной пластинкой из композита О2Д «Белбор» (рис. 3) [2].

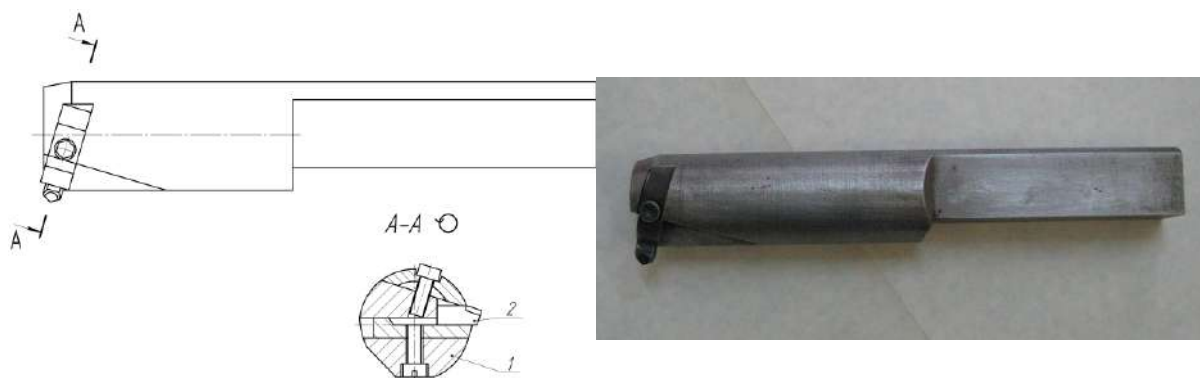


Рисунок 2 – Конструкция и общий вид расточного резца с механическим креплением универсальной резцовой вставки: 1 – державка; 2 – резцовая вставка



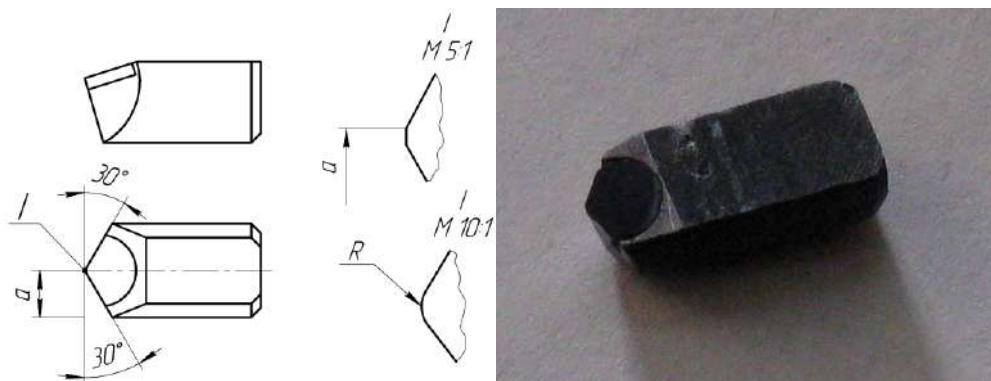


Рисунок 3 – Конструкция и общий вид универсальной резцовой вставки с напаянной пластинкой СТМ «Белбор»

Экспериментальные работы по исследованию процесса механической обработки покрытий проводились на токарно-винторезном станке модели 1К62 (рис. 4), а точение велось расточным резцом повышенной жесткости с механическим креплением резцовой вставки, оснащенной СТМ К02Д. Конструкция расточного резца с механическим креплением универсальной резцовой вставки и его общий вид представлены на рисунке 2. Конструкция универсальной резцовой вставки и ее общий вид с напаянной пластинкой СТМ «Белбор» представлены на рисунке 3.

Геометрические параметры резцовой вставки: главный угол в плане  $\varphi = 45^\circ$ , вспомогательный угол в плане  $\varphi_1 = 15^\circ$ , задние углы  $\alpha = \alpha_1 = 15^\circ$ , передний угол  $\gamma = -12^\circ$ , при закругленной вершине резца с радиусом  $\tau = 0,5$  мм.



Рисунок 4 – Исследование обрабатываемости покрытий из разработанных износостойких антифрикционных порошковых шихт для определения оптимальных режимов резания

Для определения оптимальных режимов резания проведен полный факторный эксперимент, в процессе которого изучалась скорость нарастания износа (рис. 5) в зависимости от режимов резания при критерии затупления резца  $h_s = 0,4$  мм. В результате получена эмпирическая зависимость значения скорости резания:

$$V = \left( \frac{4,54d^{2,1}}{Ts^{1,6}r^{0,7}} \right)^{2,32}$$

где  $d$  – диаметр растачиваемой поверхности,  $T$  – период стойкости;  $s$  – подача;  $t$  – глубина резания.

Учитывая неравномерность толщины наплавленного покрытия, а следовательно, и снимаемого припуска для чернового растачивания необходимо использовать поправочный коэффициент  $K=0,8$ .

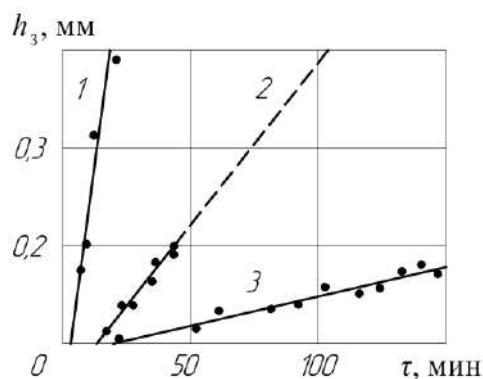


Рисунок 5 – Зависимость износа реза по задней поверхности от времени работы,  $d = 60$  мм: 1 –  $V = 150$  м/мин,  $S = 0,05$  мм/об,  $t = 0,4$  мм; 2 –  $V = 50$  м/мин,  $S = 0,15$  мм/об,  $t = 0,4$  мм; 3 –  $V = 50$  м/мин,  $S = 0,05$  мм/об,  $t = 0,1$  мм.

Для обеспечения требуемой точности окончательного размера детали необходимо провести черновую и чистовую обработку ее внутреннего отверстия. При этом величина глубины резания при черновой обработке обусловлена необходимостью работы реза под корку, т.е. желательное отсутствие после черного растачивания на поверхности не обработанных пятен, и может достигать до 0,5-0,7 мм. А величина глубины резания при чистовом растачивании должна быть не менее 0,3-0,2 мм, т.к. при меньшей глубине резания повышается вероятность возбуждения автоколебаний, приводящих к вибрации инструмента и браку детали.

В таблице 1 представлены оптимальные режимы токарной обработки наплавленных покрытий для различных размеров деталей.

Таблица 1 – Режимы расточки покрытий

Вид обработки	Диаметр отверстия $d$ , мм	Скорость резания $V$ , м/мин	Глубина резания $t$ , мм
черновое точение	60	60	до 0,7*
	80	80	
чистовое точение	60	95	0,3*
	80	115	

\* – подача  $s = 0,1$  мм/об

#### Заключение

Исследована обрабатываемость покрытий из износостойких порошковых самофлюсующихся сплавов на железной основе системы Fe- Cr -B-Si, получаемых методом центробежной индукционной наплавки. Определены оптимальные режимы резания с проведением полного факторного эксперимента. Получена эмпирическая зависимость стойкости инструмента от режимов резания: скорости резания, подачи и глубины резания.

#### Список литературы:

1. Сосновский, И.А. Термические параметры центробежного индукционного нанесения порошковых покрытий / И.А. Сосновский, Ю.Н. Гафо // Инженерно-физический журнал – 2011. – Т.84, № 6. – С.1135-1141.
2. Кашицин, Л.П. Технология центробежного нанесения покрытий с использованием внутреннего индуктора ТВЧ / Л.П. Кашицин, И.А. Сосновский, А.Л. Худoley, С.Е. Клименко // Сварка и родственные технологии: сб. научн. трудов. Выпуск № 7, 2005 г. / редкол.: В.К. Шелег [и др.]. – Минск, Тонпик, 2005. – С. 53 – 62.

## ВЛИЯНИЕ ТЕРМООБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ ПЕРСПЕКТИВНЫХ ЭВТЕКТИЧЕСКИХ КОМПОЗИЦИЙ НА ОСНОВЕ АЛЮМИНИЯ

Наумова Е.А.

Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»,  
г. Москва, Россия, E-mail: jan73@mail.ru

### Введение

С середины 90-х годов авторами [1,2] были разработаны высокопрочные и жаропрочные сплавы на основе Ni-содержащих и Ce-содержащих эвтектик. Можно выделить два типа эвтектических сплавов:

1. Сплавы оптимизированного состава, со средним и низким содержанием эвтектических интерметаллидов, сочетающие высокие литейные и механические свойства (высокопрочные никелины АЦ7НЖ, АЦ6Н0,5Ж). Их можно условно назвать деформируемыми эвтектическими сплавами.

2. Сплавы композитного типа, структура которых состоит из матрицы – легированного алюминиевого твердого раствора (Al) и армирующего компонента, в качестве которого выступают эвтектические интерметаллиды округлой формы и разной степени дисперсности. По структуре они сходны с гранулируемыми сплавами, полученными при скоростях охлаждения порядка  $10^4$  K/c [3].

В работе [2] были исследованы сплавы второй группы системы Al-Ce-Ni на основе тройной эвтектики (Al)+Al<sub>4</sub>Ce+Al<sub>3</sub>Ni. Сравнение низко- и высокотемпературных механических свойств, а также литейных характеристик показало, что экспериментальная композиция Al-12%Ce-5%Ni-0,5%Zr по совокупности основных показателей превосходит известные жаропрочные литейные сплавы AM5 (AL19), АК12ММгН (AL30) и АЦр1у.

Авторы [1] в качестве перспективного эвтектикообразующего элемента рассматривают кальций. Это сравнительно не дорогостоящий компонент, снижающий плотность и повышающий коррозионную стойкость алюминиевых сплавов. Многокомпонентные сплавы на основе кальцийсодержащих эвтектик высокотехнологичны как при литье, так и при деформации. Перед деформацией их обычно отжигают для повышения пластичности [1]. В данной работе ставилась задача сравнить структуру литых сплавов двойных систем Al-Ca, Al-Ce, Al-Ni, тройных систем Al-Ce-Ni, Al-Ca-Ni и четверной системы Al-Ca-Ce-Ni, а также исследовать влияние режимов сфероидизирующего отжига на формоизменение эвтектических интерметаллидов.

### Экспериментальные методики

Экспериментальные сплавы (табл. 1) плавил в электропечи сопротивления фирмы LAC в графитошамотных тиглях. Термообработку отливок проводили в муфельных электрических печах SNOL 8,2/1100 с точностью поддержания температуры 5°C. Микроструктуру образцов изучали на оптическом микроскопе OlympusGX51 (OM) и сканирующем электронном микроскопе TESCANVEGA 3 (СЭМ). Твердость измеряли по Бринеллю (согласно ГОСТ 9012-59). Для расчета фазового состава экспериментальных сплавов использовали программу Thermo-Calc (база данных TTAL5) [5].

### Результаты и их обсуждение

Все исследованные сплавы имеют в литом состоянии эвтектическую или доэвтектическую структуру, состоящую из дендритов алюминиевого твердого раствора (Al) и эвтектики с очень тонким строением. Двойные эвтектические сплавы незначительно отличаются друг от друга по размеру частиц эвтектических интерметаллидов, а у тройных и четверного сплавов несколько более тонкое строение, чем у двойных (табл. 1).

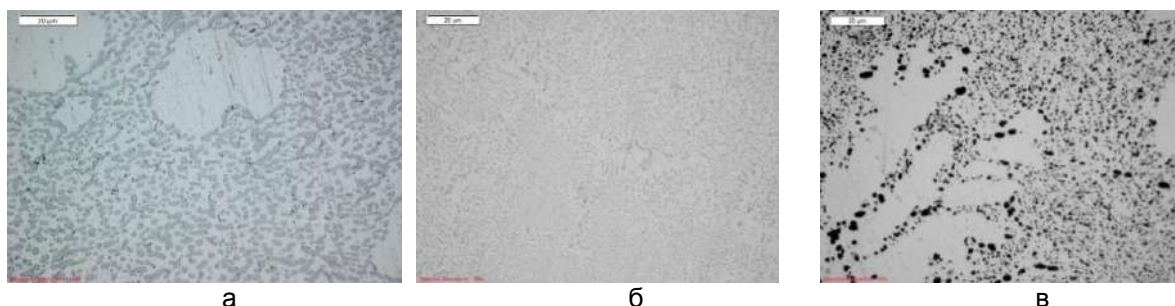


Рисунок 1 – Структура двойных сплавов после термообработки 600<sup>0</sup> С, 3ч., ОМ, х1000:  
а) Al-7,6%Ca; б) Al-12%Ce; в) Al-6%Ni

В структуре сплава с 12%Ce наблюдается небольшое количество первичных кристаллов фазы Al<sub>4</sub>Ce. Возможно, эвтектическая концентрация несколько ниже, чем указано в [4]. В процессе нагрева при температурах от 450<sup>0</sup> С до 600<sup>0</sup> С с интервалом 50<sup>0</sup> С и выдержкой на каждой ступени по 3 часа, эвтектические интерметаллиды дробятся на фрагменты, затем эти фрагменты округляются и при температуре 600<sup>0</sup> С укрупняются, но в разных сплавах по-разному. Твердость, при этом, закономерно снижается (табл. 1).

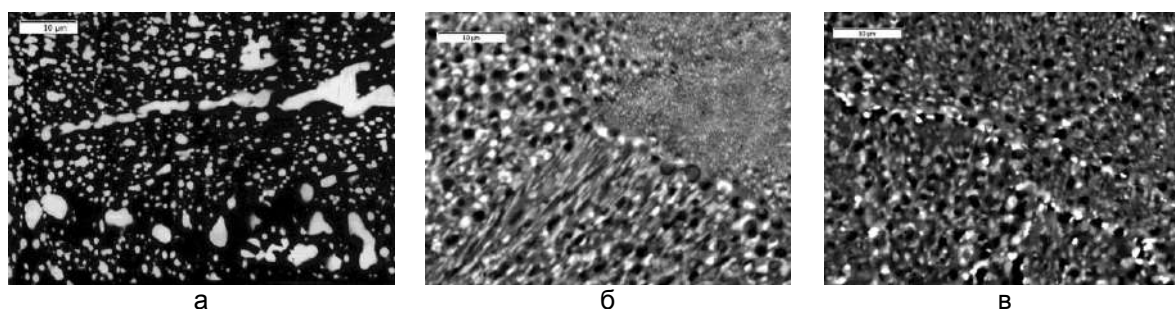


Рисунок 2 – Структура сплавов после термообработки 600<sup>0</sup> С, 3ч., СЭМ, х5000:  
а) Al-12%Ce-5%Ni; б) Al-6%Ca-3%Ni; в) Al-6%Ca-3%Ni-2%Ce

Таблица 1 – Характеристики структуры экспериментальных сплавов

Сплав	Эвтект. интерметаллиды	Qм, % (масс.), Thermo-Calc [5]	Размер частиц эвт. интермет. d, мкм		НВ (5/250)	
			Лит. сост.	После отж. 600 <sup>0</sup> С, 3ч.	Лит. сост.	После отж. 600 <sup>0</sup> С, 3ч.
Al-12%Ce	Al <sub>4</sub> Ce	20,5	0,6-1,5	до 1,8	59,6±2,0	46,3±1,5
Al-6%Ni	Al <sub>3</sub> Ni	14,3	0,4-0,8	до 5	65,5±1,5	38,7±2,4
Al-7,6%Ca	Al <sub>4</sub> Ca	29,5	0,5-1,0	до 3-5	95,2±2,2	60,1±2,0
Al-12%Ce-5%Ni	Al <sub>4</sub> Ce	20,5	0,05-0,1	до 5-10	84,2±2,1	57,0±1,2
	Al <sub>3</sub> Ni	11,9				
Al-6%Ca-3%Ni*	Al <sub>4</sub> Ca	21,0	0,2-0,3	до 2	75,0±1,7	67,0±2,5
	Al <sub>3</sub> Ni	7,0				
Al-6%Ca-3%Ni-2%Ce*	Al <sub>4</sub> Ca	21,0	0,1-0,2	до 2	76,1±1,9	67,6±2,4
	Al <sub>3</sub> Ni	7,0				
	Al <sub>4</sub> Ce	3,4				

\*При расчете фазового состава сплава не учитывалось образование тройных соединений [5].

### Заключение

В результате исследований установлено, что фрагментация эвтектических интерметаллидов в сплавах Al-7,6%Ca и Al-12%Ce-5%Ni начинается при 450<sup>0</sup> С, в сплавах Al-6%Ni, Al-6%Ca-3%Ni и Al-6%Ca-3%Ni-2%Ce при 500<sup>0</sup> С, а в сплаве Al-52

12%Ceфрагментация начинается при температуре выше 550<sup>0</sup> С. Скорее всего, это связано с высокой жаропрочностью фазы Al<sub>4</sub>Ce. Термическую стабильность сплавов Al-6%Ca-3%Ni и Al-6%Ca-3%Ni-2%Ce можно связать с наличием в их структуре тройных интерметаллидов. Для установления точного фазового состава этих сплавов нужны дополнительные исследования. Проведенное исследование позволяет скорректировать режимы термической обработки перспективных эвтектических композиций на основе алюминия.

Работа проведена в рамках гранта Президента Российской Федерации для поддержки ведущих научных школ, НШ-9899.2016.8.

#### **Список литературы**

1. Белов Н.А., Наумова Е.А., Акопян Т.К.«Эвтектические сплавы на основе алюминия: новые системы легирования», М.: Руда и металлы, 2016, 250 с.
2. Belov, N.A., Naumova E.A., and Eskin, D.G. Casting alloys of the Al-Ce-Ni System: Microstructural Approach to Alloy Design // Mater. Sci. Eng. A, 1999, Vol.271, P.134-142.
3. Добаткин В. И., Елагин В. И., Федоров В. М. – Быстрозакристаллизованные алюминиевые сплавы. – М.: ВИЛС, 1995, 245с.
4. Мондольфо Л.Ф. Структура и свойства алюминиевых сплавов/ Пер, с англ, – М.: Металлургия, 1979, 640 с.
5. Информация на сайте [www.thermocalc.com](http://www.thermocalc.com).

**АППАРАТНО-ПРОГРАММНЫЕ ИСПЫТАТЕЛЬНЫЕ КОМПЛЕКСЫ ДЛЯ ПРОВЕРКИ РАБОТОСПОСОБНОСТИ ЦИФРОВЫХ ТОКОВЫХ ЗАЩИТ ЭЛЕКТРОУСТАНОВОК**

**Романюк Ф.А., Новаш И.В., Румянцев Ю.В., Румянцев В.Ю.**

*БНТУ, г. Минск, Беларусь, E-mail: faromanuk@bntu.by, novashiv@tut.by*

Рост генерирующих мощностей, усложнение топологии сети передачи и распределения электрической энергии является причиной возникновения новых, ранее не характерных, режимов работы энергетической системы (ЭС). Данное обстоятельство требует от производителей цифровых устройств релейной защиты (ЦУРЗ) предварительного их испытания в условиях, максимально приближенных к реальным. Наиболее рациональным и эффективным способом данных испытаний является метод математического моделирования. Для этого создаются аппаратно-программные испытательные комплексы (АПИК), в программной части которых на персональном компьютере (ПК) реализуются комплексные математические модели ЭС и измерительных трансформаторов, а аппаратная часть – содержит проверочное устройство и испытуемое ЦУРЗ.

Поскольку полную математическую модель всей ЭС, по которой рассчитывались бы входные сигналы релейной защиты, составить невозможно, то из ЭС выделяется фрагмент в виде т. н. обобщенного электроэнергетического объекта (ОЭО). Расчетная схема ОЭО должна содержать все элементы, которые оказывают заметное количественное и качественное влияние на входные сигналы (вторичные токи трансформаторов тока), подводимые к устройству защиты.

В настоящей работе моделирование ОЭО проводится в системе динамического моделирования (СДМ) Matlab-Simulink, в состав которой входит пакет расширения SimPowerSystems (SPS), ориентированный на имитационное моделирование электротехнических устройств. В СДМ Matlab-Simulink принципиально изменен характер требований к математическому обеспечению и управлению всем ходом вычислительного процесса. Модель ОЭО представляется в виде структурной схемы и не требует написания кода программы из-за наличия библиотеки готовых программ, используемых для решения отдельных прикладных задач [1]. Это особенно важно для задач инженерной направленности, когда требуется самостоятельно смоделировать фрагмент энергосистемы, не углубляясь в тонкости математического моделирования самих элементов.

Однако в стандартных библиотеках SPS присутствуют не все необходимые модели электрооборудования. Например, отсутствует модель трансформатора тока (ТТ), а для модели силового трансформатора и некоторых других блоков не указаны методики расчета их параметров. При этом, именно моделированию трансформаторов тока, как элементов, сигналы которых непосредственно воздействуют на входные цепи защиты, следует уделять особое внимание [2]. Неточное задание параметров в любом блоке структурной схемы приводит к снижению достоверности результатов моделирования, несмотря на то, что все модели, входящие в данный пакет, проверены в лабораториях канадского производителя электроэнергии – компании Hydro-Québec, где подтверждена адекватность их реализации и математического описания [3].

Поэтому, результаты, получаемые от испытательных комплексов, реализованных в СДМ Simulink-SimPowerSystems, необходимо сопоставить с результатами полученными от других компьютерных программных комплексов (КПК), принятых за эталонные [4], а также с натурными испытаниями [5]. При высоком совпадении результатов моделирования в СДМ с результатами КПК, принятых за эталонные, можно считать, что модели отдельных элементов системы, созданные в Simulink-SimPowerSystems адекватно функционируют, и могут быть использованы для построения моделей других аналогичных систем, структура которых отличается от эталонной.

В результате проведенных исследований установлено, что при правильном выборе параметров блоков, из которых строятся модели электрооборудования, результаты моделирования отличаются не более чем на 3% от результатов, полученных в эталонных компьютерных программах, которые, в свою очередь, не более чем на 10% отличаются от результатов натурального эксперимента [6].

Структурная схема АПИК представлена на рисунке 1. ПК подключается к проверочному устройству и используется как управляющий компьютер, с помощью которого также осуществляется и моделирование в СДМ Simulink-SimPowerSystems режимов работы ОЭО.

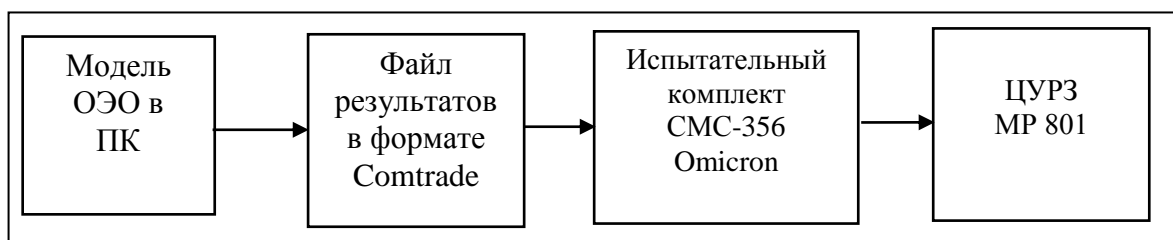


Рисунок 1 – Структура аппаратно-программного испытательного комплекса

Проверочное устройство Omicron CMC 356 – это испытательный комплект 6-фазного тока и 4-фазного напряжения, которое имеет мощные токовые выходы (трехфазный режим работы: до 64 А/860 ВА на фазу).

Объектом исследования выбрана максимальная токовая защита (МТЗ) мгновенного действия, входящая в состав цифрового устройства типа МР 801 производства ОАО «Белэлектромонтажналадка».

В качестве входных воздействий использовались сигналы вторичного тока ТТ. Такой выбор входных сигналов объясняется тем, что основными повреждениями в энергосистеме являются короткие замыкания (КЗ), токи которых не являются периодическими сигналами из-за наличия в них экспоненциально затухающей апериодической составляющей. Информация о токах повреждения передается к ЦУРЗ через электромагнитные измерительные ТТ, магнитопроводы которых входят в насыщение от апериодической составляющей тока КЗ, в результате чего происходит искажение формы вторичного тока ТТ.

Полученные в результате моделирования сигналы вторичного тока ТТ преобразовывались в унифицированный формат COMTRADE и далее подавались с помощью проверочной установки Omicron CMC 356 на аналоговые входы тока испытуемого ЦУРЗ. Управление проверочной установкой осуществлялось при помощи ПК с установленным на нем специальным программным обеспечением TransPlay, обеспечивающим выбор и воспроизведение заранее подготовленных осциллограмм аварийных процессов в формате COMTRADE.

После подачи в устройство МР 801 каждого тестового воздействия осуществлялось сохранение записей его аварийного регистратора, в которых фиксировались время срабатывания испытуемой токовой защиты и форма подводимых тестовых воздействий (рис. 2).

Было сформировано 18 тестовых воздействий, которые отражали наиболее характерные формы вторичного тока ТТ при КЗ в ЭС.

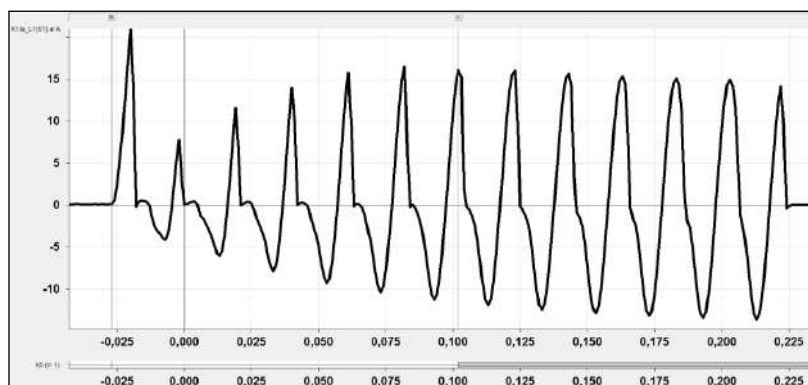


Рисунок2 – Визуальная интерпретация файла аварийной осциллограммы ЦУРЗ МР801

Проведенные расчеты позволили выявить некоторые особенности работы МТЗ в составе реле МР801, которые не проявлялись при гармонических тестовых

воздействиях. Так, при наличии в аварийном сигнале аperiodической составляющей, когда ТТ входит в глубокое насыщение, его вторичный ток снижается по амплитуде в сравнении с идеально трансформируемым током. Это приводит к тому, что процесс выделения цифровым фильтром Фурье действующего значения контролируемого сигнала чрезмерно затягивается (до 3-4 периодов промышленной частоты), а форма сигнала приобретает колебательный характер.

Таким образом, использование системы динамического моделирования Matlab-Simulink в качестве программного обеспечения АПИК для испытания цифровых токовых защит электроустановок позволяет при минимальных затратах времени формировать достоверные тестовые воздействия на проверяемые защиты, отличающиеся от реальных сигналов не более чем на 10-15%.

### Список литературы:

1. Дэбни, Дж. Simulink 4. Секреты мастерства / Дж. Б. Дэбни, Т.Л. Харман; Пер.с англ. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2003.-403 с.
2. Новаш, И. В. Упрощенная модель трехфазной группы трансформаторов тока в системе динамического моделирования / И. В. Новаш, Ю. В. Румянцев // Энергетика... (Изв. высш. учеб. заведений и энерг. объединений СНГ). – 2015. – № 5. – С. 23–38.
3. SimPowerSystems.User'sGuide. TheMathWorks, Inc. –2012. -411p.
4. Новаш, И. В. Математическое моделирование коммутационных режимов в электроустановках с трансформаторами / И. В. Новаш, Ф. А. Романюк. – Минск: БНТУ, 2013. – 226 с. – ISBN 978-985-550-236-5.
5. Ломан, М.С Микропроцессорная защита силовых понижающих трансформаторов: автореф. дис. ... канд. техн. наук: 05.14.02 / М.С. Ломан; Белорусский нац. техн. у-нт. – Минск, 2015. – 25 с.
6. Romanyuk, F. Validation of mathematical model of differential protection / F. Romanyuk, I. Novash, M. Loman, P. Węgierek, M. Szrot // Przegląd elektrotechniczny. – 2014. – № 3. – P. 187–190.



**ОСОБЕННОСТИ ПОЛУЧЕНИЯ ТЕРМОУДАРОПРОЧНЫХ  
ЭЛЕКТРОИЗОЛЯЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ-ИЗДЕЛИЙ ДЛЯ СВАРОЧНОГО  
ОБОРУДОВАНИЯ**

**Шмурадко В.Т., Пантелеенко Ф.И., Реут О.П., Руденская Н.А., Григорьев С.В.**  
*БНТУ, г. Минск, Беларусь, E-mail: panteleyenkofi@mail.ru.*

Проведён материаловедческий анализ создания термостойких, виброударопрочных электротехнических материалов-изделий для аппаратов автоматической сварки биметаллических трубчатых элементов.

Ключевые слова. Состав, структура, свойства,  $Al_2O_3$ ,  $MgO$ ,  $SiO_2$ ,  $ZrO_2$ ; материал-изделие, термостойкость, ударопрочность, контактная сварка.

Особенности создания эффективных конкурентоспособных конструкционных керамических материалов – изделий электротехнического назначения и, в частности, изделий, для аппаратов автоматической сварки биметаллических трубчатых элементов, способных работать одновременно в режиме электрических, термических и вибромеханических нагрузок, требует комплексного (системно – дифференцированного) подхода в анализе процессов и механизмов превращения иерархии текущих структурно – фазовых уровней и свойств исходных порошков в конструкционные [1,2] и электротехнические материалы с комплексным набором соответствующих структур, способных практически одновременно рассеивать термомеханические напряжения и выдерживать при этом электрические. Исследование и разработка таких керамических материалов проводилось по программно – методической формуле «фазовый и химический составы – структурная и фазовая иерархия – свойства» – «электротехнический термостойкий ударопрочный материал – изделие» – «устройство» [2]. В качестве исходного сырья применялись порошки  $Al_2O_3$ ,  $SiO_2$ ,  $MgO$ ,  $ZrO_2$  и синтезируемые на их основе твердые растворы.

В исследовании использованы методы современной оптической и рентгеновской спектроскопии, дифрактометрии, ИК – спектроскопии (ИКС) и спектроскопии комбинационного рассеяния, а также реализована информативная рентабельность физических методов химического контроля при фазовых превращениях. Контроль и анализ текущих фазовых превращений в оксидных системах, при синтезе кордиерита, муллита, алюмомагниевого шпинели и циркона, выполнялся на качественном и количественном уровнях путём определения в материалах: химических элементов основы и примесей; фазовых составов; типа твердых растворов, их структурного распределения; уровня и характера дефектности. С позиций микроанализа и химической термодинамики проанализированы механизмы текущего перераспределения химических элементов в существующих и новых фазах. Определенный интерес, для дальнейшего развития методов контроля термостойких электротехнических и виброударопрочных структурированных соединений в конструкционных материалах, представляют исследования электронной структуры с помощью рентгеновской (изучение тонкой структуры рентгеновских спектров) и рамоновской спектроскопии.

Базовым носителем свойств, разработанного электро-, термо и ударопрочного материала, является матричная структура кордиерита, а легирующие фазы – химические элементы, химические соединения и твердые растворы из  $Al_2O_3$ ,  $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ ,  $ZrSiO_4$ ,  $MgAl_2O_4$ , модифицируют структуру кордиеритовой матрицы и ее свойства, управляют количественными характеристиками материалов. Составы разработанного электротехнического материала сформированы из фазовых комбинаций кордиерита – муллита – корунда – алюмомагниевого шпинели – циркона – бадделеита, где различные их сочетания позволяют создавать и управлять приоритетными уровнями требуемых свойств.

Выполнен анализ физико-химических и физико – механических свойств разработанных электро – термопрочных материалов. Проведена оптимизация фазовых составов, структурной иерархии и свойств созданных композиционных материалов на уровне кордиерита – муллита – корунда – бадделеита.

Основными технологическими этапами структурной инженерии в создании электротехнических материалов – изделий с требуемыми термостойкостью и

вибромеханической прочностью являются стадии физико – химического структурирования:  $(\text{MgO} - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2) \rightarrow 2\text{MgO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{MgO} \rightarrow \text{MgAl}_2\text{O}_4$ ,  $\text{SiO}_2 - \text{ZrO}_2 \rightarrow \text{SiZrO}_4$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2 \rightarrow 3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ; причем процесс структурирования начинается при сухом и жидкостном (трибохимическом – механохимическом) размоле соответствующих оксидных композиций; затем, при получении активированных высококонцентрированных керамических вяжущих суспензий (АВКВС), литьевого шликера, шликерных отливок, из них - гранулированных порошковых структур; при прессовании, тепловой обработке и спекании; каждый этап технологического структурирования исходных оксидных систем сопровождается текущим анализом структурно – фазовых превращений в стехиометриях кордиерита, муллита, алюмомагниевого шпинели, циркона и композициях, синтезированных на их основе [3].

Результатом структурной инженерии в технологиях получения термостойких ударопрочных конструкционных электротехнических материалов – изделий является: синтез кордиерита; упрочнение кордиерита структурированными соединениями – корунда, муллита, шпинели, циркона, бадделейта; расширение температурного диапазона ( $1360 - 1420^\circ\text{C}$ ) спекаемости кордиеритовой матрицы, модифицированной другими фазами; создание иерархии диссипативных элементов структур (ДЭС), на уровне разработанных композиций, способных, практически одновременно, рассеивать структурные термонапряжения и демпфировать – ударно-вибромеханические, возникающие на атомарно – ионно – электронном – молекулярно – кристаллическом – кристаллохимическом и микро, - мезо – и макроразмерных уровнях; при определенных внешних температурных условиях воздействия - активизация механизмов диссипации в ДЭС тесно связана с термически обратимыми химическими реакциями, протекающими в кордиеритовой матрице и цирконе, причем активность их регламентируется корундо – муллито – цирконо – шпинельными структурами как на кристаллохимических, так и на микро – макроразмерных уровнях.

Сформулирована концепция создания импортозамещающих электроизоляторов [3] с заданным набором электротехнических, термо – и ударно-вибромеханических свойств для автоматов контактной сварки трубчатых биметаллов; концепция представляет программный документ, состоящий из материаловедческо-методологической многоступенчатой формулы: «фазовый состав - многоуровневая иерархия электроизоляционных, термостойких и ударопрочных структур – набор свойств» - «методы, процессы и технология синтеза электро-термо-механопрочных структур с ДЭС» - «режимы эксплуатации – конструкция изделия – эксплуатационная прочность» - «надежность – долговечность – конкурентная способность»; разработанные электроизоляционные термостойкие материалы и технологии получения изделий различного электротехнического назначения и, в частности, электроизоляторов для контактной сварки, позволило сформировать научно – практическую базу по выпуску отечественной электротехнической продукции, создало условия для импортозамещения и организации экспорта; при этом достигнуты следующие свойства материала-изделия: плотность  $\rho = 2,33 - 3,15 \text{ г/см}^3$ ,  $\sigma_{сж} = 432 - 505 \text{ МПа}$ ,  $\sigma_{изг} = 100 - 121 \text{ МПа}$ , термостойкость R1000oc – вода > 140 теплосмен. Данное исследование представляет, на наш взгляд, определенный научно – практический интерес для авто, – авиа – и ракетостроения при разработке изоляторов свечей зажигания нового поколения.

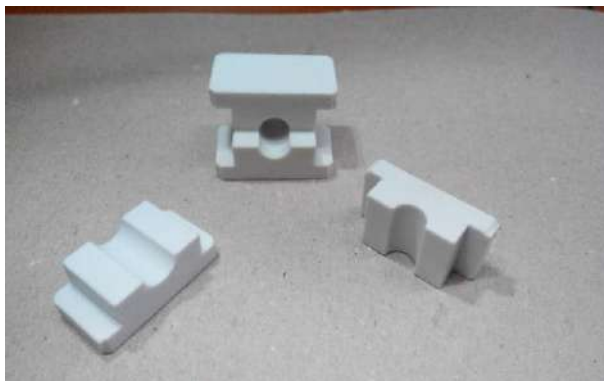


Рисунок 1 – Керамические изоляторы для автоматической сварки биметаллических трубчатых элементов

На рисунке 1 представлены электроизоляторы для автоматической контактной сварки трубчатых элементов медь – алюминий, срок службы которых, в зависимости от поставленных задач, составляет 1200-2000 циклов.

**Список литературы:**

1. Шмурадко В.Т. Особенности создания керамических материалов-изделий различного технического назначения [Текст] // В.Т. Шмурадко, Ф.И. Пантелеенко, О.П. Реут, С.В. Григорьев, М.О. Степкин – В сб. 19-го международного симпозиума “Технологии. Оборудование. Качество” Минск. – 2016. – С. 90 – 93.

2. Шмурадко, В.Т. Материаловедческие принципы и технологические решения разработки, создания и применения износостойких корундовых материалов-изделий для механизмов подземной проходки грунтов и производства металлокорда [Текст] // В.Т. Шмурадко, Ф.И. Пантелеенко, О.П. Реут, Н.А. Руденская, А.Ф. Пантелеенко В сб. МНТК “Новые технологии и материалы, автоматизация производства”. Брест. 2-3 ноября 2016г. -С. 109-111.

3. Шмурадко, В.Т. Принципы создания термостойких электроизоляционных изделий для карьерных самосвалов БелАЗ [Текст] // В.Т. Шмурадко, Ф.И. Пантелеенко, О.П. Реут, М.О. Степкин – Новые огнеупоры. – 2016. – №3. – С.19-20.

4. Шмурадко, В.Т. Физико-химические процессы и механизмы получения термостойких электроизоляторов для карьерных самосвалов БелАЗ. // В.Т. Шмурадко, Ф.И. Пантелеенко, О.П. Реут, М.О. Степкин А.Ф. Пантелеенко – Новые огнеупоры. – 2016. – №11. – С.48-51.

## ВЛИЯНИЕ МАГНИТНОГО ПОЛЯ НА ПРЕГРАДУ ПРИ ВЫСОКОСКОРОСТНОМ УДАРЕ

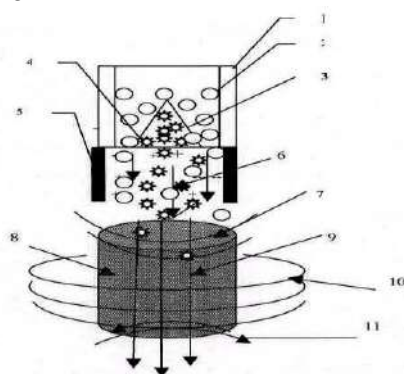
Овчинников В.И., Ильющенко А.Ф.

ОХП НИИ ИП с ОП ГНУ ИПМ, г. Минск, Беларусь, E-mail: impuls@bn.by

В работе представлены результаты исследований некоторых явлений вызываемых высокоскоростным ударом, которые представляют научный интерес, поскольку многие детали сопровождающих удар процессов: плазмообразования, эмиссии электронов и ионов, возникновение световых вспышек, инициирование электрических разрядов, импульса электромагнитного и ионизирующего излучения и т.д. пока исследованы недостаточно.

### Образование магнитного поля в результате высокоскоростного удара

В результате соударения кумулятивной струи со скоростью 1,5-3,0 км/с, в состав которой входит поток ионизированных частиц порошка и плазмы, материал мишени намагничивается и на поверхности раздела и вокруг мишени индуцируется магнитное поле (рис. 1), величина которого будет зависеть от структуры, магнитных свойств материала и ионизации потока.



- 1 – корпус заряда; 2 – взрывчатое вещество (ВВ); 3 – кумулятивная воронка; 4 – частицы порошка; 5 – регулирующая опора; 6 – поток ионизированных частиц порошка и плазмы; 7 – ударная волна; 8 – металлический цилиндр; 9 – электрическое поле; 10 – силовые линии магнитного поля; 11 – отраженная волна

Рисунок 1 – Схема формирования электромагнитного поля

Импульсное магнитное поле индуцирует токи в металлическом проводнике, между токами, и магнитным полем возникают электромеханические силы взаимодействия. Рассмотрим, как будет действовать сила на единицу объема проводника в виде металлического цилиндра, находящегося в магнитном поле. Она будет равна:

$$\frac{d\vec{F}}{dV} = \vec{j} \times \vec{B} \quad (1)$$

где  $\vec{j}$  – вектор плотности тока, индуцированного в проводнике;

$\vec{B} = \mu \vec{H}$  – вектор магнитной индукции;

$\mu$  – магнитная проницаемость проводника;

$\vec{H}$  – вектор напряженности магнитного поля;

$V$  – объем проводника.

Из уравнения видно, что сила, действующая на заготовку, возрастает с увеличением плотности тока. В свою очередь, плотность тока тем больше, чем выше электропроводность заготовки. Поэтому магнитному воздействию наиболее хорошо подвергаются заготовки из материалов с большой электропроводностью (алюминия, меди, серебра и др.). Максимальное давление, действующее на заготовку, находящуюся в магнитном поле с напряженностью  $H$ , определяется уравнением:

$$p = \mu \frac{H^2}{8\pi} \quad (2)$$

С достаточной степенью точности можно считать, что магнитное поле распространяется в заготовке на глубину:

$$\Delta\delta = c\sqrt{\frac{\rho}{2\pi\omega}} \quad (3)$$

где  $\rho$  - удельное сопротивление материала;  
 $\omega$  - частота.

Таким образом, глубина проникновения магнитного поля в заготовку зависит от удельного сопротивления материала заготовки и частоты. В связи с этим при осуществлении процесса электромагнитного деформирования металла большое значение имеет частота импульса (частота разрядного тока). Максимальное влияние магнитного поля на материал заготовки будет проявляться при глубине проникновения меньшей толщины заготовки. Если глубина проникновения превышает толщину заготовки, давление будет значительно меньше определяемого уравнением (4).

$$p = \frac{H_1^2 - H_2^2}{2,5 \cdot 10} \text{ кГ/см}^2 \quad (4)$$

где  $H_1$  и  $H_2$  – напряженность поля перед стенкой заготовки и за ней.

Анализ проведенных измерений индукции магнитного поля для различных материалов подтверждает, что наибольшее значение магнитной индукции фиксируется для материалов с большим коэффициентом магнитной восприимчивости, ферритов, сталей аустенитного класса. При обработке таких материалов, как А1, Си, Тi величина магнитной индукции практически не изменяется и остается постоянной на уровне фона.

#### Зависимость магнитной индукции от энергии ускорителя

Использование взрывных ускорителей в экспериментах по высокоскоростному соударению микрочастиц с преградой, ранее не обращалось внимания и не учитывалось влияние неидеальной плазмы взрыва и заряженных микрочастиц в этих процессах, на изменение величины электромагнитного поля (ЭМП) и его влияния на обрабатываемые материалы. Аналогичные процессы происходят при взаимодействии сгустков космической пыли с космическими аппаратами (КА).

Продукты взрыва (ПВ) взрывчатых веществ (ВВ), представляют собой смесь газообразных и конденсированных продуктов при давлении 10- 40 ГПа и температуре 300-5000 К. В работе [1] показано, что подобные состояния типичны для низкотемпературной неидеальной плазмы с малой концентрацией заряженных частиц.

Проведенное экспериментальное исследование зависимости индукции магнитного поля от изменения энергии (массы) зарядов ускорителя, применяемых при разгоне микрочастиц, показало, что значение индукции магнитного поля увеличивается с увеличением энергии (массы) заряда, [2, 3]. Это связано с тем, что большие градиенты за фронтом инициирующей ударной волны в конденсированных ВВ могут приводить к распределению электрических зарядов в детонационной плазме. Результаты зависимости влияния энергии взрывного ускорителя (массы заряда) на изменение индукции магнитного поля представлены на рисунке 2. Распределение электрических зарядов вызывает распределение электрического поля и потенциала.

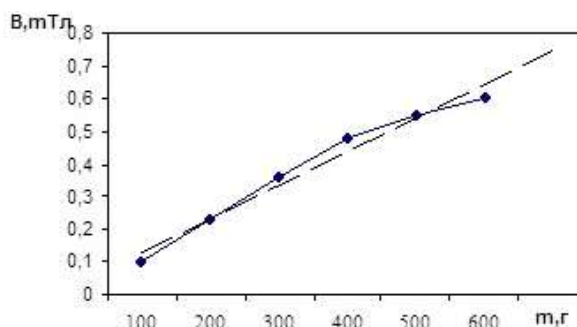


Рисунок 2 – Зависимость индукции магнитного поля от (энергии потока) массы заряда

Распределение потенциала было обнаружено при исследовании электропроводности детонационной плазмы вдоль распространения детонации в работе [3].

### **Влияние электромагнитного поля на полупроводниковые материалы**

Аналогия лабораторных исследований взаимодействия высокоскоростных потоков микрочастиц (ПМЧ), сопровождающегося импульсом электромагнитного излучения (ЭМИ), с одной стороны, и взаимодействие сгустков космической пыли с КА и применяемых в системах их управления полупроводниковых приборов, с другой стороны, вызывает необходимость изучения воздействия ЭМИ на кремниевые полупроводниковые структуры, являющиеся основой для изготовления полупроводниковых приборов, в т.ч. интегральных микросхем (ИМС).

Наиболее информативным является исследование тестовых структур металл-диэлектрик-полупроводник (МДП), так как в этих структурах, наблюдаются заметные деградиационные процессы. В работе использовались специально изготовленные МДП-структуры (Al-SiO<sub>2</sub>-Si) до и после воздействия ПМЧ. После трехкратного воздействия ПМЧ и следовательно импульсов ЭМП длительностью 10 мкс с амплитудой ~10<sup>5</sup> А/м замечено смещение положения пика напряжений (U, В) в сторону меньших значений. Последующий анализ позволил обнаружить колебательное явление МДП – пластины, сопровождающееся изменением распределения U. Наряду с изменением U появилось около 15 % структур с низким значением U<2В, что соответствует появлению дефектных МДП-структур. Это свидетельствует о необратимом изменении примесно-дефектных комплексов в полупроводнике и его деградации.

Особенно сильное влияние на параметры полупроводниковых структур может оказывать одновременное воздействие акустических колебаний (в нашем случае колебания, вызванные ударно-волновыми процессами соударения с потоком микрочастиц, частотой ~1 ГГц), что приводит к повышению динамической поляризации ядер, которая особенно сильно возрастает при условиях, соответствующих ядерному акустическому резонансу. Дополнительное акустическое воздействие приводит к наиболее значительному изменению предпробивных напряжений.

Снижения воздействия импульсного электромагнитного излучения на деградацию полупроводниковых приборов можно получить, применяя материалы с высокими магнитными характеристиками и изготовлением многослойных корпусов и защитных экранов для ИМС.

### **Заключение**

Получено впервые экспериментальное подтверждение теоретической модели формирования электромагнитного излучения при соударении и взаимодействии высокоскоростного потока микрочастиц с металлической преградой. Установлены экспериментальные и теоретические зависимости интенсивности электромагнитного излучения от условий движения, распределения и величины зарядов в неидеальной плазме потока, зависящих от энергии ускорителя. Получена зависимость изменения интенсивности электромагнитного излучения от энергии потока микрочастиц, что вызывает изменение индукции магнитного поля от 5 до 80 мТл.

### **Список литературы:**

1. Гилев, С.Д. Электропроводность продуктов детонации тротила [Текст] / С.Д. Гилев, А.М.Трубачев //Труды международной конференции 3-и Харитоновские научные чтения.- Саров.- 2002.- С.59-64.
2. Месяц, Г. А. Первичные и вторичные процессы взрывной электронной эмиссии [Текст]/ Г. А.Месяц// «Ж. прикл. мех. и техн. физ.».- 1980. - № 5. - с. 138.
3. Антипенко, А.Г. О зоне электропроводности при детонации конденсированных взрывчатых веществ [Текст] / А.Г. Антипенко, А.Н. Дремин, В.В. Якушев //ДАН СССР.- 1975.- Т.225, №5.- С.1086-1088.

## ТЕХНОЛОГИЯ НАНЕСЕНИЯ ХРОМОВОГО ПОКРЫТИЯ НА ДЕТАЛИ ИЗ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ

Юркевич С.Н., Полякова Т.Л., Ващенко И.М., Андриенок К.Г., Аблажей Н.М.

ОАО «558 Авиационный ремонтный завод»,  
г. Барановичи, Беларусь, E-mail: yurckevi4@yandex.by

В работе показана возможность получения хромового покрытия на деталях из титановых сплавов с высокой макрозернистостью после модификации поверхности. Разработаны методики определения и частичного устранения прижогов, защиты от загрязнений.

Ключевые слова: хромовое покрытие, макробалльность, прижоги

Детали из титановых сплавов широко применяются в авиационной технике. При сравнимой прочности они гораздо легче стальных деталей. Однако уступают стальным деталям по износостойкости. С целью повышения износостойкости и поверхностной твердости авиационных деталей из титановых сплавов проводится их хромирование или никелирование. Электроосаждение хрома на титановые сплавы сопряжено со значительными трудностями. Одной из них является невозможность нанесения хромового покрытия на детали с макробалльностью, по разным источникам, от 7 и более баллов и 5 и более баллов. То же самое и с никелевым покрытием. В настоящее время приобретаемый (особенно на биржах) сортамент часто имеет макробалльность выше 6 баллов. При проведении обычных механических испытаний на твердость и временное сопротивление разрыву отличий между материалом с высокой и низкой макробалльностью нет, и материал с высокой макробалльностью попадает для изготовления титановых деталей с хромовыми и никелевыми покрытиями. Обнаруживается отклонение по макробалльности, как правило, лишь после отслоения покрытия, т.е. после проведения череды дорогостоящих и длительных операций. Поскольку структура формируется на стадии проката и отклонения по балльности являются следствием нарушения его режимов, то и исправлять структуру необходимо при той же или большей температуре, а это не менее 1300 °С. Печи с такой температурой есть не везде, и при исправлении структуры уходят размеры.

Другой трудностью является образование прижогов после механической обработки. Титановые сплавы чувствительны к нарушениям режимов механической обработки, и при малейшем отклонении от оптимальных значений скорости вращения детали или подачи инструмента образуются прижоги. Причем образуются не только при шлифовании, но и при других видах механической обработки. Прижоги не всегда заметны визуально, а хромовое и никелевое покрытия на места прижогов не ложатся.

Кроме выше указанного, на хромирование деталей из титановых сплавов влияют загрязнения, не удаленные до термической обработки (диффузионного отжига). Загрязнения при нагреве до 740 °С изменяют химсостав поверхностного слоя металла, и покрытия на места загрязнений не ложатся.

В работе описаны результаты исследований по хромированию деталей из титановых сплавов.

### Подготовка поверхности деталей перед нанесением хромового покрытия

Определяющим фактором при нанесении гальванопокрытий на детали из титановых сплавов является подготовка поверхности. Как отмечалось выше, имеются три момента, оказывающих существенное влияние на получение качественного хромового покрытия: наличие загрязнений при предварительной термообработке, наличие прижогов, наличие макроструктуры с зерном более 5-7 баллов. Рассмотрим решение этих проблем.

### Загрязнения

Для обеспечения защиты от загрязнений необходимо вводить операцию обезжиривания после механической обработки и упаковку в полиэтиленовые мешочки для передачи на термомодифузионный отжиг.

### Определение и устранение прижогов

Не допустить прижоги на деталях из титановых сплавов возможно только при неукоснительном соблюдении оптимальных режимов механической обработки.

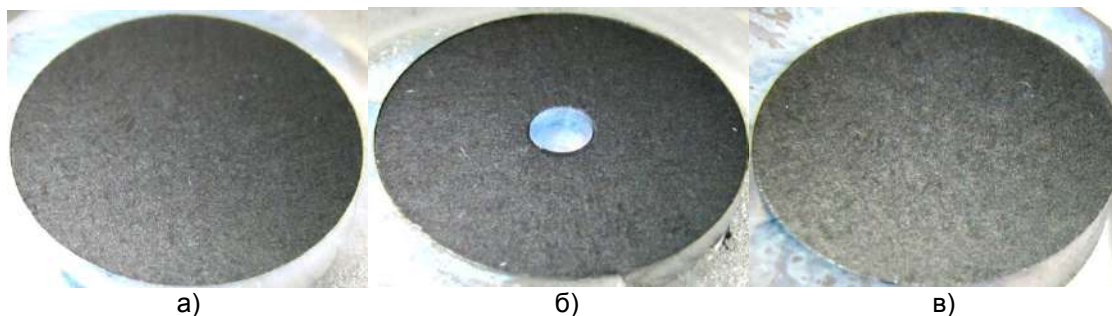
### Модификация поверхности деталей для исправления макроструктуры

Есть выход и из ситуации с высокой макробалльностью. Это модификация поверхности детали для получения равномерного осажденного герметичного хромового покрытия на изделиях из титановых сплавов (BT3-1, OT4, OT4-1, BT5-1, BT5Л, BT6 (BT6С), BT9, BT22, BT23).

Исследования проводились на забракованных штоках из BT6С.

Проведены измерения толщины покрытия, размера макрозерна у края поверхности и в сердцевине четырех образцов штоков с маркировками № 1-№ 4 из титанового сплава BT6С.

Съемку макроструктуры исследуемых образцов проводили с помощью цифрового фотоаппарата Canon. Макроразмер зерна оценивали по ГОСТ 26492-85 "Прутки катаные из титана и титановых сплавов. Технические условия". Результаты представлены на рисунке 1, размер макрозерна штока составляет: шток с маркировкой № 1 – 5 балл зерна, № 2 (сечение 1-3) – 6 балл зерна, к поверхности уменьшается до 4 баллов; № 3 – 6, 7 балл зерна, № 4 – 5 балл зерна.



а) 10 мм от торца, б) центр, в) 10 мм от края  
Рисунок 1 – Макробалльность зерна (образец № 2)

Анализ представленных данных показывает следующее:

Введение дополнительной операции упрочнения (образец №2) перед 1-м диффузионным отжигом позволило уменьшить макробалльность поверхности до 4-х баллов и получить качественное хромовое покрытие на образце, имеющем макробалльность 6-7 баллов.

Термодиффузионный отжиг не измельчает размер зерна. Измельчение зерна на поверхности образца №2 (макробалльность до 4 баллов) произошло в результате упрочнения поверхности механическим упрочнением.

### Процесс нанесения хромового покрытия на детали из титановых сплавов

Хромирование деталей из титановых сплавов проводится с целью повышения их износостойкости и поверхностной твердости.

Технологический процесс хромирования деталей из титановых сплавов состоит в нанесении комбинированного двухслойного покрытия хром молочный – хром твердый с промежуточным термодиффузионным вакуумным отжигом, улучшающим прочность сцепления покрытия с основой. Обязательными операциями технологии хромирования деталей из титановых сплавов являются шлифование твердого хромового покрытия, позволяющее контролировать прочность сцепления покрытия с поверхностью деталей и предварительное упрочнение поверхности перед 1-м термодиффузионным отжигом.

Твердое хромирование можно проводить в стандартном серноокислом электролите.

Технологический процесс нанесения хромового покрытия состоит из следующих стадий:

– контроль на прижоги;



- упрочнение (модификация) поверхности;
- обезжиривание;
- первый термодиффузионный отжиг в вакуумной печи;
- пескоструйная обработка поверхности;
- гидридная обработка поверхности;
- молочное хромирование;
- обезжиривание;
- второй термодиффузионный отжиг в вакуумной печи;
- пескоструйная обработка поверхности;
- электрохимическая активация;
- твердое хромирование;
- шлифование твердого хромового покрытия.

### **Заключение**

1. Модифицирование поверхности деталей из титановых сплавов путем изменения механической обработкой макробалльности поверхностного слоя позволяет наносить качественные покрытия на детали со структурой, имеющей макробалльность от 5 и более баллов.

2. Представляется возможным использовать для изменения балльности поверхностного слоя обработку ультразвуком, обкатку роликами, шариком, алмазное выглаживание, магнито-импульсную обработку и иную.

3. Разработана методика определения и частичного устранения прижогов и методы недопущения и удаления загрязнений.

4. Разработана технология нанесения хромового покрытия на детали авиационной техники из титановых сплавов.

**ПРИМЕНЕНИЕ МАГНИТО-ИМПУЛЬСНОЙ ОБРАБОТКИ ДЛЯ МОДИФИКАЦИИ ПОВЕРХНОСТИ ДЕТАЛЕЙ ИЗ ТИТАНОВЫХ И АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ**

<sup>1</sup>Юркевич С.Н., <sup>1</sup>Люцкевич А.И., <sup>2</sup>Алифанов А.В., <sup>3</sup>Юркевич К.С.

<sup>1</sup>ОАО «558 Авиационный ремонтный завод»,

г. Барановичи, Беларусь, E-mail: yurckevi4@yandex.by

<sup>2</sup>УО «Барановичский государственный университет», г. Барановичи, Беларусь

<sup>3</sup>УО «Белорусский национальный технический университет», г. Минск, Беларусь

В работе рассматривается изменение макро- и микроструктуры поверхностного слоя деталей из титановых и алюминиевых сплавов.

Ключевые слова: Макробалльность, измельчение структуры, упрочненный слой.

**Введение**

Магнито-импульсная обработка материалов (МИОМ) достаточно известна. Применяется для упрочнения инструмента из быстрорежущих сталей, штамповки деталей из материалов с высокой электропроводностью (меди и её сплавов, алюминиевых сплавов и т.д.). В данной работе рассмотрим применение МИОМ с целью изменения структуры поверхностного слоя и упрочнения поверхности деталей из титановых и алюминиевых сплавов.

Детали из титановых сплавов широко применяются в авиационной технике. При сравнимой прочности они гораздо легче стальных деталей, однако уступают стальным деталям по износостойкости. С целью повышения износостойкости и поверхностной твердости авиационных деталей из титановых сплавов проводится их хромирование или никелирование. Электроосаждение хрома на титановые сплавы сопряжено со значительными трудностями. Одной из них является невозможность нанесения хромового покрытия на детали с макробалльностью, по разным источникам, от 7 и более баллов и 5 и более баллов. То же самое и с никелевым покрытием. В настоящее время приобретаемый (особенно на биржах) сортамент часто имеет макробалльность выше 6 баллов. Обнаруживается отклонение по макробалльности, как правило, лишь после отслоения покрытия, т.е. после проведения череды дорогостоящих и длительных операций. Поскольку структура формируется на стадии проката и отклонения по балльности являются следствием нарушения его режимов, то и исправлять структуру необходимо при той же или большей температуре, а это не менее 1300 °С. Печи с такой температурой есть не везде, и при исправлении структуры уходят размеры.

Детали из алюминиевых сплавов также широко используются в авиатехнике из-за своего малого веса. Прочность их уступает прочности стальных деталей и деталей из титановых сплавов. Детали из алюминиевых сплавов можно использовать и в качестве прессформ для производства резино-технических изделий, их изготовления обходится значительно дешевле изготовления стальных прессформ. Но алюминиевые прессформы недолговечны. Увеличение их твердости поверхности дало бы возможность применения алюминиевых прессформ в мелкосерийном производстве.

Методика проведения эксперимента. Обсуждение результатов.

Рассмотрим возможности МИОМ по получению необходимых свойств поверхностей деталей из титановых и алюминиевых сплавов для решения поставленных задач:

- модификация поверхности (уменьшение макробалльности) для получения равномерного осажденного герметичного хромового покрытия на изделиях из титановых сплавов (BT3-1, OT4, OT4-1, BT5-1, BT5Л, BT6 (BT6C), BT9, BT22, BT23);
- упрочнение поверхности деталей из алюминиевых сплавов.

Исследования макро-микроструктуры проводились на образцах, подвергнутых магнито-импульсной обработке поверхности:

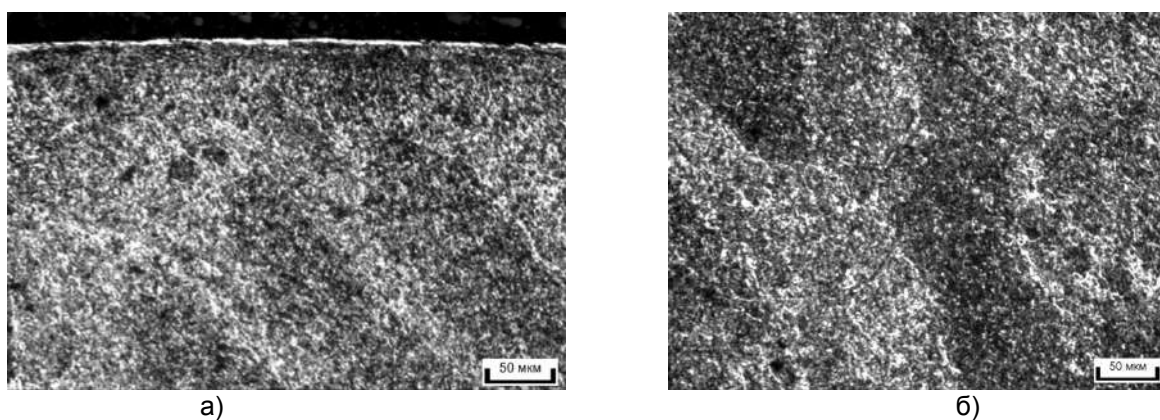
- шток из титанового сплава BT6C (импульс – 6,1 кДж, число импульсов – 5, напряжение – 5,2 кВ);
- образцы титанового сплава с маркировками № 2 (контрольный, исходный), № 3 (3 имп. x 4 кДж), № 4 (3 имп. x 6 кДж), № 5 (3 имп. x 8 кДж);

- образец дюралюмина Д16 с маркировкой № 3 (5 имп., энергия импульса - 6,1 кВт);

- образцы титанового сплава ВТ6С с маркировкой № 2 с одной (3 имп., энергия импульса - 6,1 кВт), двумя (4 имп., энергия импульса - 6,1 кВт), тремя (6 имп., энергия импульса - 6,1 кВт) засечками.

Так как оценка макроструктуры показала уменьшение балла зерна у края поверхности относительно сердцевине в образце № 5, на нем проводилось исследование микроструктуры с определением глубины воздействия магнитно-импульсной обработки. Исследование микроструктуры показало, что глубина измененного относительно сердцевины слоя у края поверхности составляет 1,5-2 мкм с микротвердостью 3000 -3100 МПа (рис. 1), возможно, это слой измененной структуры от воздействия кратковременного нагрева.

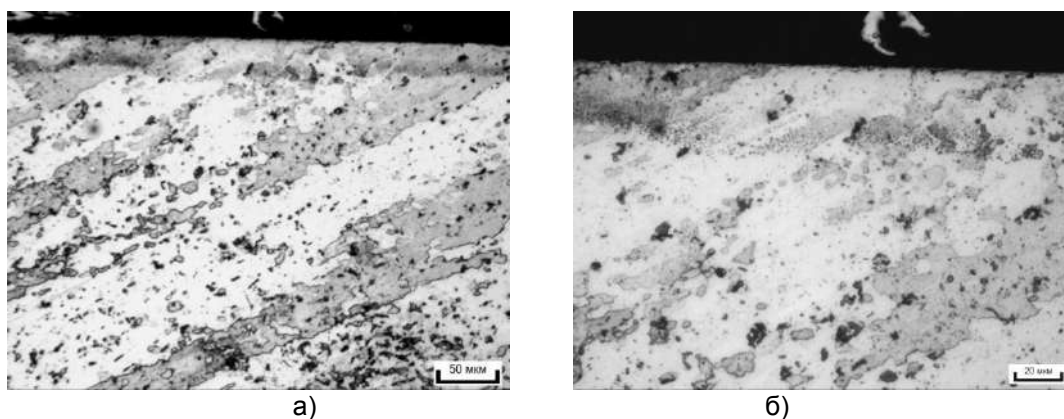
Затем наблюдается зона с незначительно измельченной структурой толщиной 10-20 мкм с микротвердостью 3600-3800 МПа, микротвердость сердцевины составляет 3500 – 3700 МПа.

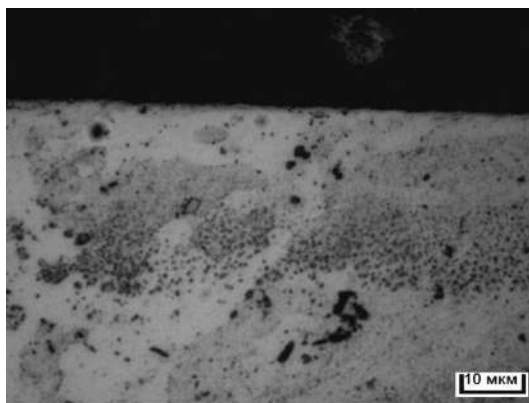


а, б) x100;

Рисунок 1 – Микроструктура образца титанового сплава с маркировкой №5 после магнитно-импульсной обработки 321ё4у края поверхности (а) и сердцевине (б)

Толщина измененного слоя у края поверхности на образце дюралюмина Д16Т с маркировкой №3 после магнитно-импульсной обработки составляет 10–20 мкм (рис. 2).





в)

а) x100; б) x200; в) x500

Рисунок 2 – Микроструктура образца дюралюмина Д16Т с маркировкой № 3 после магнитно-импульсной обработки у края поверхности

Видно, что по структуре на образце дюралюмина измененный слой у края поверхности имеет измельченную структуру. Микротвердость у края поверхности дюралюмина Д16 – 970-990 МПа, в сердцевине 900-950 МПа.

По образцам из титанового сплава ВТ6С с маркировкой № 2 с одной, двумя, тремя засечками до и после травления:

Балл макроструктуры составляет:

- с одной засечкой (3 имп.) – в сердцевине 7,8 балл; на поверхности 5, 6 балл;
- с двумя засечками (4 имп.) - в сердцевине 7,8 балл; на поверхности 5 балл;
- с тремя засечками (6 имп.) - в сердцевине 7,8 балл; на поверхности 4, 5 балл.

Анализ представленных данных показывает следующее:

По образцам из титановых сплавов:

- имеется зависимость уменьшения макробалльности с увеличением мощности импульса;
- имеется зависимость по уменьшению макробалльности с увеличением количества импульсов;
- уменьшение макробалльности образцов при использовании МИОМ;
- наличие приповерхностного слоя с измельченной микроструктурой и увеличенной микротвердостью.

По образцам из алюминиевых сплавов:

- наличие приповерхностного слоя с измельченной микроструктурой;
- увеличение микротвёрдости приповерхностного слоя;
- получается пресс-эффект, позволяющий получить дополнительное упрочнение поверхности детали.

### **Выводы**

Модифицирование поверхности деталей из титановых сплавов путем изменения МИОМ макробалльности поверхностного слоя позволит наносить качественные покрытия на детали со структурой, имеющей макробалльность от 5 и более баллов. Возможно использовать МИОМ для изменения балльности поверхностного слоя.

Возможно использование МИОМ для упрочнения приповерхностного слоя деталей из алюминиевых и титановых сплавов, что увеличит их износостойкость и ресурс.

Возможно упрочнение отдельных поверхностей.

**ПОЛУЧЕНИЕ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ МАГНИТНЫХ ПОРОШКОВ  
СОНОЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИМ МЕТОДОМ**

**Шут В.Н., Мозжаров С.Е.**

*Институт технической акустики Национальной академии наук Беларуси,  
г. Витебск, Беларусь*

*Витебский государственный технологический университет,  
г. Витебск, Беларусь, E-mail: shut@vitebsk.by*

**Введение**

В области интенсивно развивающихся направлений современных исследований большое внимание уделяется созданию новых материалов на основе ультрадисперсных и наноразмерных металлических порошков, в том числе магнитных. Изучение физических свойств ультрадисперсных магнитных частиц мотивировано потенциальной возможностью их применения для магнитной записи, в качестве катализаторов или для медицинской диагностики и лечения. В качестве магнитных частиц обычно используются редкоземельные элементы. Применяются также магнитные коллоидные жидкости, содержащие железо, кобальт и никель [1].

На сегодняшний день существует большое количество методов, позволяющих получить ультрадисперсные порошки: химические, физические, механические [2, 3]. К сожалению, стоимость обычного производства наноразмерных и ультрадисперсных материалов достаточно высока, что ограничивает их использование. Поэтому поиск простых, экономичных и экологически безопасных способов синтеза ультрадисперсных материалов остается актуальным.

Использование ультразвука при электрохимическом осаждении порошков металлов, может служить одним из возможных подходов к решению данной задачи. Аппаратно это можно реализовать, используя излучатель ультразвука в качестве катода, на который осаждается металл при электролизе. В процессе получения порошка сначала подается импульс тока на катод – в это время идет электролитическое осаждение порошка, затем следует импульс ультразвука – в это время происходит удаление порошка с катода. Метод получил название – соноэлектрохимический и широко используется для получения ультрадисперсных порошков чистых металлов и сплавов [4].

На характеристики получаемого материала оказывают влияние как режимы, присущие методу получения порошков электролизом (плотность тока, кислотность, температура и природа электролита, концентрация ионов металлов разряжающихся на катоде и т.д.), так и параметры, присущие только соноэлектрохимическому процессу (длительность импульсов тока и ультразвука, интенсивность ультразвукового импульса). Т.е. метод является очень «гибким» в плане управления свойствами материалов.

Результаты и их обсуждение. Эффективность соноэлектрохимического процесса (скорость наработки порошков) определяется, в основном, плотностью тока и концентрацией электролита. При этом чрезмерное увеличение плотности катодного тока приводит к выделению на катоде побочных элементов, и, как следствие, к снижению выхода по току. Кроме того, повышение катодной плотности вызывает повышение анодной плотности тока с возникновением «анодного эффекта», который резко снижает эффективность процесса электролиза. Поэтому плотность тока должна быть оптимальной и не превышать некоторую предельную величину [5].

При получении порошка никеля (одного из магнитных материалов) электролитическим методом рекомендуемая катодная плотность тока составляет от 100 до 300 мА/см<sup>2</sup>. Получение порошков никеля соноэлектрохимическим методом, как правило, проводится в диапазоне плотности тока до 200 мА/см<sup>2</sup> [6].

Применение ультразвука оказывает сильное влияние на протекание электрохимических процессов. В частности, позволяет существенно повысить используемые плотности тока (например, при формировании металлических покрытий в 10–20 раз) [7]. Поэтому представляет интерес исследовать возможности получения и закономерности формирования мелкодисперсных магнитных порошков и при более

высоких плотностях тока ( $\sim 1 \text{ A/cm}^2$ ), обеспечивающих повышенную эффективность процесса.

Из большого разнообразия магнитных материалов для экспериментов мы выбрали никель, для электрохимического осаждения которого разработано большое количество электролитов различного состава. Использовались два электролита – сульфатный, основным компонентом которого является  $\text{NiSO}_4 \times 7\text{H}_2\text{O}$ , и электролит Аотани (Aotani) [8], также содержащий серноокислый никель. Содержание никеля в обоих электролитах одинаковое.

Рентгеноструктурный анализ полученных порошков показал, что они состоят из чистого никеля, а дифрактограммы характеризуются интенсивной линией (111) и усилением линии (311), что, при получении покрытий из никеля, приписывается ориентации кристаллитов [211].

Для порошков никеля, полученных из серноокислого электролита, данные гранулометрического анализа, приведенные на рисунке 1, показывают увеличение размеров частиц с ростом плотности катодного тока. Так при плотности катодного тока  $0.8 \text{ A/cm}^2$  среднearифметический размер частиц равен 8.94 мкм, а при плотности тока  $0.6 \text{ A/cm}^2$  – 6.68 мкм.

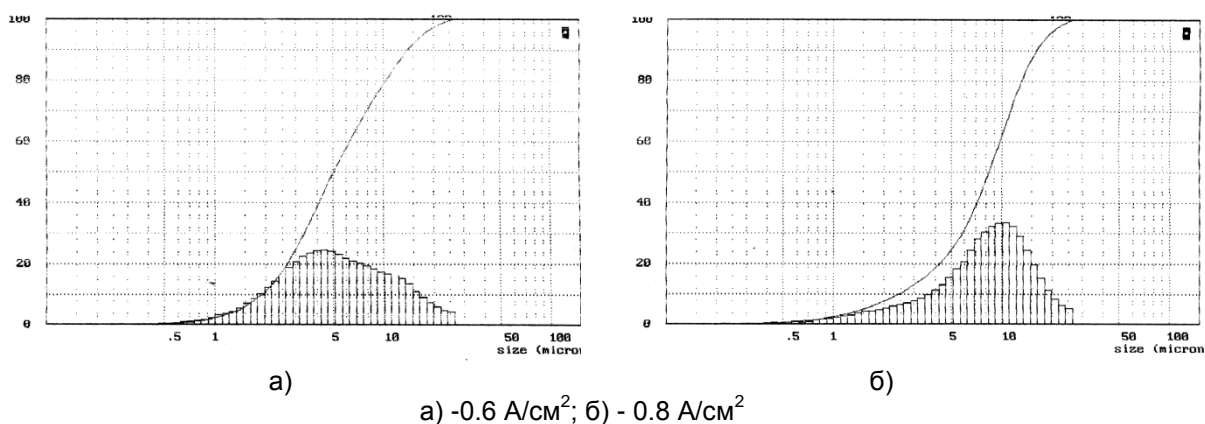


Рисунок 1 – Графики Fritsch-анализа порошков никеля, полученных из серноокислого электролита, при различных плотностях тока

Известно, что изменение плотности тока может влиять на размер частиц в двух противоположных направлениях [4]. Как правило, повышение плотности тока способствует выделению на катоде более дисперсных осадков. При большей плотности тока на единице площади катода разряжается больше ионов. В связи с этим, при фиксированной концентрации катионов в электролите скорость роста каждого из них уменьшается, и получаются более мелкие (дисперсные) осадки. В то же время, при более низких токах возможно уменьшение размера за счет уменьшения общего количества материала, выделившегося на катоде. В нашем случае, по-видимому, второй фактор играет определяющую роль.

Для порошков никеля, полученных из электролита Аотани, данные гранулометрического анализа показали, что изменение плотности катодного тока существенно не повлияло на размер получаемого порошка (рис. 2).

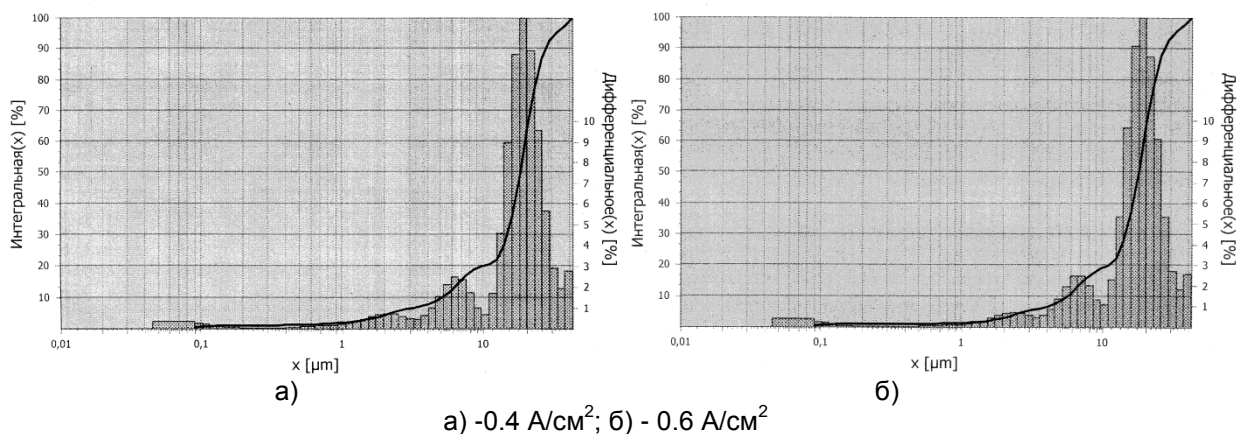


Рисунок 2 – Графики Fritsch-анализа порошков никеля, полученных из электролита Аотани, при различных плотностях тока

Этот факт потребует дальнейшего изучения, поскольку электролит Аотани интересен тем, что он может использоваться как для получения порошков чистых металлов, так и для получения порошков сплавов (Ni-Co, Fe-Co).

### Заключение

С использованием электросонохимического метода получены мелкодисперсные порошки никеля. Показано, что на дисперсность порошков оказывает влияние состав электролита и плотность катодного тока. При снижении плотности тока средний размер частиц уменьшается при использовании сернокислого электролита. Для порошков никеля, полученных из электролита Аотани, изменение плотности катодного тока практически не влияет на размер получаемого порошка.

### Список литературы:

1. Kharissova O.V., Kharisov B.I. Synthetic techniques and applications of activated nanostructured metals: highlights up to 2008//Recent Patents on Nanotechnology. - 2008. - Vol. 2, No. 2. -P.1-17.
2. Нанопорошки и методы их получения [Электронный ресурс]. Режимдоступа: <http://www.portalnano.ru/read/prop/pro/materials/functional/4cosmos/nanoporoshki> – Датадоступа: 15.06.2016.
3. Клубович В.В., Шут В.Н., Мозжаров С.Е., Трубловский В.Л. ПТКС–керамика, полученная из порошков титана бария, активированных ультразвуком// Неорганические материалы. -2013. -Т. 49, № 11. -С. 1252–1256.
4. Sáez V., Mason T.J. Sonoelectrochemical Synthesis of Nanoparticles// Molecules. - 2009. -14. -P. 4284–4299.
5. Либенсон Г.А., Лопатин Б.Ю., Комаршицкий Г.В. Процессы порошковой металлургии. Т.1. Производствометаллическихпорошков / Москва, МИСИС, 2001.-308 С.
6. Delplancke J.-L., Dille J., Reisse J., Long G. J., Mohan A., Grandjean F. Magnetic nanopowders: ultrasound–assisted electrochemical preparation and properties// Chem. Mater. -2000. -№ 12. -P . 946-955
7. Гинберг А.М., Федотова Н.Я. Ультразвук в гальванотехнике / Металлургия, 1969. -208 С.
8. Manciera V., Delplancke J.-L., Delwiche J., Hubin-Franskin M.-J., Piquer C. J.-L., Rebbouhd L., Grandjean F. Morphologic, magnetic, and Mossbauer spectral properties of Fe<sub>75</sub>Co<sub>25</sub> nanoparticles prepared by ultrasound-assisted electrochemistry// Journal of Magnetism and Magnetic Materials, №281, 2004 P. 27–35

**ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ОБЪЕМНОГО 3-0  
КОМПОЗИТА ЦТС42 – NiFe<sub>1.9</sub>Co<sub>0.02</sub>O<sub>4</sub>**

**Лалетин В.М., Шут В.Н., Сырцов С.Р., Трубловский В.Л.**  
ГНУ «Институт технической акустики НАН Беларуси»,  
г. Витебск, Беларусь, E-mail: shut@vitebsk.by

**Введение**

В последние годы сохраняется устойчивый интерес к магнитоэлектрикам – классу материалов, в которых сосуществуют магнитное и электрическое упорядочение. Взаимодействие электрической и магнитной подсистем в этих материалах проявляется в виде магнитоэлектрического (МЭ) эффекта [1, 2].

Наиболее перспективным с точки зрения практического применения являются двухфазные МЭ композиты со связностью 3-0 – вещества, состоящие из двух механически связанных друг с другом фаз: магнитострикционной и пьезоэлектрической. В качестве материалов для магнитострикционной и пьезоэлектрической фаз чаще всего используются различные ферриты и сегнетоэлектрические керамики. Кроме высоких МЭ коэффициентов, важным фактором, определяющим эффективность использования объемных композитов в различных электронных устройствах, является их высокие электрофизические характеристики. Целью данной работы является исследование электрофизических и сегнетоэлектрических характеристик объемного 3-0 композита (1-x)ЦТС42 – xNiFe<sub>1.9</sub>Co<sub>0.02</sub>O<sub>4</sub> (x=0.1–0.8) в диапазоне температур 20–200°C.

**Экспериментальная часть**

Объемные композиты были получены путем спекания смесей однофазных компонентов. Выбор модифицированного магнитомягкого феррита никеля NiFe<sub>1.9</sub>Co<sub>0.02</sub>O<sub>4</sub> в качестве магнитной составляющей композита, наряду с высокими магнитострикционными параметрами и низким коэрцитивным полем, обусловлен его повышенным удельным сопротивлением. В качестве материала для пьезоэлектрической фазы композита использовалась ЦТС42 – керамика «средней жесткости» с высокими значениями пьезокоэффициентов  $d_{13} \approx 130$  пКл/Н и температуры фазового перехода  $T=275^\circ\text{C}$ .

Образцы системы ЦТС42 – NiFe<sub>1.9</sub>Co<sub>0.02</sub>O<sub>4</sub> с содержанием феррита 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70 и 80 масс.% спекались в тиглях со свинецсодержащей засыпкой в течение двух часов при температурах 1240°C. Скорость охлаждения образцов не превышала 50°C в час. Образцы имели форму дисков диаметром 8.7–8.8 мм и толщиной 0.8–0.9 мм. Поляризацию материалов осуществляли при температуре 70–100°C в течение двух часов в электрическом поле 4 кВ/мм с последующим охлаждением в этом поле до комнатной температуры в течение полчаса.

Исследования диэлектрической проницаемости  $\epsilon$  и тангенса угла диэлектрических потерь  $\text{tg}\delta$  проводились на автоматизированной установке, созданной на базе измерителей импеданса E7-12, E7-14 и универсального LCR-моста E7-8 (на частоте 1 кГц). Определение поляризации  $P$  и величины коэрцитивного поля  $E_k$  проводилось путем исследования петель гистерезиса (схема Sawyer–Tower).

**Результаты и их обсуждение**

Результаты дифракционного анализа композитов различных составов и чистых исходных компонентов, представлены на рисунке 1. Они свидетельствуют о том, что используемая в настоящей работе технология позволяет получать двухфазные структуры: ферромагнитная фаза NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (со структурой шпинели) и сегнетоэлектрическая фаза ЦТС42 (с тетрагональной перовскитной структурой) раздельно сосуществует в композитах всех составов.



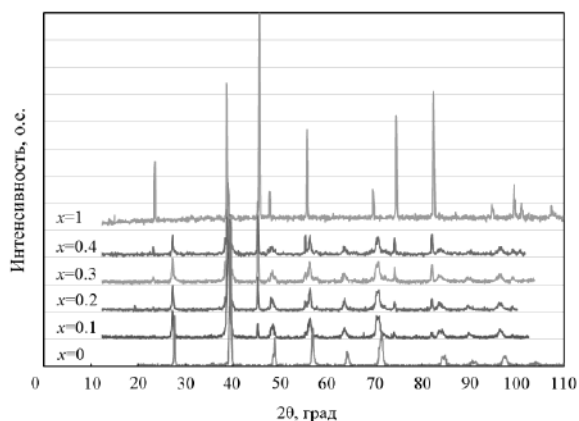


Рисунок 1 – Диффрактограммы композитов (1-x)ЦТС42 – xNiFe<sub>1.9</sub>Co<sub>0.02</sub>O<sub>4</sub>

Из диффрактограмм следует, что интенсивности пиков, соответствующих ферритной фазе, увеличиваются с ростом ее концентрации в композите. Других промежуточных или межграницных фаз в системе с помощью рентгеновского дифракционного анализа обнаружено не было. Образцы всех исследуемых составов имели достаточно высокие сопротивления ( $\rho \approx 10^9$  Ом·м), позволяющие проводить их эффективную поляризацию, необходимую для достижения высоких МЭ характеристик.

Зависимость диэлектрической проницаемости  $\epsilon$  при комнатной температуре (20°C) от содержания ферритовой фазы в композите приведена на рисунке 2. Она имеет характерный для композиционной системы сегнетоэлектрик – феррит вид: проницаемость уменьшается с ростом феррита от  $\epsilon \approx 420$  при  $x=0.1$  до  $\epsilon \approx 60$  при  $x=0.6$ .

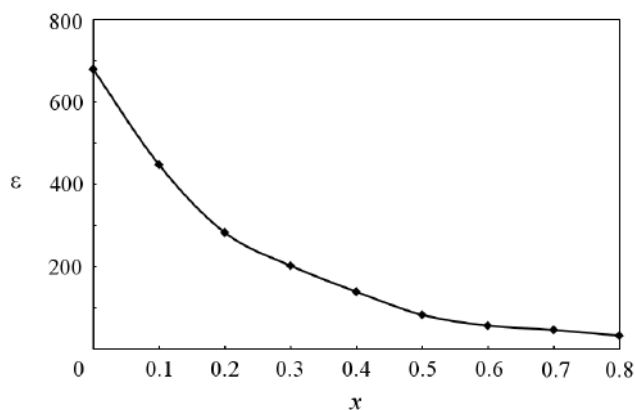


Рисунок 2 – Зависимость диэлектрической проницаемости  $\epsilon$  от с от содержания ферритовой фазы (при 20°C)

Температурная зависимость тангенса угла диэлектрических потерь  $\text{tg}\delta$  композитов различных составов в диапазоне температур 20–200°C представлена на рисунке 3. В практически важном температурном диапазоне 20–100°C в композитах с магнитной фазой менее 40 масс.% потери находятся на удовлетворительно низком уровне –  $\text{tg}\delta \leq 0.05$ . Существенный рост потерь в композитах с концентрацией низкоомной ферритовой фазы свыше 50 масс.% объясняется более высокими потерями в ней и проявлением перколяционного эффекта.

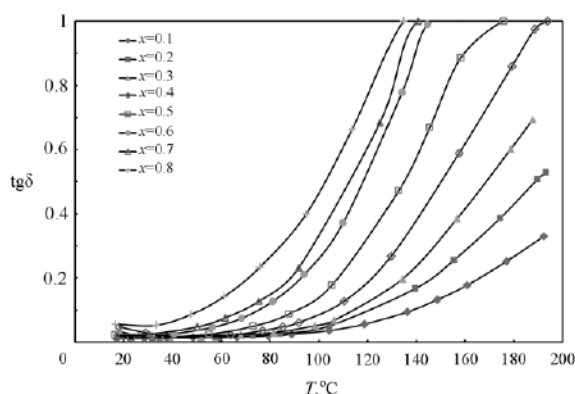


Рисунок 3 – Температурная зависимость диэлектрических потерь  $\text{tg}\delta$  композитов

Изменение сегнетоэлектрических свойств композита по мере увеличения в нем концентрации несегнетоактивной фазы феррита определялось с помощью исследования характеристик петель гистерезиса (рис. 4).

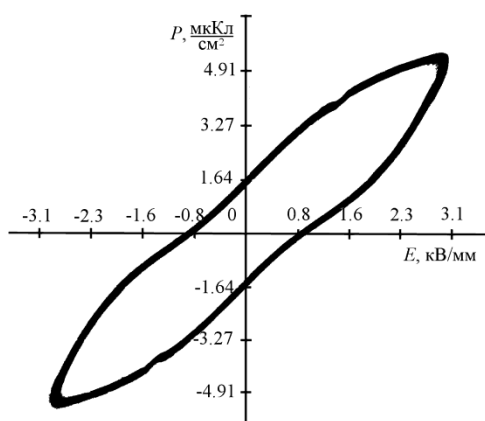


Рисунок 4 – Петля гистерезиса для композита  $0.9\text{ЦТС}42 - 0.1\text{NiFe}_{1.9}\text{Co}_{0.02}\text{O}_4$  ( $20^\circ\text{C}$ ,  $f=50$  Гц)

При возрастании концентрации  $\text{NiFe}_{1.9}\text{Co}_{0.02}\text{O}_4$  величина остаточной поляризации  $P_r$  уменьшается от  $1.64$  мкКл/см<sup>2</sup> при  $x=0.1$  до  $0.03$  мкКл/см<sup>2</sup> при  $x=0.8$  (рис. 5), коэрцитивное поле  $E_c$  уменьшается с  $0.85$  кВ/мм до  $0.44$  кВ/мм соответственно.

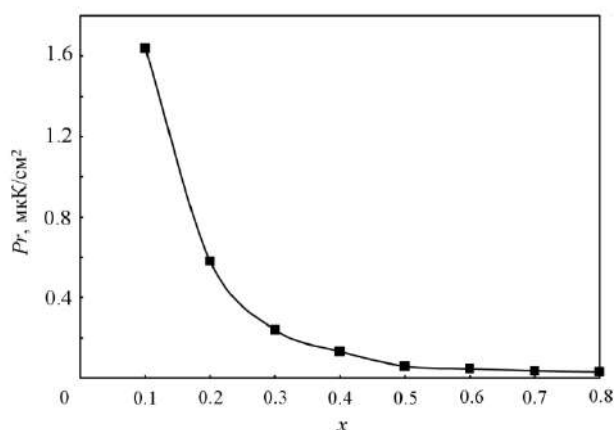


Рисунок 5 – Зависимость остаточной поляризации  $P_r$  от содержания ферритовой фазы ( $20^\circ\text{C}$ )

Изготовленные образцы обладают высокими МЭ характеристиками. Полевая зависимость МЭ коэффициента по напряжению для образца состава ЦТС42 – 40 масс.%,  $\text{NiFe}_{1.9}\text{Co}_{0.02}\text{O}_4$  – 60 масс.%, демонстрирующего максимальный МЭ сигнал при продольном и поперечном эффектах, представлена на рисунке 6.

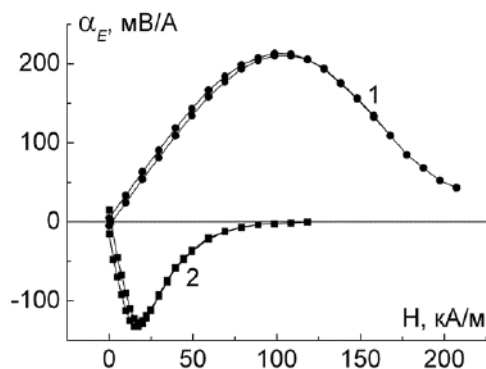


Рисунок 6 – Полевая зависимость продольного (1) и поперечного (2) МЭ коэффициентов (на частоте 1 кГц) для композита 0.4ЦТС42 – 0.6NiFe<sub>1,9</sub>Co<sub>0,02</sub>O<sub>4</sub>

В случае продольного эффекта (кривая 1), МЭ коэффициент по напряжению достигает максимальной величины 213 мВ/А в магнитном поле, равном 100 кА/м. В случае поперечного эффекта (кривая 2) коэффициент по напряжению принимает максимальное значение 133 мВ/А при 16 кА/м. Магнитоэлектрический сигнал на резонансной частоте 380 кГц в композите данного состава превышает низкочастотный на три порядка и достигает 130 В/А. Полевые зависимости МЭ коэффициентов, полученные для образцов других составов, имеют аналогичный вид, отличающийся величиной сигнала и значением подмагничивающего поля [3].

### Заключение

По керамической технологии изготовлены объемные композиты (1-x)ЦТС42 – xNiFe<sub>1,9</sub>Co<sub>0,02</sub>O<sub>4</sub> (x=0.1–0.8) со связностью 3-0. С помощью рентгеноструктурного анализа подтверждено, что используемая технология позволяет получать двухфазные структуры, состоящие из ферромагнитной фазы NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (со структурой шпинели) и сегнетоэлектрической фазы ЦТС42 (с тетрагональной перовскитной структурой).

Изменением содержания NiFe<sub>1,9</sub>Co<sub>0,02</sub>O<sub>4</sub> в системе можно регулировать ее электрофизические и сегнетоэлектрические свойства. Полученные образцы демонстрируют высокие МЭ характеристики – коэффициент по напряжению для x=0.6 составляет 213 мВ/А на частоте 1 кГц и 130 В/А на резонансной частоте, равной 380 кГц.

### Список литературы:

1. Recent Progress in Multiferroic Magnetoelectric Composites: from Bulk to Thin Films / J. Ma [et al.] // *Adv. Mater.* – 2011. – Vol. 23, № 9. – P. 1062–1087.
2. Mitoseriu, L. Intrinsic/extrinsic interplay contributions to the functional properties of ferroelectric-magnetic composites / L. Mitoseriu, V. Buscaglia // *Phase Transitions.* – 2006. – Vol. 79, № 12. – P. 1095–1121.
3. Лалетин, В.М. Магнитоэлектрические свойства композиционной керамики цирконат-титанат свинца – феррит никеля / В.М. Лалетин // *Материалы, технологии, инструменты.* – 2014. – Т. 19, №4. – С. 56–60.

**ПРИМЕНЕНИЕ МАГНИТО-ИМПУЛЬСНОЙ ОБРАБОТКИ ДЛЯ УЛУЧШЕНИЯ ШЕРОХОВАТОСТИ ПОВЕРХНОСТИ ДЕТАЛЕЙ ИЗ ТИТАНОВЫХ И АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ**

<sup>1</sup>Юркевич С.Н., <sup>1</sup>Люцкевич А.И., <sup>2</sup>Константинов В.М., <sup>2</sup>Юркевич К.С.

<sup>1</sup>ОАО «558 Авиационный ремонтный завод»,

г. Барановичи, Беларусь, E-mail: yurkevi4@yandex.by

<sup>2</sup>УО «Белорусский национальный технический университет», г. Минск, Беларусь

В работе рассматривается изменение шероховатости поверхностного слоя деталей из титановых и алюминиевых сплавов, стали 30ХГСА.

Шероховатость, уплотнение поверхностного слоя.

Магнито-импульсная обработка материалов (МИОМ) достаточно известна. Применяется для упрочнения инструмента из быстрорежущих сталей, штамповки деталей из материалов с высокой электропроводностью (меди и её сплавов, алюминиевых сплавов и т.д.). В данной работе рассмотрим применение МИОМ с целью улучшения шероховатости поверхности деталей из титановых и алюминиевых сплавов.

Детали из титановых сплавов широко применяются в авиационной технике. При сравнимой прочности они гораздо легче стальных деталей, однако уступают стальным деталям по износостойкости. Детали из алюминиевых сплавов также широко используются в авиатехнике из-за своего малого веса. Прочность их уступает прочности стальных деталей и деталей из титановых сплавов. На деталях из титановых и алюминиевых сплавов часто требуется чистота поверхности порядка Ra 0,8-0,6. Получить данные параметры возможно методом шлифования, однако при шлифовании деталей из титановых сплавов возможны прижоги, а при шлифовании деталей из алюминиевых сплавов происходит быстрое засаливание шлифовального круга.

Рассмотрим возможности МИОМ по получению необходимых свойств поверхностей деталей из титановых и алюминиевых сплавов для решения поставленной задачи: получения необходимой шероховатости поверхности.

При различных режимах была проведена магнито-импульсная обработка образцов из титановых и алюминиевых сплавов, сталей. Режимы и материал образцов представлены в таблице 1.



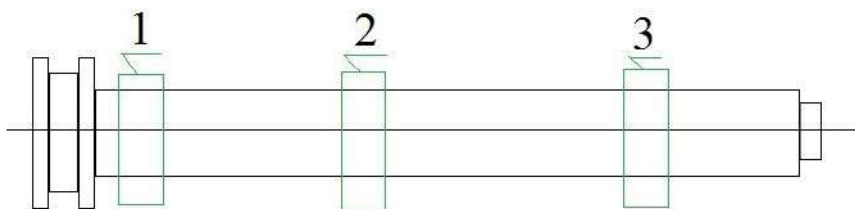
Рисунок 1 – Образец (11Э)



Рисунок 2 – Образцы из сплавов Д16Т, Д16

Таблица 1 – Режимы магнито-импульсной обработки образцов

№ п/п	Материал	Маркировка	Режим обработки	Балл макроструктуры (в месте контроля)
1	BT6C	Контрольный (11Э)	Без обработки	6 с элементами 7-го
	BT6C	Контрольный (11Э) после МИО	Энергия – 6,1 кДж; напряжение – 5,2 кВ; число импульсов – 7.	4
2	Д16Т	1	Энергия – 6,1 кДж; напряжение – 5,2 кВ; число импульсов – 5.	
3	Д16	2	число импульсов – 9.	
4	30ХГСА	3	Энергия – 6,1 кДж; напряжение – 5,2 кВ; число импульсов – 5.	



Места измерения

Рисунок 3 – Схема измерения

Таблица 2 – Изменение шероховатости на обработанных образцах Ra (мкм):

Номер образца	Измерение в зоне 1	Измерение в зоне 2	Измерение в зоне 3
Материал – титановый сплав BT6C			
11Э до МИО	1,2	1,1	1,6
11Э после МИО 7 имп.	0,8-0,9	0,9	0,8-0,9

Продолжение таблицы 2

Материал – сталь 30ХГСА (исходная шероховатость 6,3)			
Образец 3 (1 риска) 5 имп.	3,0	2,0	-
Материал – алюминиевый сплав Д16Т и Д16 (исходная шероховатость 3,2)			
Образец 1 (1 риска) 5 имп.	1,1	0,86	-
Образец 2, 9 имп.	1,4	0,9	0,9

#### **Анализ полученных результатов**

После обработки МИО по титановым сплавам получено уменьшение шероховатости с Ra1,6 до Ra0,8, по алюминиевым сплавам уменьшение шероховатости с Ra3,2 до Ra0,9- Ra1,4, по стали уменьшение шероховатости с Ra6,3 до Ra2,0-Ra3,0. Независимо от марки материала с удалением от края индуктора улучшается шероховатость. Вероятно, это связано с распределением напряженности магнитного поля в индукторе.

Получение шероховатости Ra0,8 и Ra0,9 на титановых и алюминиевых сплавах после МИО показывает возможность использования МИО на этих сплавах вместо шлифования. На титановых сплавах это дает возможность исключить прижоги и улучшить макроструктуру, на алюминиевых сплавах – избежать засаливания шлифовальных кругов.

Улучшение шероховатости связано с уплотнением поверхностного слоя металлов при воздействии магнитного импульса. Уплотнение поверхностного слоя приводит к увеличению коррозионной стойкости металлов. Обычно коррозионные поражения гораздо сильнее.



Рисунок 4 – Внешний вид образцов из стали 30ХГСА после годовой выдержки на воздухе, при T=23-25 С

#### **Выводы.**

1. Применение МИО значительно улучшает шероховатость поверхности обрабатываемой детали.
2. Возможно применение МИО при обработке деталей из титановых и алюминиевых сплавов вместо операции шлифования.
3. Возможно применение МИО для увеличения коррозионной стойкости деталей.

**ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ РАЗЛИЧНЫХ ДОБАВОК ДЛЯ СПЕКАНИЯ КЕРАМИКИ  
НА ОСНОВЕ МИКРОПОРОШКОВ КОРУНДА**

**Подболотов К.Б., Волочко А.Т., Гусаров С.В.**  
*Физико-технический институт НАН Беларуси,  
г. Минск, Беларусь, E-mail: kirilbor@gmail.com*

Для получения высокоплотных спеченных материалов на основе корунда необходимо применять или высокие температуры спекания (до 1750 °С), или использовать различные добавки, позволяющие активировать процесс спекания и снижать за счет этого температуру и изотермическую выдержку [1-3].

В исходном порошке оксида алюминия (технический глинозем или электроплавленный корунд) обычно имеются примеси в количестве до 1,0 %. Такое количество примесей не вызывает образования заметного количества жидкой фазы, и  $Al_2O_3$  спекается в твердой фазе путем диффузии. Однако, если в исходную шихту ввести некоторое количество добавок некоторых соединений, то температуру спекания можно снизить на 150-200 °С и более. Среди добавок, заметно влияющих на спекание оксида алюминия, необходимо отметить  $TiO_2$ ,  $MnO_2$ ,  $Fe_2O_3$ ,  $MgO$ ,  $ZrO_2$ ,  $SiO_2$ ,  $Cr_2O_3$  и различные стеклообразующие добавки, представляющие собой щелочно-земельное алюмосиликатное стекло самого различного состава [1].

Наиболее эффективно действуют добавки  $TiO_2$  и  $MnO_2$  в небольших количествах 0,5-1,5 %, образуя твердый раствор и снижая температуру спекания корунда до 1500-1550 °С. Однако одновременно идет процесс интенсивной кристаллизации, который приводит к увеличению термостойкости при снижении механической прочности. Сдерживают рост кристаллов добавки  $MgO$  и  $ZrO_2$ . Мелкокристаллическая структура корундовой керамики улучшает ее твердость и прочностные свойства, что перспективно для изготовления износостойкой керамики. Кроме того применяют стеклообразующие добавки, но в уже в больших количествах (5-7 %), способных образовать заметное количество жидкой фазы (до 10-15 %). Такие стеклообразующие добавки (стекла различных составов) обычно не только понижают температуру спекания, но также одновременно вызывают сокращение роста кристаллов и уменьшение внутрикристаллической пористости. В некоторых случаях в стекла или прессшихту дополнительно вводят добавки  $Cr_2O_3$ ,  $MnO_2$  и других оксидов.

Из литературы [1-6] известно, что эффективной и часто применяющейся добавкой к  $Al_2O_3$  является  $TiO_2$ . Введение 1-2 %  $TiO_2$  снижает температуру обжига на 150-200 °С. Это подтверждено и нашими экспериментальными данными.

Согласно литературным данным [2] спекающее действие  $TiO_2$  проявляется уже при температуре ниже 1200 °С, т.е. на начальной стадии спекания в период образования контактов, и зависит от дисперсности зерен  $Al_2O_3$ . Если они ~ 1 мкм и менее, то введение  $TiO_2$  в решетку корунда приводит к образованию контактов по механизму объемной диффузии вакансий. При дисперсности > 2 мкм, независимо от количества добавляемой  $TiO_2$ , контакты образуются за счет поверхностной диффузии. При промежуточных размерах зерен реализуются оба механизма. В связи с этим в качестве основы теплопроводного материала нами выбран корунд марки М1 (дисперсность ~ 1 мкм), а не глинозем марки ГН (дисперсность ~ 3-5 мкм).

В данной работе исследовано влияние ряда добавок оксидных соединения типов  $RO$ ,  $R_2O_3$ ,  $RO_2$ ,  $R_2O_5$ ,  $RO_3$ , а также фторидов кальция и алюминия на плотность и пористость корундовой керамики при различной температуре спекания. На прочностные свойства керамики существенно влияют ее микроструктура и пористость. С повышением пористости все прочностные характеристики керамики снижаются вследствие концентрации напряжений вокруг пор и уменьшения контактной поверхности соприкосновения отдельных зерен. Поскольку между прочностью и плотностью керамических образцов имеется определенная корреляция, в качестве критерия качества полученных образцов была принята их плотность.

В качестве исходных материалов использовался порошок корунда марки М1 и добавки  $MnO_2$ ,  $TiO_2$ ,  $CeO_2$ ,  $SnO_2$ ,  $SiO_2$ ,  $ZnO$ ,  $CuO$ ,  $Y_2O_3$ ,  $H_3BO_3$ ,  $Fe_2O_3$ ,  $Cr_2O_3$ ,  $Nb_2O_5$ ,  $H_3PO_4$ ,  $MoO_3$ ,  $WO_3$ ,  $AlF_3$ ,  $CaF_2$ . Все добавки вводились в количестве 2,5 %, за

исключением  $H_3BO_3$  и  $H_3PO_4$ , которые вводились в количестве, обеспечивающем содержание соответствующих оксидов 2,5 %.

Смешивание порошка корунда с добавками проводили мокрым помолотом в планетарной мельнице RETSCH PM-100 в течение 20 мин при 300 об/мин. Полученный шликер сушился при 120 °С, затем в сухую шихту вводился 10 % водный раствор ПВА, из расчета 10 %. Пресс-порошок вручную смешивался в керамической ступке до состояния однородности, т.е. отсутствия комков и затем протирался через сита с ячейкой 0,5 мм.

Образцы изготавливали методом полусухого прессования. Прессование осуществляли на гидравлическом прессе при давлении 80 МПа.

Спрессованные образцы, после предварительной сушки при температуре 120 °С в течение 8 часов, были подвержены высокотемпературной обработке в электропечи SNOL 8/1600 по заданному температурно-временному режиму, с выдержкой при температурах 1450 и 1550 °С.

Экспериментальные данные по исследованию влияния температуры спекания и типа добавки на плотность и пористость спеченных образцов на основе оксида алюминия, спрессованных статическим методом, приведены на рисунках 1-2.

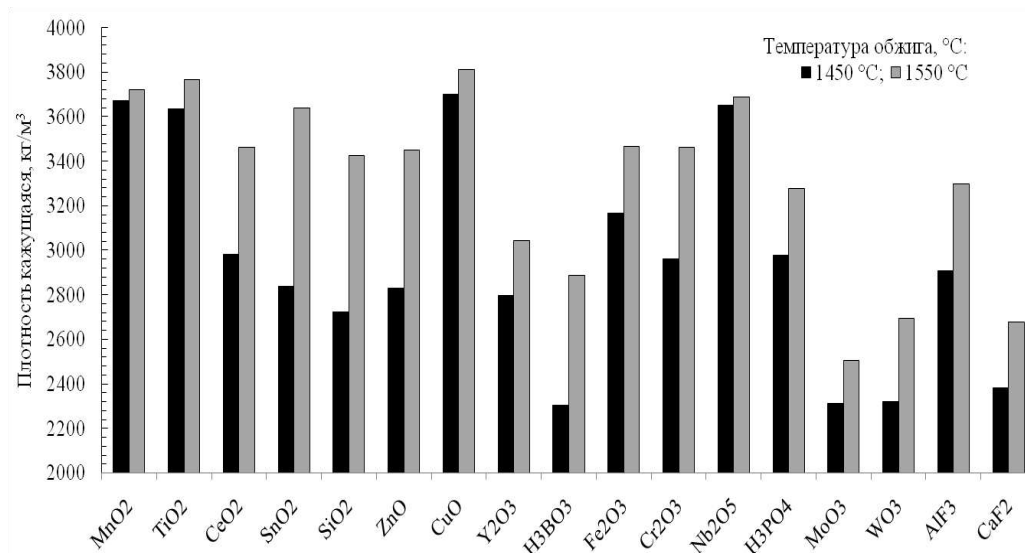


Рисунок 1– Зависимость плотности спеченных образцов от добавки и температуры спекания

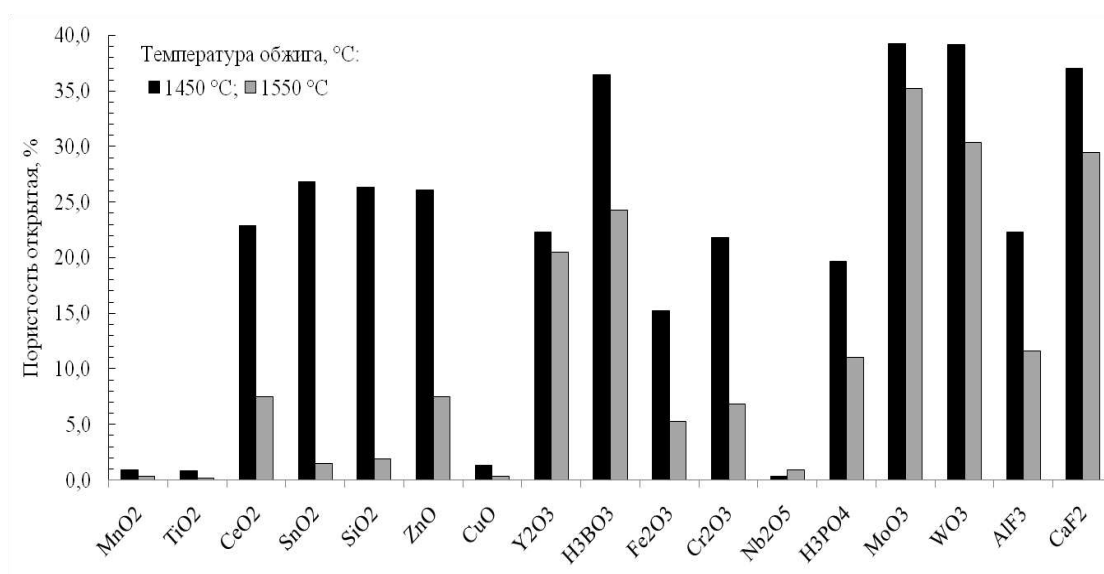


Рисунок 2 – Зависимость пористости (б) спеченных образцов от добавки и температуры спекания



Анализ рисунков 1-2 показывает, что плотность экспериментальных образцов, спеченных из оксида алюминия марки М1 со всеми добавками с ростом температуры спекания до 1550 °С возрастает. Пористость образца с добавкой Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> с повышением температуры от 1450 до 1550 °С незначительно увеличивается. Вероятно, это обусловлено процессами интенсивной рекристаллизации полученного материала при температуре спекания 1550 °С. Максимальной плотностью характеризуются образцы, полученные с добавкой CuO, что, видимо, связано с жидкофазным механизмом спекания при формировании достаточного количества жидкой фазы в системе CuO-Cu<sub>2</sub>O-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. В результате проведенных исследований показано, что оптимальными характеристиками, минимальной пористостью и максимальной плотностью, обладают образцы с добавками MnO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>, CuO и Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> с температурами спекания 1450–1550 °С.

**Список литературы:**

1. Балкевич, В.Л. Техническая керамика /В.Л.Балкевич // Стройиздат.- М.: 1984. - 256 с.
2. Лукин, Е.С. Особенности выбора добавок в технологии корундовой керамики с пониженной температурой спекания / Е.С. Лукин, Н.А. Макаров // Огнеупоры и техническая керамика. - 1999.- №9. - С. 10-12.
3. Лукин, Е.С. Прочная корундовая керамика с пониженной температурой спекания / Е.С. Лукин [и др.]/Огнеупоры и техническая керамика. - 1996. - №10. - С. 2-5.
4. Смирнов, В.В. Структура и прочность корундовой керамики с добавками, содержащими компоненты с низким поверхностным натяжением. / В.В.Смирнов, Н.Т. Андрианов, Е.С.Лукин // Огнеупоры. - 1994. - №11. - С. 14-18.
5. Шевченко, В.Я. Техническая керамика / В.Я.Шевченко, С.М. Баринов. – М.: Наука, 1993. – 187 с.
6. Шевченко, В.Я. Введение в техническую керамику / В.Я.Шевченко. – М.: Наука, 1993. – 112 с.

**СТРУКТУРА И СВОЙСТВА  $MnNi_{1-x}Fe_xGe$  В ОБЛАСТИ СОСТАВОВ  $0.10 \leq x \leq 0.25$**

<sup>1</sup>Вальков В.И., <sup>1</sup>Головчан А.В., <sup>2</sup>Митюк В.И., <sup>3</sup>Ткаченко Т.М.

<sup>1</sup>ГУ «Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина», г. Донецк, Украина

<sup>2</sup>ГО «НПЦ НАН Беларуси по материаловедению», г. Минск, Беларусь.

<sup>3</sup>БГАТУ, г. Минск, Беларусь.

Известно, что в полугейслеровых сплавах  $MnNi_{1-x}Fe_xGe$  имеют место магнитокалорические и магнитострикционные эффекты, природа которых кроется в многообразии магнитных фаз, структурных и магнитоструктурных фазовых переходов [1-4]. Однако электронная структура четырехкомпонентной системы  $MnNiFeGe$  в зависимости от содержания и распределения 3d компонент, заполнения 3d зон  $MnNi_{1-x}Fe_xGe$  мало изучена.

В работе проведено исследование структуры, магнитных и мессбауэровских свойств системы твердых растворов  $MnNi_{1-x}Fe_xGe$  в области составов  $0.10 \leq x \leq 0.25$  с целью получения информации, полезной для выяснения механизмов формирования магнитоструктурных фаз и их роли в возникновении гигантской магнитострикции.

Образцы  $MnNi_{1-x}Fe_xGe$ ,  $x=0.10$ ;  $0.15$ ;  $0.20$  и  $0.25$  получены из расплава гомогенных смесей порошков чистотой не ниже 99,99% в атмосфере аргона с последующей закалкой на колесо, вращающееся с линейной скоростью  $20 \text{ мм} \cdot \text{с}^{-1}$ . Часть полученных образцов каждого состава затем отжигали при температуре  $T=850^\circ\text{C}$  в течение 6 часов.

Рентгенографический фазовый анализ показал, что все полученные твердые растворы кристаллизовались в гексагональную структуру типа  $Ni_2In$ . Измерения удельных намагниченностей твердых растворов  $MnNi_{1-x}Fe_xGe$ ,  $0.10 \leq x \leq 0.25$ , проведены по методу Фарадея в поле  $0.86 \text{ Тл}$  и интервале температур  $77\text{K} \leq T \leq 500\text{K}$ , температуры Кюри определены экстраполяцией линейной части кривой температурной зависимости квадрата удельной намагниченности к оси температур. Мессбауэровские исследования проведены в геометрии прохождения, режиме постоянных ускорений и с использованием источника резонансного излучения  $^{57}\text{Fe}/\text{Rh}$ , ширина линии которого  $0.11 \text{ мм/с}$ . Температуры поглотителя -  $77\text{K}$  и  $293\text{K}$ , полученные спектры представлены на рисунке 1.

По характеру температурной зависимости удельной намагниченности, образцы всех изученных составов  $MnNi_{1-x}Fe_xGe$ ,  $0.10 \leq x \leq 0.25$ , относятся к ферромагнетикам. Переходов типа антиферромагнетик–ферромагнетик не обнаружено, какой–либо значительной зависимости магнитных свойств от способа термообработки сплавов также не выявлено. Данные мессбауэровских измерений помогают уточнить картину распределения атомов металлов по подрешеткам. При  $T=293\text{K}$  твердые растворы магнитных свойств не имеют, их спектры представляют собой квадрупольно расщепленные линии. Каждый мессбауэровский спектр описывается двумя подспектрами в виде квадрупольных дублетов, каждый дублет соответствует атомам железа в одной из двух возможных кристаллографических позиций –  $\text{MeI}$  или  $\text{MeII}$ . По соотношению интегральных интенсивностей соответствующих подспектров, то есть по относительному вкладу площадей подспектров в общий спектр можно оценить соотношение количества атомов железа в двух металлических подрешетках. Совокупность полученных магнитометрических и мессбауэровских данных свидетельствует о том, что в  $MnNi_{1-x}Fe_xGe$ , при содержании железа  $x=0.10 \div 0.15$  атомы железа статистически распределены по обеим структурным подрешеткам  $\text{MeI}$  и  $\text{MeII}$ . С ростом содержания железа  $x > 0.15$  в подрешетке  $\text{MeII}$  содержание железа остается практически постоянным, а железо сверх этой концентрации замещает только марганец в позициях  $\text{MeI}$ .

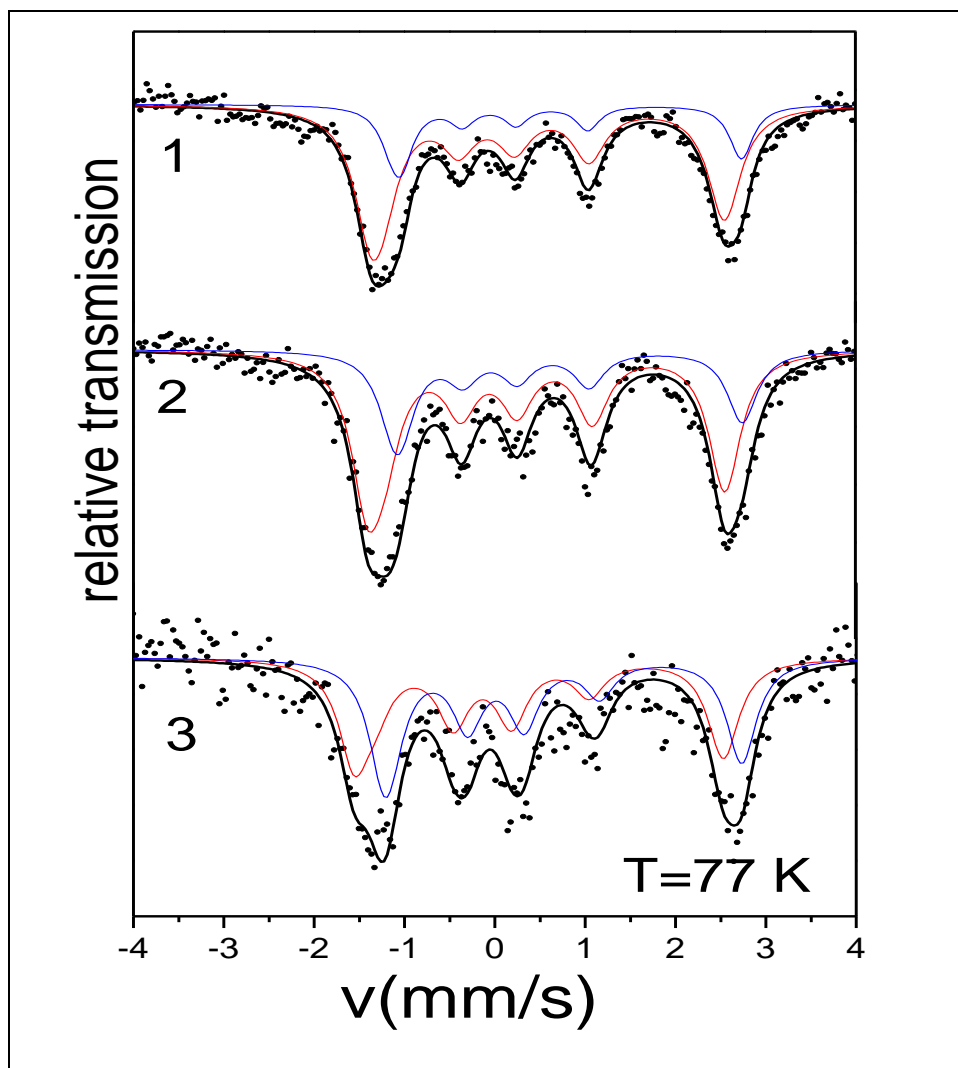


Рисунок 1 –Мессбауэровские спектры образцов  $\text{MnNi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{Ge}$ , снятые при температуре жидкого азота:

- 1 –  $\text{MnNi}_{0.75}\text{Fe}_{0.25}\text{Ge}$  (quenched+annealed)
- 2 –  $\text{MnNi}_{0.75}\text{Fe}_{0.25}\text{Ge}$  (quenched),
- 3 –  $\text{MnNi}_{0.85}\text{Fe}_{0.15}\text{Ge}$  (quenched),

Мессбауэровские спектры твердых растворов при температуре жидкого азота представляют собой магнитно-расщепленные линии, что соответствует магнитному состоянию растворов. Спектры обсчитывались в модели двух секстетов с близкими величинами сверхтонких магнитных полей, в спектре каждого состава поля различаются не более, чем на 0.5 Тл. При обсчете исходили из предположения, что атомы железа, находящиеся в двух различных структурных неэквивалентных позициях орторомбической структуры, которой характеризуется  $\text{MnNi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{Ge}$  при  $T=77\text{K}$ , дают соответствующие подспектры в общий спектр. Ширина линий в шестерках превышает естественную ширину, что можно объяснить неидеальностью кристаллической структуры образца. В результате градиент электрического поля ориентирован относительно направления намагниченности не единственным образом, что и ведет к уширению линии в секстетках. Различия в термообработке образца одного состава слабо влияют на величины сверхтонких полей на ядрах Fe (показано на примере образца состава  $\text{MnNi}_{0.75}\text{Fe}_{0.25}\text{Ge}$ ).

На примере образца состава  $\text{MnNi}_{0.85}\text{Fe}_{0.15}\text{Ge}$  при комнатной температуре (в немагнитной гексагональной фазе) был проведен расчет разности энергий  $\Delta E_{\text{NM,hex}}$  различных вариантов замещения атомами железа атомов марганца либо никеля. Согласно результатам расчетов железо практически равновероятно распределено по позициям Ni и Mn.

$$\begin{aligned} \Delta E_{\text{NM,hex}} &= E[(\text{Mn}_{0.99}\text{Fe}_{0.01})_{2a}(\text{Ni}_{0.85}\text{Fe}_{0.14}\text{Mn}_{0.01})_{2c}\text{Ge}] - \\ & E[(\text{Mn}_{0.86}\text{Fe}_{0.14})_{2a}(\text{Ni}_{0.85}\text{Fe}_{0.01}\text{Mn}_{0.14})_{2c}\text{Ge}] = \\ & = -132 \text{ K/f.u. (Kelvin per formula unit)}. \end{aligned}$$

В то же время, расчет разности энергий подтверждается экспериментальными данными. Отношение площадей двух пиков в составе мессбауэровского спектра образца  $\text{MnNi}_{0.85}\text{Fe}_{0.15}\text{Ge}$  составляет  $C_2/C_1 = 0.521/0.479 = 1.09$ . Это неравновесное распределение, поэтому при отжиге образца происходит перераспределение атомов железа по кристаллоструктурным позициям. В отожженном образце соотношение площадей пиков становится  $C_2/C_1 = 0.397/0.603 = 0.66$ .

Разность энергий между этими конфигурациями атомов в гексагональном ферромагнитном состоянии возрастает до  $\Delta E_{\text{FM,hex}} = -623 \text{ K/f.u.}$ , и в орторомбической фазе – до  $\Delta E_{\text{FM,orth}} = -846 \text{ K/f.u.}$  Поэтому закалка может заморозить «неравновесное» распределение атомов железа Fe по подрешеткам Ni и Mn, а также заморозить и часть «неравновесности» в орторомбической фазе. Сравнение рассчитанных сверхтонких магнитных полей с экспериментальными значениями (12.7 и 12.3 Тл) показывает, что наилучшее согласие с экспериментальными данными наблюдается, когда атомы железа находятся в подрешетке Mn в орторомбической ферромагнитной фазе. В этом случае  $H_{\text{hf},2a}^{\text{VWN}} = 13.5 \text{ Тл}$  и  $H_{\text{hf},2c}^{\text{VWN}} = 20.5 \text{ Тл}$ .

Сплавы  $\text{MnNi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{Ge}$ ,  $0.10 \leq x \leq 0.25$  при  $T=290\text{K}$  являются однофазными твердыми растворами с гексагональной структурой типа  $\text{Ni}_2\text{In}$ . В области температур от 70K до температур магнитного фазового перехода  $T_C$  (незначительно ниже комнатной) изученные сплавы представляют собой ферромагнетики. Магнитные характеристики закаленных и отожженных  $\text{MnNi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{Ge}$  при  $0.10 < x \leq 0.25$  от характера термообработки практически не зависят.

В твердых растворах  $\text{MnNi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{Ge}$ ,  $0.10 \leq x \leq 0.15$ , при  $x \sim 0.10-0.15$  железо статистически распределяется по двум типам структурно неэквивалентных позиций MeI и MeII. При наращивании содержания  $x > 0.15$ , железо замещает марганец в позициях MeI. Никель в позициях MeII железом не замещается.

#### **Список литературы:**

1. Ekkehard Hubertus Brück, Ojiyed Tegusi, Frank Roelof De Boer. Material for magnetic refrigeration preparation and application. US Patent 7069729 B2 (2004)
2. E. Liu, W. Wang, L. Feng et al. *Nature Communications*, 3 (2012) 873. DOI: 10.1038/ncomms1868
3. L. Chen, F.X. Hu, J. Wang, et al. *Appl. Phys. Lett.* 101, 012401 (2012); <http://dx.doi.org/10.1063/1.4732525>. [4]. S. C. Ma, H. C. Xuan, C. L. Zhang et al. *Appl. Phys. Lett.* 97, 052506 (2010); <http://dx.doi.org/10.1063/1.3476351>
4. S. C. Ma, H. C. Xuan, C. L. Zhang et al. *Appl. Phys. Lett.* 97, 052506 (2010); <http://dx.doi.org/10.1063/1.3476351>

**СТРУКТУРНЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ И МЕХАНИЧЕСКОЕ ПОВЕДЕНИЕ  
НАНОЛАМИНАТОВ НА ОСНОВЕ Cu-Nb ПОСЛЕ МЕГАПЛАСТИЧЕСКОЙ  
(ИНТЕНСИВНОЙ) ДЕФОРМАЦИИ**

<sup>1,2</sup>Глезер А.М., <sup>3</sup>Карпов М.И., <sup>2</sup>Пермякова И.Е., <sup>1</sup>Штанский Д.В.,  
<sup>1</sup>Горшенков М.В., <sup>1</sup>Щетинин И.В.

<sup>1</sup>НИТУ «МИСус», г. Москва, Россия, E-mail: a.glezer@mail.ru

<sup>2</sup> ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина», г. Москва, Россия, E-mail: inga\_perm@mail.ru

<sup>3</sup>ИФТТ РАН, г. Черноголовка, Россия

**Введение**

Металлические многослойные композиты с наноразмерной толщиной слоев - наноламинаты, являются типичными представителями наноструктурных материалов. Композиты Cu-Nb состоят из металлов, взаимная растворимость которых близка к нулю. В сочетании с высокой пластичностью это свойство делает их идеальной парой для получения наноламината. Кроме того, такой наноламинат представляет интерес как объект с интересными физическими свойствами: высокая электропроводность меди, сверхпроводимость ниобия [1].

Возникла идея подвергнуть наноламинаты системы Cu-Nb, мегапластической деформации (МПД) в камере Бриджмена. Как известно, большие деформации позволяют реализовывать новые структурные состояния и уникальные свойства в материалах, недоступные для классических методов механических испытаний. Целью настоящей работы является детальное изучение структурных превращений и изменения механических характеристик (в частности микротвердости в трех измерениях) в зависимости от степени деформации, которая осуществлялась в условиях кручения при высоком квазигидростатическом давлении.

**Методика**

Композиты Cu-Nb получали путем проведения многократной пакетной прокатки – последовательности операций, составляющих технологический цикл: сборка пакета из определенного числа слоев, горячая прокатка пакета в вакууме, холодная прокатка на воздухе до толщины, равной толщине одного исходного слоя, составляющего композит [2].

МПД осуществляли в камере Бриджмена при давлении  $P = 4$  ГПа при различных величинах деформации в диапазоне  $(1/2-4)N$ , где  $N$  – число полных оборотов подвижной наковальни.

Изменения в структуре образцов изучались с помощью ПЭМ и СПЭМ. Анализ химического состава и распределения элементов в образцах осуществлялся с применением методов светлопольной СПЭМ и энергодисперсионной рентгеновской спектроскопией. В дополнение к ПЭМ и СПЭМ наличие аморфной и кристаллической фаз контролировалось проведением РСА.

Инденитирование нанокompозитов проводили в области  $1/2$  радиуса консолидированных дисковых образцов по стандартной методике на приборе ПМТ-3М в трех измерениях.

**Результаты**

Наблюдается постепенное измельчение структуры нанокompозитов Cu/Nb, при сохранении ориентированности структурных составляющих при МПД (рис. 1).

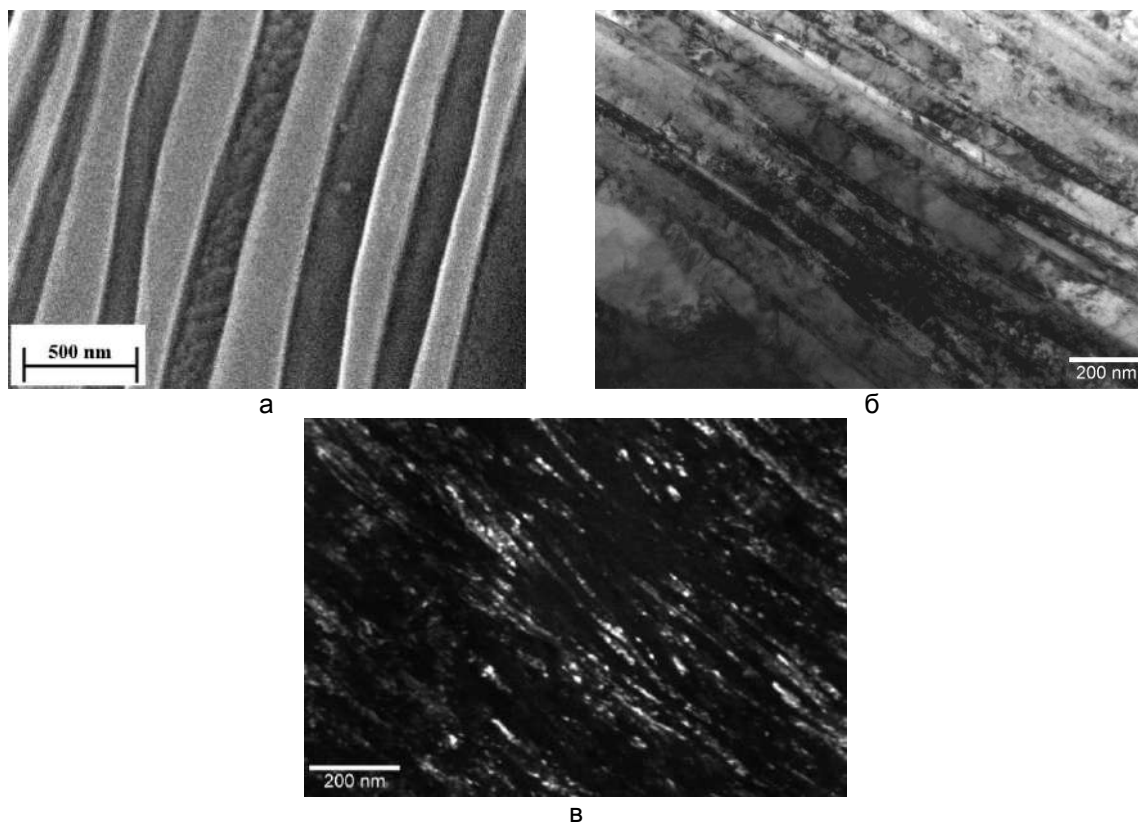


Рисунок 1 – ПЭМ-изображения планарной структуры наноламинатов Cu-Nb до деформации (а), в светлом поле после 2 оборотов (б) и в темном поле 4 оборотов (в)

Установлен частичный переход исследуемого материала из кристаллического состояния к аморфному при достижении МПД  $N = 4$ , что нашло подтверждения в ПЭМ-исследованиях и РСА (рис. 2).

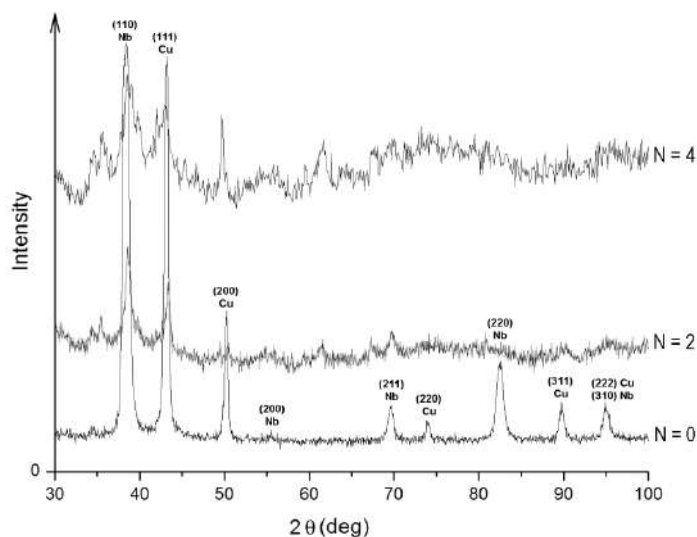


Рисунок 2 – Рентгеновские спектры нанокромпозитов Cu/Nb до и после МПД

Установлен характер изменения микротвердости нанокмпозитов Cu-Nb в зависимости от степени деформации (рис. 3). В исходных образцах до обработки МПД наблюдается анизотропия механической характеристики  $Hv$ . При индентирование двух взаимноперпендикулярных торцов значения их микротвердости несколько выше (см. на оси Y и Z рис. 3), чем значение  $Hv$  плоской поверхности дисковых образцов (см. на ось X). На рисунке 3 видно, что малый прямоугольный параллелепипед имеет неравными между собой величины ребер  $Hv$ . По мере увеличения степени деформации отмечен существенный рост микротвердости во всех направлениях (см. средний

прямоугольный параллелепипед рис. 3). При  $N = 2$  наблюдается максимальное отличие микротвердости на поверхности (значения по оси X) по сравнению с торцами (по Y и Z). Таким образом, при  $N = 2$  зафиксирован упрочняющий поверхностный эффект исследуемых наноламинатов системы Cu/Nb: – разница между  $Hv$  на поверхности и в объеме составляет 29 %.

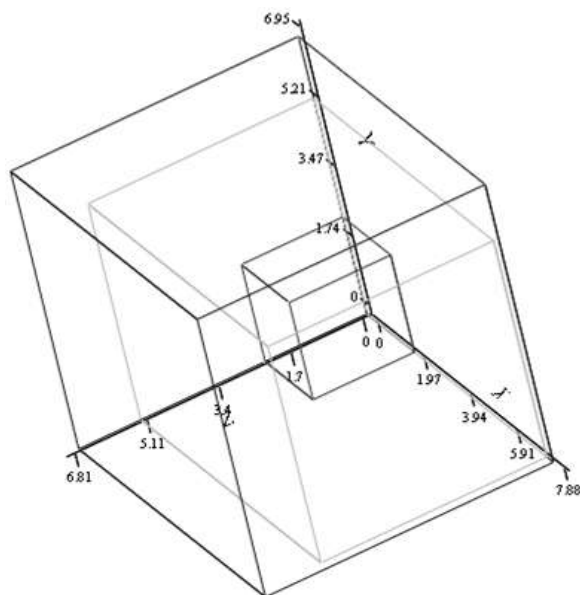


Рисунок 3 – Поведение микротвердости  $Hv$  (ГПа) нанокomпозитов Cu-Nb в трех взаимоперпендикулярных направлениях в зависимости от степени деформации: малый прямоугольный параллелепипед – до обработки ( $N = 0$ ), средний прямоугольный параллелепипед и большой куб – после обработки МПД (при  $N = 2$  и 4, соответственно).

Обнаружен переход от анизотропии микротвердости в исходном состоянии к изотропии данного свойства при достижении МПД в 4 оборота: см. на рисунке 3 большой куб с равными между собой значениям ребер  $Hv$ .

Таким образом, с увеличением степени деформации в процессе кручения при высоком давлении наблюдается существенное упрочнение нанокomпозитов системы Cu/Nb. При сравнении с исходным значением микротвердости (при усреднении по объему) до обработки МПД ( $Hv_0 \approx 2,28$  ГПа) и после 4 оборотов ( $Hv_{\text{МПД}} \approx 6,84$  ГПа), можно констатировать трехкратное увеличение данной механической характеристики.

После существенных мегапластических деформаций впервые обнаружено образование областей с аморфной (некристаллической) структурой, непосредственно связанных с межфазными границами нанокристаллов Nb и Cu.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант № 17-02-00402\_A).

#### Список литературы:

1. Andrievski R.A., Khatchoyan A.V. Nanomaterials in Extreme Environments. Fundamentals and Applications. Springer International Publishing. Springer Series in Material Science. - 2016. -V. 230. -124 p.
2. Карпов М.И., Внуков В.И., Волков К.Г., Медведь Н.В., Ходос И.И., Абросимова Г.Е. // Материаловедение. -2004. -№ 1. -С. 48-53.

**ФОРМИРОВАНИЕ ИОННЫХ ПОТОКОВ ИЗ ЛАЗЕРНОЙ ПЛАЗМЫ АЛЮМИНИЯ ПРИ РАЗЛИЧНЫХ ПЛОТНОСТЯХ МОЩНОСТИ ВОЗДЕЙСТВУЮЩЕГО ЛАЗЕРНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ**

**Гончаров В.К., Пузырёв М.В., Ступакевич В.Ю.**

*Научно-исследовательское учреждение «Институт прикладных физических проблем им. А.Н.Севченко» Белорусского государственного университета, г. Минск, Беларусь, E-mail: puzyrev@bsu.by*

**Введение**

Лазерный источник плазмы имеет ряд преимуществ перед другими источниками плазмы. Во-первых, дает возможность получить плазму из любого вещества; во – вторых источник плазмы ограничен в пространстве; в – третьих данный источник позволяет получить плазму без дополнительных добавок материала электродов, элементов возбуждения и т.д. Кроме того, данным источником можно легко управлять, что очень важно для получения нанопокровов на различных материалах.

Настоящая работа посвящена формированию ионных потоков из лазерной плазмы алюминия с целью осаждения нанопокровов с высокой адгезией на различные материалы.

**Эксперимент**

Для воздействия на мишень был использован YAG:Nd<sup>3+</sup> лазер LS-2137 фирмы Lotis-TII с длиной волны  $\lambda=1064$  нм и длительностью импульса на полувысоте  $\tau=20$ нс. Мишень из алюминия марки А7 устанавливалась под углом 45° к оси лазерного луча. Эксперименты проводились в вакууме при давлении остаточных газов  $\sim 10^{-3}$  Па. Мишень вращалась со скоростью 2 об/мин, чтобы предотвратить образование глубокого кратера на поверхности мишени, что может сказаться на пространственной форме эрозионного факела. Контроль временных характеристик проводился с помощью осциллографа TektronixTDS 2022В.

**Обсуждение результатов**

Как было показано в [1] при воздействии лазерного излучения наносекундного диапазона на мишень в вакууме в эрозионном лазерном факеле формируется двойной электрический слой. На переднем фронте движутся наиболее быстрые электроны, а за ними формируется слой ионов. Для управления энергией ионов можно приложить отрицательный потенциал на подложку. Однако сложное взаимодействие между потенциалом подложки и потенциалами в двойном электрическом слое приводят к сложным колебаниям потенциалов и практически к невозможности управления потоками ионов на подложку. Поэтому было предложено между лазерной мишенью, где формируется эрозионный лазерный факел, и подложкой, на которую наносится пленка, поставить сетку. При этом на сетку подается отрицательный потенциал по отношению к мишени. В этом случае электроны возвращаются на мишень, а поток ионов, проходящих через сетку, движется к подложке. Подавая различный положительный потенциал на сетку по отношению к подложке можно регулировать энергию ионов, поступающих на подложку, тем самым изменяя режим нанесения пленок.

В наших экспериментах сетка располагалась на расстоянии 6 см от лазерной мишени, а подложка на расстоянии 12 см от мишени.

Для формирования ионных пучков на сетку по отношению к мишени был приложен отрицательный потенциал -30В ("-" на сетке, "+" на мишени). Это оказалось достаточно для того, чтобы электроны отразились от сетки, а на неё поступали только ионы. При этом на сетку по отношению к подложке подавались различные положительные потенциалы «+50В», «+200В» и «+400В» ("-" на подложке, "+" на сетке).



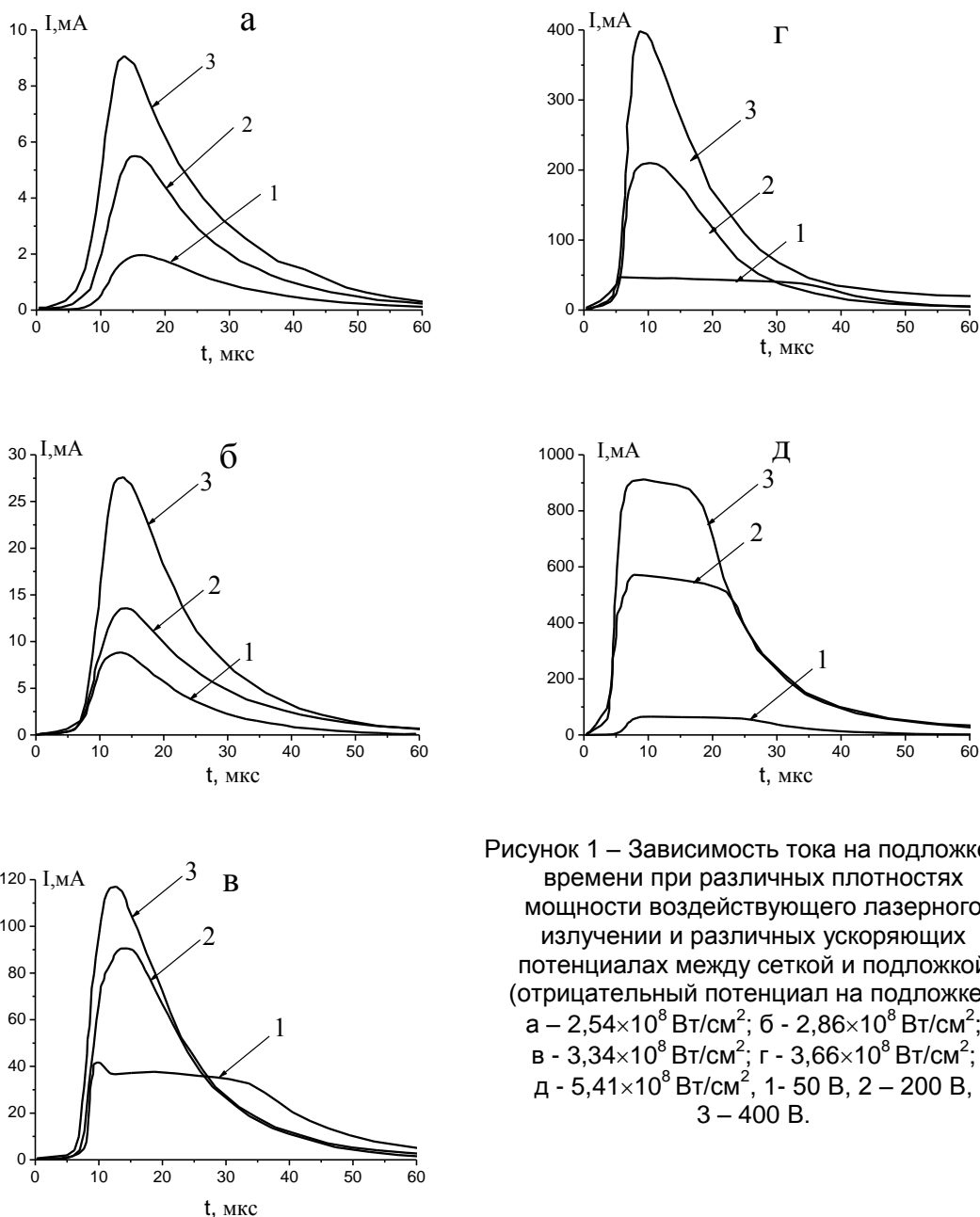


Рисунок 1 – Зависимость тока на подложке от времени при различных плотностях мощности воздействующего лазерного излучения и различных ускоряющих потенциалах между сеткой и подложкой (отрицательный потенциал на подложке): а –  $2,54 \times 10^8$  Вт/см<sup>2</sup>; б -  $2,86 \times 10^8$  Вт/см<sup>2</sup>; в -  $3,34 \times 10^8$  Вт/см<sup>2</sup>; г -  $3,66 \times 10^8$  Вт/см<sup>2</sup>; д -  $5,41 \times 10^8$  Вт/см<sup>2</sup>, 1- 50 В, 2 – 200 В, 3 – 400 В.

Кроме того, все эти эксперименты проводились при различных плотностях мощности воздействующего лазерного излучения. Результаты экспериментов приведены на рисунке 1. Из этого рисунка видно, что при малых плотностях мощности воздействующего лазерного излучения ( $2,5 \times 10^8$  Вт/см<sup>2</sup>) ионные токи на подложку зависят от приложенного потенциала к промежутку сетка-подложка (см. рис. 1а). При этом временная форма импульсов близка к временной форме лазерной плазмы.

При увеличении плотности мощности лазерного излучения ( $2,9 \times 10^8$  Вт/см<sup>2</sup>) качественные результаты аналогичны предыдущему случаю. Однако, количественно заметно значительное увеличение ионного тока на подложку (см. рис. 1б).

При воздействии лазерного излучения на мишень плотностью мощности ( $3,3 \times 10^8$  Вт/см<sup>2</sup>) при потенциале между сеткой и подложкой 50 В наблюдается резкое изменение временной формы ионного тока (см. рис. 1в, кривая 1). После достижения максимума ионный ток на подложку не спадает по экспоненциальному закону, а некоторое время стабилизируется во времени и длительность импульса тока увеличивается. Это может быть связано с тем, что поток ионов вследствие большей ионизации увеличивается, и он начинает экранировать постоянный отрицательный

потенциал, подаваемый на подложку. Наступает момент, когда число подлетающих к подложке ионов сравнивается с числом ионов, уходящих на заземляющий электрод.

При увеличении постоянного потенциала на промежутке сетка-подложка эффект стабилизации ионного тока пропадает, так как в этом случае потенциал сетки при таких потоках ионов трудно скомпенсировать (см. рис. 1в, кривая 2,3). Однако в этом случае ионный поток на подложку существенно больше, чем в предыдущих случаях.

Аналогичные результаты наблюдаются и при плотности мощности воздействующего излучения,  $3,7 \times 10^8$  Вт/см<sup>2</sup>, однако величины токов существенно увеличиваются (см. рис. 1, г).

При воздействии на мишень лазерным излучением плотностью мощности  $5,4 \times 10^8$  Вт/см<sup>2</sup> ионные потоки обладают такой величиной, что при этом стабилизация ионного тока наблюдается даже при постоянном потенциале на промежутке сетка-подложка в 400В (см. рис.1д). Это объясняется слишком большим потоком ионов на подложку.

### **Заключение**

Таким образом, эксперименты по получению ионных потоков для нанесения наноплёнок алюминия из лазерной плазмы показали, что для увеличения скорости ионов в промежутке сетка-подложка необходимо приложить положительный потенциал на сетку по отношению к подложке.

При изменении плотности мощности воздействующего на алюминиевую мишень лазерного излучения повышается ионизация плазмы и, как следствие, увеличение ионного потока.

Найдены условия, при которых ионный ток по своей величине стабилизируется. Это объясняется соотношением энергии ионов и величины ионного потока с величиной постоянного потенциала в промежутке сетка-подложка и со временем стекания ионов на заземляющий электрод. Это время определяется паразитной ёмкостью подложки, сопротивлением утечки и внутренним сопротивлением источника питания.

Изменение режимов напыления можно регулировать не только с помощью плотности мощности лазерного излучения и постоянного потенциала, подаваемого на промежутки сетка-подложка, но и за счёт времени стекания ионов на заземляющий электрод.

Таким образом, экспериментально показано несколько способов управления режимами нанесения нанопленок в вакууме.

### **Список литературы:**

1. Гончаров, В.К. Лазерно-плазменный источник ионов с регулируемой энергией для нанесения нанопленок [Текст] / В.К. Гончаров, А.Е. Василевич, В.Ю.Ступакевич, М.В. Пузырёв // Электроника инфо – 2016 - №5. – С. 54 – 57.

## ПОЛУЧЕНИЕ ПОКРЫТИЙ СИСТЕМЫ $Al-Y_2O_3$ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОВЗРЫВНОГО ЛЕГИРОВАНИЯ

Шляров В.В., Осинцев К.А., Бутакова К.А., Загуляев Д.В., Романов Д.А.  
ФГБОУ ВО «Сибирский государственный индустриальный университет»,  
г. Новокузнецк, Россия, E-mail: shlyarov@mail.ru

### Введение

Алюминий и сплавы на его основе обладают рядом уникальных свойств и заняли лидирующие позиции на производственном рынке цветных металлов. Развитие отдельных отраслей промышленности определяется качеством легких сплавов на основе алюминия. В настоящее время созданы конструкционные алюминиевые сплавы с уникальными свойствами, в том числе сверхлегкие сплавы, приближающиеся к удельной массе легких пластмасс, которые используются в авиации, атомной, ракетной и космической технике, а также электронике и электротехнике. Поэтому создание и изучение покрытий и сплавов на основе алюминия особенно актуально в настоящее время.

Известно, что сплавы алюминия с другими редкоземельными элементами обладают уникальными свойствами [1]. Формирование таких сплавов с использованием концентрированных потоков энергии в импульсном режиме с последующей самозакалкой позволяет формировать на поверхности металлической подложки сплавы с мелкозернистой структурой и новым уровнем свойств.

На сегодняшний день существует несколько методов нанесения покрытий, с помощью потоков частиц, обладающих высокой энергией. К ним относятся: напыление покрытий газопламенным методом [2], плазменно-дуговое напыление, детонационное напыление, электродуговая металлизация [3] и другие.

Коллективом кафедры естественнонаучных дисциплин им. проф. В.М. Финкеля нашего университета была разработана установка по формированию покрытий на металлическую подложку методом электровзрывного легирования (ЭВЛ) [4]. Принципом данной установки является воздействие на поверхность материала образца импульсной плазменной струей, сформированной из продуктов электрического взрыва фольги с наполнителем порошка [5].

### Основная часть

В качестве материала подложки для исследований были использованы образцы сплава Al-Si (силумин). Образцы имели форму параллелепипеда, размером 20×20×10 мм. Предварительно, перед проведением серии испытаний, проводилась пробоподготовка. Образцы подвергались механической обработке, которая заключалась в шлифовке и полировке плоскости образца, и доведение поверхности до зеркального состояния. Затем было произведено химическое травление реагентом Келлера. Этот травитель дает возможность выявлять границы зерен и выделения во многих деформируемых сплавах. Время травления подбирали опытным путем. После травления образцы тщательно промывали проточной водой и высушивали.

В ходе работы был выбран режим, по которому проводилось нанесение покрытия системы  $Al-Y_2O_3$  на подложку из силумина.

Подбор режима состоял в изменении значений напряжения и масс напыляемого порошка [6]. По результатам испытаний был выбран режим с оптимальными характеристиками получаемой обрабатываемой поверхности, в качестве которых выступали толщина и значения микротвердости получаемого слоя.

На данном этапе работы мы можем утверждать, что слой напыляемого порошка  $Y_2O_3$  получается достаточно равномерным и однородным. Это подтверждается фотографиями, полученными на оптическом микроскопе OLYMPUS GX51. Одно из таких изображений представлено на рисунке 1. Толщина напыленного слоя на образцах с различными режимами электровзрывного легирования варьируется от 25 до 80 мкм. Полученный слой имеет многофазную структуру, а определение его фазового состава является темой дальнейших исследований.

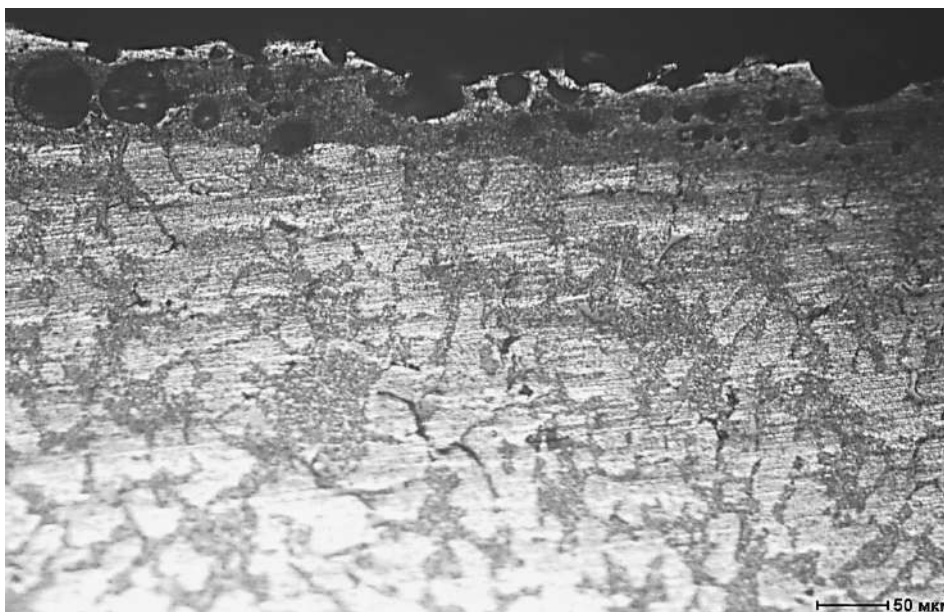


Рисунок 1 – Покрытие системы Al-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> полученное методом электровзрывного легирования (увеличение 20X)

На обработанных образцах были произведены измерения микротвердости на микротвердомере HVS-1000 в напыленном слое и в подложке на различных расстояниях от зоны термического влияния. Микроиндентирование проводилось на прямых шлифах. Пример проведения процедуры микроиндентирования представлен на рисунке 2.

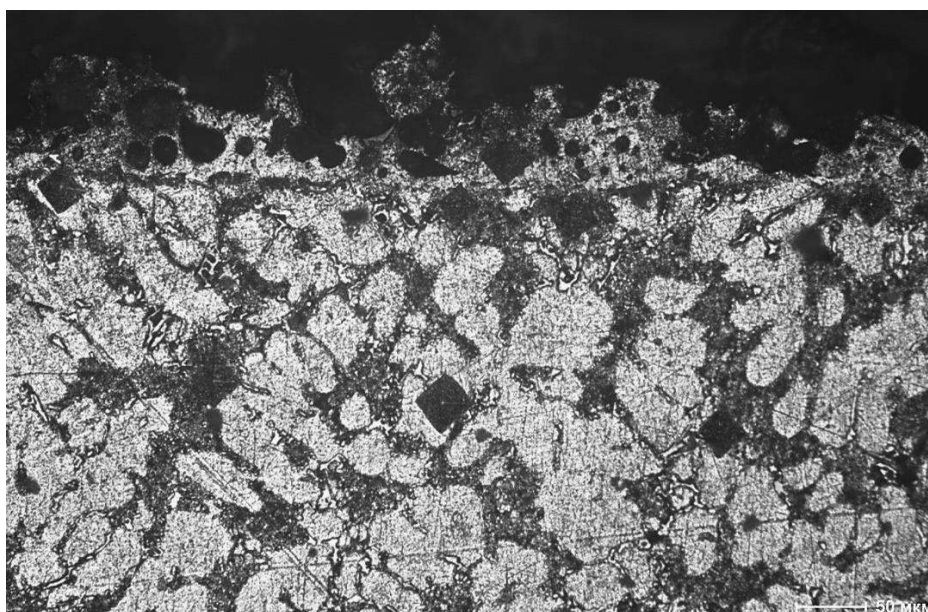


Рисунок 2 – Проведение микроиндентирования на образцах силумина после электровзрывного легирования

По результатам проведенного дюрOMETрического анализа были выявлены два режима, показавшие наибольшие значения микротвердости покрытия. Такими режимами стали:

1. Масса навески порошка Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, m = 0,0589 г, напряжение, U = 2,8 кВ, значение микротвердости – 130,51±10,40 HV.

2. Масса навески порошка Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, m = 0,0883 г, напряжение, U = 2,6 кВ, значение микротвердости – 161,2±17,94 HV.

Толщина напыленного слоя образца, обработанного в первом режиме, составила 50 мкм, а во втором – 80 мкм.

### Заключение

В ходе работы были получены покрытия системы Al-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, путем электровзрывного легирования. Были выбраны оптимальные режимы обработки, при которых слой напыляемого порошка Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, на подложку из силумина получается равномерным и однородным, что подтверждается изображениями, полученными с использованием оптической микроскопии. Значения микротвердости напыленного слоя при оптимальных режимах электровзрывного легирования составляют 130,51±10,40 HV и 161,2±17,94 HV. Для покрытий системы Al-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> структура является многофазной, индентирование микроэлектроннограмм для определения фазового состава является частью дальнейшей исследовательской работы. А также в дальнейшем планируется набрать более обширный круг статистических данных по измерению микротвердости исследуемого материала после электровзрывного легирования, проведение исследований механических свойств системы, а также проведение электронно-пучковой обработки на полученных при электровзрывном легировании образцах, с целью гомогенизации покрытия системы Al-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Работа выполнена при финансовой поддержке государственного задания № 3.1283.2017/ПЧ.

### Список литературы:

1. Савицкий Е.М., Терехова В.Ф., Буров И.В. Сплавы редкоземельных металлов. – Изд-во Академии наук СССР, 1962. – 268 с.
2. Вопнерук А.А., Валиев Р.М., Ведищев Ю.Г., Шак А.В., Купцов С.Г., Фоминых М.В., Мухинов Д.В., Иванов А.В. Абразивная износостойкость покрытий, нанесенных методом высокоскоростного газопламенного напыления // Известия Самарского научного центра Российской академии наук. -2010. -Т. 12, № 1-2. -С. 317-320.
3. Драганюк М.Н. Повышение физико-механических свойств покрытий, нанесенных методом электродуговой металлизации // Актуальные проблемы авиации и космонавтики. -2015. -Т. 1, № 11. -С. 60-62.
4. Sosnin K.V., Ivanov Yu.F., Gromov V.E. et al. Structure and Properties of Surface Layers obtained due to Titanium-Surface Alloying by Yttrium via Combined by Electron-Ion-Plasma Treatment // Journal of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques. -2014. -Vol. 8, No. 6. - P.1286 -1290.
5. Физические основы электровзрывного легирования металлов и сплавов / А.Я. Багаутдинов, Е.А. Будовских, Ю.Ф. Иванов, В.Е. Громов. – Новокузнецк: Изд-во СибГИУ, 2007. – 301 с.
6. Соснин К.В., Иванов Ю.Ф., Глезер А.М. и др. Комбинированное электронно-ионно-плазменное легирование поверхности титана иттрием: анализ структуры и свойств // Известия РАН. Серия физическая. -2014. -Т. 78, № 11. -С. 1454 -1458.

**ОПТИЧЕСКИЕ И ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА  
ТОНКИХ ПЛЕНОК ZnO С ЛЕГИРУЮЩИМИ ДОБАВКАМИ ITO**

<sup>1</sup>Чумаков А.Н., <sup>2</sup>Гулай А.В., <sup>2,3</sup>Шевченко А.А., <sup>4</sup>Баран Л.В., <sup>1</sup>Кароза А.Г.,  
<sup>5</sup>Малютина-Бронская В.В., <sup>2</sup>Гулай В.А., <sup>1</sup>Босак Н.А.  
<sup>1</sup>ИФ НАН Беларуси, <sup>2</sup>БНТУ; <sup>3</sup>ИПМ НАН Беларуси, <sup>4</sup>БГУ,  
<sup>5</sup>ГНПО «Оптика, оптоэлектроника и лазерная техника»,  
г. Минск, Беларусь, E-mail: alexshev56@mail.ru

**Введение**

Задачи микро-наносенсорики стимулировали исследования тонких пленок оксида цинка. Результаты исследований структурных, электрических, акустических и оптических свойств ряда тонких пленок ZnO и процессов их получения представлены в [1]. Повышение интереса к тонким пленкам ZnO связано с поиском активных материалов для чувствительных элементов микро-наносенсоров [2]. Управление физико-химическими свойствами тонких пленок оксида цинка может обеспечиваться путем введения в их состав различных легирующих добавок [3].

В настоящей работе варьирование электрофизических свойств подобных пленок достигнуто за счет использования легирующих добавок оксида индия – олова (ITO) в количестве 10 % по массе. Выбор таких легирующих добавок в ZnO обусловлен высокой чувствительностью параметров соединений ITO к различным внешним воздействиям. Пленки ZnO с легирующими добавками ITO осаждались методом многоимпульсного высокочастотного лазерного распыления керамических мишеней. В работе представлены результаты исследования микроструктуры распыляемых керамических мишеней стехиометрического состава, морфологии получаемых тонких пленок ZnO + ITO, их вольт-амперных характеристик, а также спектров пропускания и комбинационного рассеяния света.

**Методика получения и исследования тонких пленок**

Экспериментальная лазерная установка с регулируемой частотой повторения лазерных импульсов от 5 до 50 кГц содержала: источник лазерного излучения, оптическую систему транспортировки лазерного излучения к распыляемой мишени, вакуумную камеру и измерительно-диагностический модуль. В качестве источника излучения в установке использован лазер на неодимовом стекле ( $\lambda = 1,06$  мкм). Для получения многоимпульсного режима генерации лазера с высокой частотой повторения импульсов внутри резонатора вблизи глухого зеркала установлен пассивный оптический затвор из радиационно облученного кристаллического фторида лития LiF с F<sub>2</sub><sup>-</sup>-центрами окраски. Частота повторения лазерных импульсов изменялась за счет варьирования уровня накачки лазера и оптической плотности затвора; длительность лазерных импульсов на полувысоте составляла ~ 85 нс. Вакуумная система установки обеспечивала проведение экспериментов при пониженном давлении до 2,7 Па. При многоимпульсном высокочастотном лазерном воздействии на поверхность распыляемой мишени реализовывался режим эффективного эрозионного плазмообразования [4]. Осаждение макроскопически однородных тонких пленок достигалось при плотности мощности лазерного излучения  $q = 120$  МВт/см<sup>2</sup> и частоте повторения импульсов  $f \sim 20-30$  кГц.

Распыляемые керамические мишени получали методом статического формования на прессе ZD-40 при давлении 500 МПа; спекание выполняли в камерной лабораторной электропечи ВТП 12/15 на воздухе при температуре 1300°C в течение 2 часов.

Топография поверхности тонких пленок ZnO с легирующими добавками ITO на кремниевой подложке КДБ-12 (100) исследовалась с помощью сканирующего зондового микроскопа Solver P47-Pro (НТ-МДТ, Россия) в полуконтактном режиме. Измерения вольт-амперных характеристик проводилось с использованием лабораторного стенда на основе измерителя иммитанса Е7-20 при комнатной температуре без освещения. Указанные характеристики регистрировались при изменении напряжения прямого и обратного смещения в диапазоне от – 10 до + 10 В.

Пропускание оптического излучения тонкими пленками в ближнем инфракрасном (ИК) диапазоне спектра измерялось на спектрофотометре Carry 500 Scan. Спектры пропускания в средней инфракрасной области регистрировались с помощью ИК-Фурье-спектрометра NEXUS (ThermoNicolet) в диапазоне  $400-4000\text{ см}^{-1}$ . В спектральном интервале  $200-2550\text{ см}^{-1}$  спектры КРС регистрировались на спектрометре SpectroPro 500i.

### Полученные результаты и их обсуждение

Исследована микроструктура материала распыляемой керамической мишени ZnO + 10 % ITO. Зерна материала мишени имели развитую поверхность. Установлено, что полученные пленки оксида цинка с легирующими добавками ITO, осажденные на кремниевой подложке, имели аморфную структуру. На АСМ-изображениях поверхности тонкой пленки наблюдалось наличие острых микровыступов, средняя высота которых варьировалась в достаточно широких пределах: от 4,52 до 7,55 нм (рис. 1,б). Средний латеральный размер частиц составлял порядка 100 нм, число крупных конгломератов незначительно.

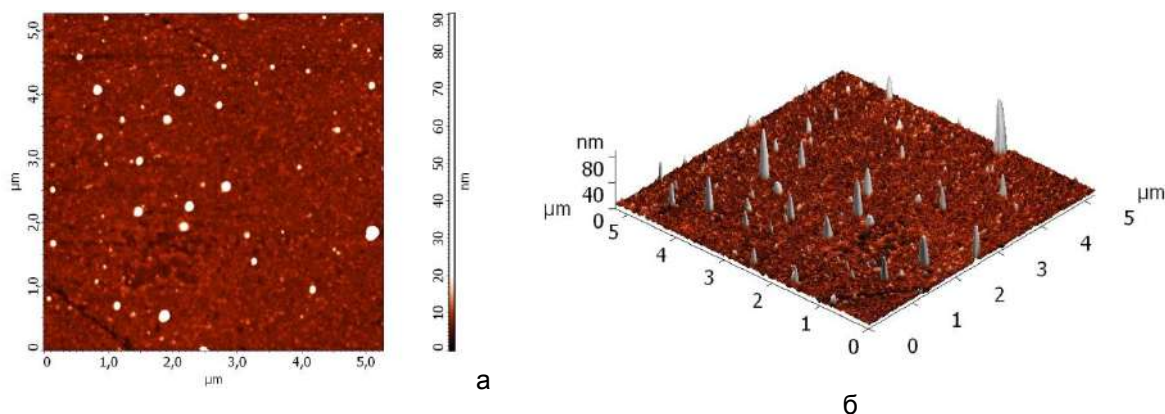


Рисунок 1 – АСМ-изображения поверхности тонкой пленки: а – в режиме латеральных сил; б – в режиме топографии

Вольт-амперные характеристики, зарегистрированные при прямом и обратном смещении и представлены на рисунке 2, типичны для структуры ZnO + ITO/Si. Установлено, что как в отрицательной, так и в положительной области напряжений на вольт-амперной характеристике  $I \sim U^n$  наблюдаются два типичных участка с разными значениями  $n$ . В области малых напряжений до 0,5 В значение  $n = 1,8$ , что характерно для случая протекания тока, ограниченного пространственным зарядом. Такой режим устанавливается, когда пленка диэлектрика имеет достаточно малую толщину, и заряд инжектированных из металла электронов заполняет всю область полупроводника. При напряжениях более 0,5 В в структуре ZnO + ITO/Si наблюдается омическая проводимость. Зависимость емкости от напряжения (рис. 3) характерна для высокочастотных характеристик МОП-структур на р- типе кремния, что говорит о возможном избытке кислорода в пленке. Пропускание лазерно-осажденной пленки ZnO с добавкой ITO в ближней ИК-области спектра от 1,2 до 3 мкм составляло величину  $\sim 4,5\%$ , примерно такая же величина пропускания сохранялась и в средней ИК-области спектра до 5 мкм (рис. 4).

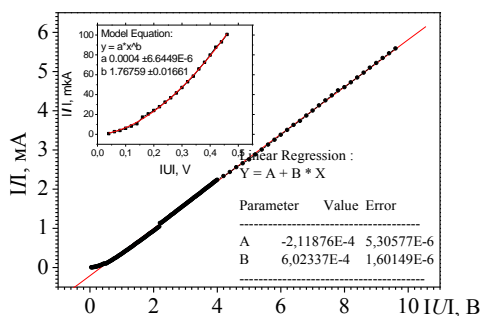


Рисунок 2-Вольт-амперная характеристика структуры ZnO + ITO/Si.

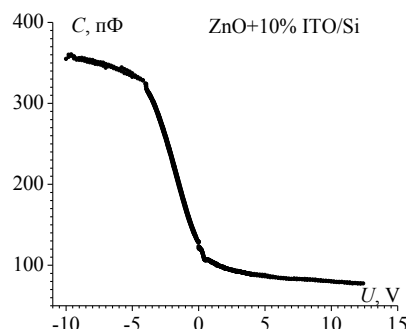


Рисунок 3- Вольт-фарадная характеристика структуры ZnO+ ITO/Si..

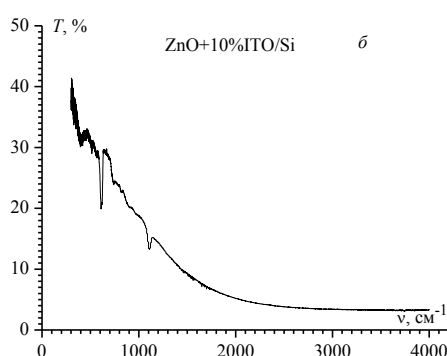
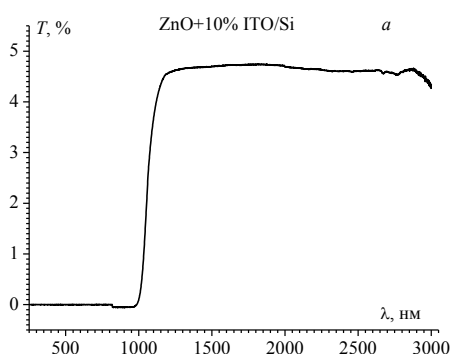


Рисунок 4- Спектр пропускания тонкой пленки: а – в ближней ИК-области; б – в средней ИК-области спектра.

### Заключение

Методом импульсного высокочастотного лазерного осаждения керамических мишеней в вакууме получены тонкие пленки ZnO с легирующими добавками ITO для сенсорных структур. Представлены результаты исследований микроструктуры распыляемых керамических мишеней стехиометрического состава, морфологии получаемых тонких пленок ZnO + ITO, их вольт-амперных характеристик, а также спектров пропускания и комбинационного рассеяния света. На основании выполненных исследований дан анализ свойств полученных тонких пленок и механизмов транспорта носителей заряда.

### Список литературы:

1. Бугаева, М. Э. Газовые сенсоры на основе оксида цинка (Обзор) / М. Э. Бугаева, В. М. Коваль, В. И. Лазоренко, Г. В. Лашкарев, В. А. Карпина, В. Д. Храновский // Sensors Electronics and Microsystem Technologies. 3/2005. – р.34-42.
2. Колешко, В. М. Мультисенсорная интегральная микросистема для интеллектуального контроля многокомпонентных газов / В. М. Колешко, А. В. Гулай, В. А. Гулай / Электроника-инфо. – 2010. – № 2. – С. 63-67.
3. Колешко, В. М. Получение тонких пленок ZnO с микродобавками соединений РЗЭ при распылении керамических мишеней / В. М. Колешко, А. В. Гулай, А. А. Шевченко, Т. А. Кузнецова, М. А. Андреев // Порошковая металлургия. Республиканский межведомственный сборник научных трудов. Вып. 34, 2011. – С. 106-111.
4. Минько, Л. Я. Об эффективном режиме эрозионного приповерхностного плазмообразования в воздухе при импульсно-периодическом лазерном воздействии / Л. Я. Минько, А. Н. Чумаков, Н. А. Босак // Квантовая электроника. – 1990. – Т. 17, № 11. – С. 1480-1484.



**ТЕХНОЛОГИЯ НАНЕСЕНИЯ ПОКРЫТИЙ ИЗ МЕТАЛЛОМАТРИЧНЫХ КОМПОЗИТОВ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОТЕРМИЧЕСКОЙ НАПЛАВКИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СИСТЕМЫ И АЛГОРИТМА УПРАВЛЕНИЯ ПАРАМЕТРИЧЕСКОЙ СТАБИЛИЗАЦИЕЙ РЕЖИМОВ**

<sup>1</sup>Белявин К.Е., <sup>2</sup>Сосновский И.А., <sup>3</sup>Кузнецик О.О., <sup>2</sup>Курилёнок А.А.,  
<sup>3</sup>Журавский А.Н.

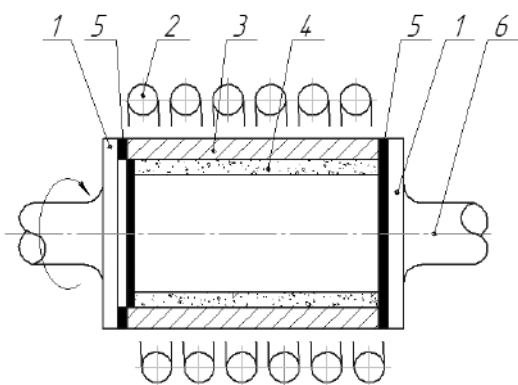
<sup>1</sup>Белорусский национальный технический университет,  
г. Минск, Беларусь, E-mail: dz-m@tut.by

<sup>2</sup>Объединенный институт машиностроения, Минск, Беларусь, E-mail: sos3@tut.by

<sup>3</sup>Институт порошковой металлургии,  
г. Минск, Беларусь, E-mail: oleg-kuznechik@yandex.ru

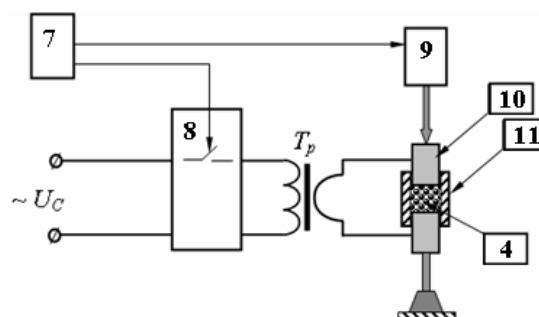
**Введение**

Увеличение прочности, надежности и долговечности деталей механизмов и узлов трения, подвергающихся при эксплуатации повышенному воздействию тепловых и механических нагрузок, является актуальной проблемой современного машиностроения [1, 2]. Решение этой проблемы может основываться на расширении сферы применения на предприятиях машиностроения и ремонтного производства технологии нанесения покрытий из металломатричных композитов методом электротермической наплавки [3, 4], который включает в себя процессы как индукционной, так и электроконтактной (также известной и, как искровой плазменной) наплавки. Наиболее распространенные технологические схемы осуществления этих процессов представлены на рисунке 1.



1 – прижимные крышки; 2 – индуктор;  
3 – деталь; 4 – припекаемый порошок;  
5 – прокладки; 6 – собственная ось детали

а)



7 – регулятор электроконтактной наплавки;  
8 – тиристорный привод; 9 – пневмопривод;  
10 – электроды-пуансоны; 11 – матрица;

б)

Рисунок 1 – Схемы индукционного (а) и электроконтактного (б) нагрева

Расширению сферы применения на предприятиях машиностроения и ремонтного производства технологии нанесения покрытий из металломатричных композитов методом электротермической наплавки может способствовать использование в этой технологии системы и алгоритма управления параметрической стабилизацией режимов осуществляемых согласно рисунку 1 процессов. Целью работы является решение этой задачи.

**1. Технология и алгоритм нанесения металломатричных композитов электротермической наплавкой**

В качестве исходного сырья, используемого для электротермической наплавки металломатричных композитов, используется шихта, количественный состав которой подбирается исходя из требуемой прочности, твердости и триботехнических свойств получаемых покрытий. При этом основу исходной шихты для наплавки металломатричных Al-SiC композитов, могут составлять порошки объединенной компанией «РУСАЛ», получаемые из сплавов алюминия, например, АСП, АСД, ПА, АПЖ и ПАВЧ, включая АПВ, а также ПАО «Запорожбразив» и ОАО «Волжский абразивный завод» марок ПА и ККЧ, содержащие карбид кремния. Основа исходной

шихты для наплавки металломатричных Cu-SiC композитов отличается тем, что вместо порошков марок АСП, АСД, ПА, АПЖ, ПАВЧ и АПВ, могут использоваться ОАО «Палема», получаемые из сплавов меди, например, Бр.О5Ц5С5, Бр.О10Ф1. Подготовка такой шихты осуществляется рассевом по фракциям, развесовой и механическим смешиванием (рис. 2).

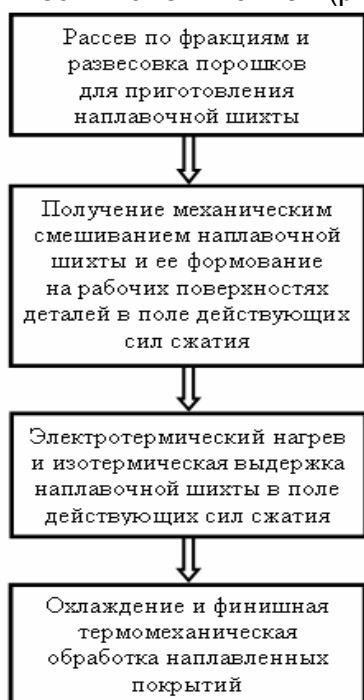


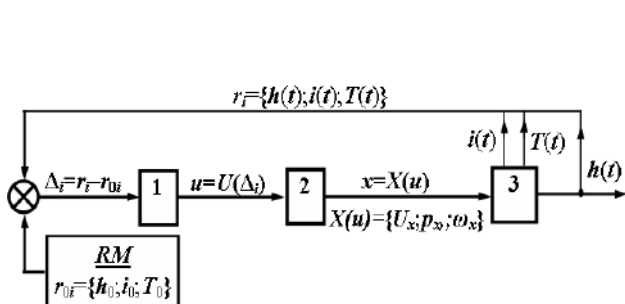
Рисунок 2 – Алгоритм выполнения электротермической наплавки

Подготовленная шихта, непосредственно перед началом процесса электротермической наплавки, подвергается формованию в поле действующих сил сжатия, формируемого различными способами [4], в том числе, с использованием центробежного вращения (рис. 1а). В ходе электротермического нагрева определенная часть шихты, состоящая из порошков металлических сплавов, испытывает, сначала, упругопластическую, а затем упруго-вязкую деформацию.

После достижения температуры плавления металлических порошков, вошедших в исходную шихту, во время изотермической выдержки, формируется жидкая фаза металлической матрицы металломатричного покрытия. После ее завершения и отключения электротермического нагрева, последовательно протекает (рис. 2) заключительная стадия рассматриваемого технологического процесса, которая включает в себя охлаждение и финишную термомеханическую обработку.

Отметим, что на стадиях упругопластической и упруго-вязкой деформации, а также изотермической выдержки на температуре наплавки наблюдается усадка шихты, которая проявляется в изменении высоты ( $h$ ) ее сформованного на рабочей поверхности детали слоя.

Для обеспечения повторяемости режимов электротермического нагрева используется адаптивная система параметрической стабилизации, функциональная схема которой приведена на рисунке 3.



- 1 – регулятор наплавки;
- 2 – исполнительные механизмы установки электротермического нагрева;
- 3 – объект управления (наплавочная шихта);
- RM – эталонная модель;
- $h_0, T_0, i_0, h(t), T(t), i(t)$  – требуемые и текущие значения высоты наплавляемых покрытий, температуры и силы электрического тока;
- $U_x, p_x, \omega_x$  – напряжение, давление в шихте и ее угловая скорость вращения

Рисунок 3 – Функциональная схема адаптивной системы параметрической стабилизации

Представленная на рисунке 3 функциональная схема адаптивной системы параметрической стабилизации может быть реализована на основе разработанной Объединенным институтом машиностроения микропроцессорной системы контроля индукционной наплавкой и разработанной Институтом порошковой металлургии микропроцессорной системы электроконтактной наплавки.

## 2. Алгоритм управления параметрической стабилизацией режимов электротермической наплавки

Приведенная на рисунке 2 адаптивная система параметрической стабилизации режимов электротермической наплавки позволяет процессы нагрева и изотермической выдержки выразить с помощью описывающих алгоритм ее действия следующих функционалов:

$$Y[T(t), h(t)] = X[S(t)] \quad (1)$$

где  $Y[T(t), h(t)]$  – функционал состояния ОУ, определяемый функциями  $T(t)$  и  $h(t)$ , зависящими от времени,  $X[S(t)]$  – функционал внешнего воздействия на ОУ, определяемый сигнальной функцией  $S(t)$ , задаваемой  $P$ , следующим образом

$$S(t) = P(I_0, U_0, p_0, t) \quad (2)$$

При заданной температуре ( $T_0$ ) наплавляемого порошка и толщине ( $h_0$ ) получаемых покрытий, используя функционал отклонения параметров

$$\Delta(t) = \Delta[\delta_1(t), \delta_2(t)] \quad (3)$$

где  $\delta_1(t) = T(t) - T_0$  – параметр отклонения температуры;  $\delta_2(t) = h(t) - h_0$  – параметр отклонения толщины покрытия, задача по оптимизации длительности и стабилизации режимов электротермической наплавки.

Функционалы (1)–(3) устанавливают связь между регулятором наплавки и исполнительными механизмами установки электротермического нагрева. На практике эта связь позволяет корректировать работу исполнительных механизмов таким образом, чтобы с одной стороны поддерживать заданную скорость нагрева и давление сжатия наплавочной шихты, а с другой стороны определять длительность изотермической выдержки на температуре наплавки до тех пор, пока не будут выполнены условия:

$$\delta_1(t) = T(t) - T_0 = 0 \quad \text{и} \quad \delta_2(t) = h(t) - h_0 = 0 \quad (4)$$

Представленные результаты использованы при разработке программ управления в рамках выполняемых заданий Т15 СО-055 БРФФИ и 2.3.03 ГПНИ «Механика, металлургия, диагностика в машиностроении»

### Список литературы:

1. Современная трибология: Итоги и перспективы / под ред. К.В. Фролова. – М.: Издательство ЛКИ, 2008. – 480 с.
2. Курганова, Ю.А. Конструкционные металломатричные композиты / Ю.А. Курганова, А.Г. Колмаков. – М.: МГТУ им.Н.Э. Баумана, 2015. – 141 с.
3. Белявин, К.Е. Индукционный нагрев в процессах центробежного нанесения покрытий / К.Е. Белявин, И.А. Сосновский, А.Л. Худoley. – Минск: // Вестник фонда фундаментальных исследований. - 2013. – № 3(36) – С. 70–87.
4. Белявин К.Е. Импульсные электрофизические технологии получения покрытий и модифицирования поверхности материалов / К.Е. Белявин, Д.В. Минько, О.О. Кузнечик, В.В. Макеев // Металлургия. Респ. межвед. сб. науч. трудов. – Вып. 34. ч. 2. – 2013. – С. 58–71.

## **ЗАВИСИМОСТЬ ФОРМЫ ФРОНТА КРИСТАЛЛИЗАЦИИ ОТ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ УСЛОВИЙ ПРИ ВЫРАЩИВАНИИ КРИСТАЛЛОВ МЕТОДОМ ЧОХРАЛЬСКОГО**

**Матросов В.Н.**

*Белорусский национальный технический университет,  
г. Минск, Беларусь, E-mail: info@solix-crystal.com*

### **Введение**

При выращивании кристаллов методом Чохральского кристалл формируется на границе раздела трех фаз - жидкой, твердой и газообразной, которая называется фронтом кристаллизации (ФК). ФК является показателем тепловых условий, которые созданы в тигле и надтигельном пространстве. Важнейшей характеристикой ФК является его форма, которая задается кинетическими и тепловыми условиями, а также зависит от ориентации затравки и структуры кристалла. От формы ФК зависят коэффициенты распределения примесей в кристалле, его механические и оптические свойства.

Поэтому одной из важнейших задач при выращивании кристаллов методом Чохральского является поддержание заданной формы ФК на протяжении всего процесса получения кристалла.

Предложено несколько методов решения этой проблемы, но не один из них не позволил справиться с этой задачей полностью.

### **Экспериментальная часть и обсуждение результатов**

Наиболее распространенной методикой управления диаметром растущего кристалла в настоящее время является система взвешивания кристалла или тигля с расплавом. Мы использовали второй вариант [1,2]

Для этого применялась система взвешивания с высокой чувствительностью изменения веса, которая составляла 10-15 мг при полной весовой нагрузке. В качестве датчиков использовались: система взвешивания тигля и катушка отбора мощности. Датчиками обратной связи, для расчета геометрии кристалла и расчета уровней сигналов управления мощностью нагрева и скоростью вращения кристалла служили сигнал, возникающий при расчёте второй производной веса по времени, сигналы с датчика вращения кристалла, датчика скорости линейного перемещения кристалла и радиуса кристалла.

Разработанная программа учитывала левитацию тигля и силу поверхностного натяжения расплава. Идея контроля формы ФК заключалась в том, что при плоском ФК вторая производная веса по времени постоянна, в этом случае сигнал в систему регулирования не поступает, и кристалл растет с плоским ФК (рис.1а). Если ФК изменяет форму с плоской на выпуклую (рис 1б), то вторая производная веса по времени имеет прирост веса  $+\Delta P$ . При вогнутом ФК (рис.1в) прирост веса будет равен  $-\Delta P$ .

И в том и другом случае сигнал разбаланса поступает в систему автоматического управления процессом, которая имеет два контура реагирования: контур управления мощностью нагрева и контур управления скоростью вращения кристалла. Они отличаются постоянной времени, если у контура мощности она составляет несколько десятков минут, то у контура вращения кристалла она равна 2-3 минутам.

Исследования показали, что введение контура регулирования скоростью вращения кристалла позволило оперативно реагировать на нарушение тепловых условий в зоне ФК.

На ФК, в первую очередь, действуют явления, связанные с силой поверхностного натяжения на границе кристалл-расплав-среда выращивания. Вытягиваемый из расплава кристалл поднимает за собой столб жидкости, который удерживается над расплавом только за счет сил поверхностного натяжения. В зависимости от формы ФК будет изменяться высота столба и угол  $\alpha$  между касательной к образующей мениска и образующей кристалла (рис.1).

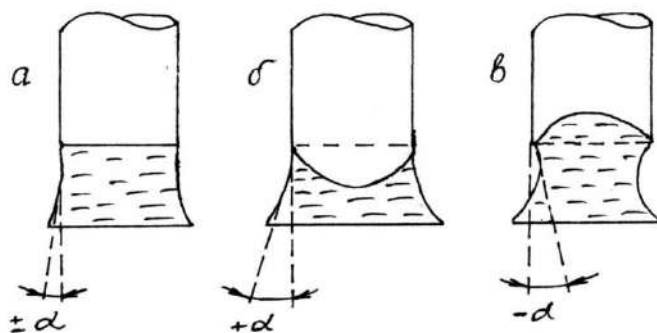


Рисунок 1 – Зависимость формы ФК от угла между образующей кристалла и касательной мениска. а – при плоском ФК угол  $\alpha$  незначителен и колеблется в пределах  $\pm 1-2^\circ$ ; б - при выпуклом ФК угол  $\alpha$  положителен и может достигать  $3-5^\circ$ ; в – при вогнутом ФК угол  $\alpha$  отрицателен и колеблется от  $3$  до  $5^\circ$

Угол  $\alpha$  оказался очень чувствительным параметром, характеризующим форму ФК. При плоском ФК (рис.1а) угол  $\alpha$  незначителен и колеблется в пределах  $\pm(1-2^\circ)$ . При выпуклом ФК (рис 1б) угол  $\alpha$  положителен и может достигать  $3-5^\circ$ . При вогнутом ФК (рис 1в) угол  $\alpha$  отрицателен и изменяется в пределах  $- (3-5^\circ)$ . При указанных отклонениях угла  $\alpha$  автоматическая система управления поддерживает заданную форму ФК, и колебания угла  $\alpha$  в пределах  $3-5^\circ$  не сказываются на ухудшении качества кристалла.

При колебаниях угла  $\alpha$ , равных  $10$  и более градусов, в кристалле могут появиться концентрационные полосы примесей или высевы микропузырей.

Система автоматического регулирования позволяет распределить меру воздействия на отклонение параметра между мощностью и скоростью вращения кристалла. Например, на скорость вращения установлено  $30\%$  управления, а на мощность –  $70\%$ . Это означает, что при отклонении параметра, в первую очередь начнет работать малоинерционный контур регулирования, и, если он не приведет систему в равновесие, то включится канал управления мощностью.

Разработанная система очень гибкая, с помощью множества коэффициентов она позволяет плавно изменять все параметры процесса прямо во время выращивания кристаллов и находить оптимальные условия для данного процесса кристаллизации. На монитор постоянно выводятся все параметры процесса в виде графиков. Это дает возможность контролировать ситуацию и при необходимости вмешиваться в нее.

В кристаллах александрита, выращенных с применением данной системы, практически отсутствовала примесная полосчатость, несмотря на высокий коэффициент распределения хрома, равный двум.

Большое влияние на форму ФК и угол  $\alpha$  оказывают колебания температуры охлаждающей воды, сетевого напряжения питания высокочастотных генераторов и несовершенство приводов вращения и вытягивания кристаллов. Если не предпринять мер по стабилизации названных параметров, то даже самая совершенная система автоматического регулирования ФК не позволит получать кристаллы высокого качества.

Замкнутая система водяного охлаждения установок состоит из насосной станции, сливных баков и градирен. Классическая схема работы этой системы заключается в том, что насосы, подающие воду на установки, работают в постоянном режиме, а подающие нагретую воду на градирни – в периодическом режиме. Например, за  $7$  минут они прогоняют воду через градирню и  $20$  минут не работают. Такой режим работы вызывает большие колебания температуры воды, охлаждающей установки  $\pm (4-6^\circ\text{C})$ . Так как шток, на котором крепится затравка, охлаждается водой, то такие колебания температуры воды приведут к периодическим колебаниям осевого температурного градиента и форма ФК будет изменяться от плоской к вогнутой и выпуклой. Мгновенная скорость кристаллизации будет изменяться, что приведет к

колебаниям коэффициента распределения примеси в кристалле и полосчатому её распределению. Такой кристалл нельзя использовать в лазерах в связи с небольшой его эффективностью.

Кроме того, существенные изменения температуры воды приводят к изменению мощности, выделяемой индуктором. Автоматическая система регулирования, для поддержания постоянной мощности на индукторе, изменяет напряжение, что приводит под действием левитации, к изменению вертикального положения тигля, это аналогично изменению скорости вытягивания кристалла, при этом изменяется форма ФК и угол  $\alpha$ . И как правило приводит к образованию поперечной концентрационной полосы или возникновению области микропузырей в кристалле.

Для решения проблемы стабилизации температуры охлаждающей воды мы применили частотное управление скоростью вращения двигателей насосов, исключив периодический режим работы насосов, качающих нагретую воду на градирни. Эти насосы стали работать постоянно, а система автоматики управляла скоростью вращения двигателей в зависимости от заданного режима. Тем самым были исключены резкие перепады температуры охлаждающей воды, её колебания находились в пределах  $\pm 0,5^\circ\text{C}$ , что никак не сказывалось на форме ФК и угле  $\alpha$ .

Наконец, несовершенство механических приводов вытягивания и вращения ростовых установок может приводить к описанным выше проблемам. Например, если шток вытягивания установки имеет не постоянную скорость, и она дискретно изменяется, то форма ФК и угол  $\alpha$  будут также изменяться, а в кристалле будут образовываться дефекты.

### **Заключение**

Проведенные исследования показали, что для получения кристаллов высокого оптического качества необходим комплексный подход к процессу выращивания кристаллов, учитывающий все нюансы технологии. Если у вас будет разработана даже современная система автоматического управления процессом, но не учтены «мелочи», которые описаны выше, она не позволит вам получить желаемый результат.

### **Список литературы:**

1. Matrosov V.N., Matrosova T.A., Pestriakov E.V. International Conference «Crystal Materials-2010», Kharkov, 2010. - P.190.
2. Матросов В.Н., Матросова Т.А., Пестряков Е.В. Международный симпозиум «Перспективные материалы и технологии», Витебск, 2015. - с.29-30.

## ТЕХНОЛОГИЯ ПОЛУЧЕНИЯ КРИСТАЛЛОВ ИНКОНГРУЭНТНО ПЛАВЯЩИХСЯ СОЕДИНЕНИЙ МЕТОДОМ ЧОХРАЛЬСКОГО

Матросов В.Н.

Белорусский национальный технический университет,  
г. Минск, Беларусь, E-mail: info@solix-crystal.com

Есть большая группа инконгруэнтно плавящихся соединений, представляющая интерес для лазерной техники, но так как они разлагаются при плавлении, их невозможно вырастить прогрессивными расплавными методами.

Соединение  $\text{BeAl}_6\text{O}_{10}$  (ГАБ), активированное ионами  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Ti}^{3+}$ , является перспективным материалом для создания сверхмощных перестраиваемых лазеров, излучающих в ближнем ИК диапазоне, в том числе и в фемтосекундном режиме, но оно плавится инконгруэнтно [1].

Диаграмма состояния системы  $\text{BeO}-\text{Al}_2\text{O}_3$  исследовалась многими авторами [1-5] и в последнем варианте системы, представленной в [5], показано конгруэнтное плавление  $\text{BeAl}_6\text{O}_{10}$  при температуре  $1910^\circ\text{C}$ .

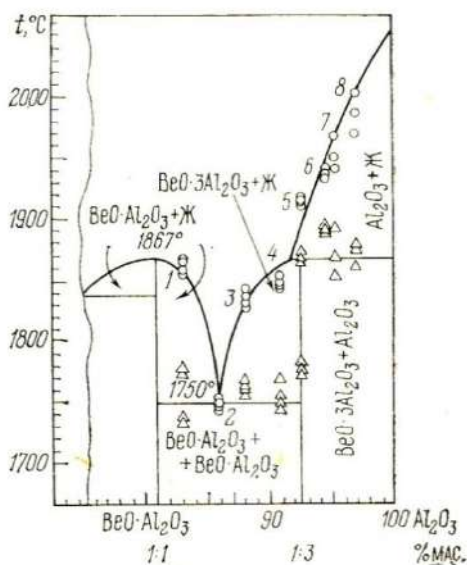


Рисунок 1 – Диаграмма состояния системы  $\text{BeO}-\text{Al}_2\text{O}_3$

Однако, все наши эксперименты по получению кристаллов  $\text{BeAl}_6\text{O}_{10}$  из расплава стехиометрического состава не увенчались успехом – при плавлении соединение разлагалось на  $\text{BeO}$  и  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , поэтому было принято решение исследовать диаграмму состояния в области от хризоберилла ( $\text{BeAl}_2\text{O}_4$ ) до корунда ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). В результате изучения диаграммы оказалось, что соединение  $\text{BeAl}_6\text{O}_{10}$  плавится инконгруэнтно при температуре  $1865^\circ\text{C}$  (рис.1).

Вначале был взят стехиометрический состав соединения ГАБ и выращен кристалл. В результате получен кристалл рубина диаметром 15 мм длиной 50 мм. Далее к стехиометрическому составу ГАБ добавили избыток  $\text{BeO}$ , равный 1 мас.%, т.е. мы находились еще на краю поля  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . В результате вначале рос кристалл рубина, который в дальнейшем перешел в кристалл ГАБ. Чтобы перейти в поле кристаллизации ГАБ, к стехиометрическому составу добавили избыток  $\text{BeO}$  в количестве 1,3 мас.%. Был получен кристалл ГАБ  $\varnothing$  15 мм длиной 100 мм высокого оптического качества. Также был выращен кристалл ГАБ с избытком  $\text{BeO}$ : 1,4 мас.%, 1,6 мас.% и наконец, был получен кристалл эвтектического состава  $\text{BeAl}_2\text{O}_4/\text{BeAl}_6\text{O}_{10}$ , поперечные срезы которого изучены в поляризованном свете под микроскопом. Выяснилось, что кристалл состоит из продольных пластин чередующегося состава. Для выращивания кристаллов ГАБ, активированных  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Ti}^{3+}$ , выбрали состав с избытком  $\text{BeO}$ , равном 1,3 мас.%.

Кристаллы ГАБ выращивались методом Чохральского из иридиевых тиглей  $\varnothing$  60x60 мм. Скорость вытягивания составляла 1 мм/ч, скорость вращения

варьировалась от 40 до 60 об/мин. В результате были получены кристаллы высокого оптического качества с низкими оптическими потерями, которые составляли для ГАБ, активированных  $\text{Cr}^{3+}$ , от  $0,004 \text{ см}^{-1}$  (для  $\lambda=820 \text{ нм}$ ) до  $0,003 \text{ см}^{-1}$  (для  $\lambda=900 \text{ нм}$ ).

Кристаллы относятся к орторомбической сингонии, двухосны. Показатели преломления ( $\lambda=0,7 \text{ мкм}$ )  $n_a=1,737$ ;  $n_b=1,740$ ;  $n_c=1,735$ . Физические характеристики кристаллов  $\text{BeAl}_6\text{O}_{10}$  представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Физические характеристики кристаллов  $\text{BeAl}_6\text{O}_{10}$

Характеристики	$\text{BeAl}_6\text{O}_{10}$
Плотность, $\rho$ , г/см <sup>3</sup>	3,74
Теплопроводность, Вт/м К	12,5
Коэффициент линейного расширения $\alpha$ , $10^{-6} \text{ К}^{-1}$	6,78
Удельная теплоемкость $c_p$ , Дж/г К	0,8
Модуль объемной упругости $K$ , $10^{11} \text{ Н/м}^2$	2,54
Модуль сдвига $G$ , $10^{11} \text{ Н/м}^2$	1,52
Модуль Юнга $E$ , $10^{11} \text{ Н/м}^2$	3,81
Коэффициент Пуассона $\mu$	0,244
Температура Дебая $T_D$ , К	1030
Средняя скорость звука $V_m$ , $10^3 \text{ м/с}$	7,1
Показатель преломления $n$ , на длине волны $\lambda=800 \text{ нм}$	1,7338 (a) 1,7382 (b) 1,7318 (c)
Нелинейный показатель преломления $n_2$ , $10^{-13}$ ед. СГСЭ	1,49 (a) 1,50 (b)
Область пропускания, нм	250-5000

Поляризационные зависимости спектров поглощения ионов  $\text{Cr}^{3+}$  в кристалле  $\text{BeAl}_6\text{O}_{10}$ , представленные на рисунке 2, являются характерными для трехвалентных ионов хрома в октаэдрической позиции.

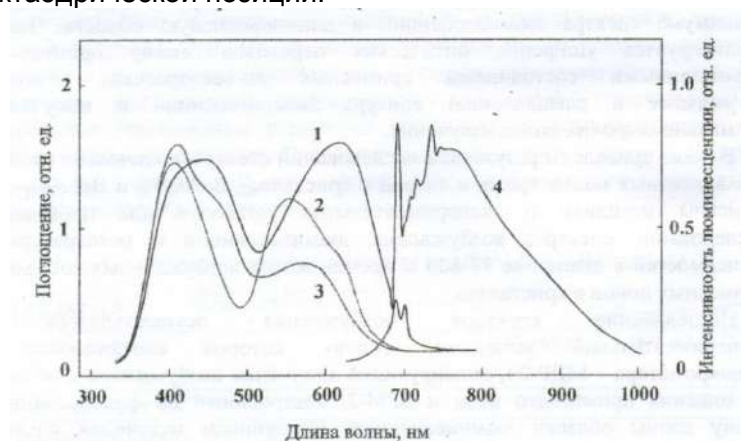


Рисунок 2 – Спектры поглощения (1,2,3) и люминесценции (4) ионов  $\text{Cr}^{3+}$  в кристалле  $\text{BeAl}_6\text{O}_{10}$  при 300 К: 1 – для поляризации  $E||a$ , 2 –  $E||b$ , 3 –  $E||c$ , 4 – для поляризации  $E||a$  при возбуждении излучением с  $\lambda=514,5 \text{ нм}$

Время жизни люминесценции ионов  $\text{Cr}^{3+}$  в кристалле гексаалюмината бериллия составляет 18 мкс при 77 К и уменьшается до 13,5 мкс при 300 К на длине волны излучения 807 нм. Температурная зависимость времени жизни возбужденного состояния иона  $\text{Ti}^{3+}$  в кристалле  $\text{BeAl}_6\text{O}_{10}$  характеризуется экспоненциальным законом распада с временем жизни 3,2 мкс при 77 К и 1,2 мкс при 300 К. Энергия термической активации верхнего уровня, определенная по этой зависимости, составляет  $900 \text{ см}^{-1}$ .

Наличие широкой полосы в спектрах люминесценции трехвалентных ионов титана в гексаалюминате связывается с янтеллеровским расщеплением основного состояния. Особенно четко двугорбая структура проявляется в кристалле



гексаалюмината бериллия (рис.3), при этом ширина полосы люминесценции в  $\text{Ti:BeAl}_6\text{O}_{10}$  превосходит ширину полосы известного лазерного материала  $\text{Ti:Al}_2\text{O}_3$ .

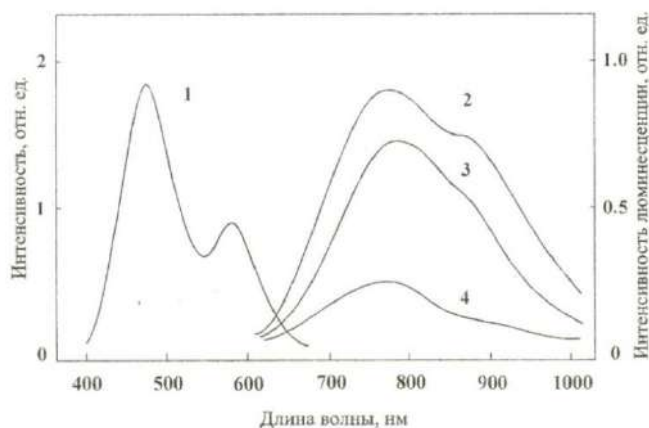


Рисунок 3 – Спектры возбуждения (1) и люминесценция (2, 3, 4) ионов  $\text{Ti}^{3+}$  в кристалле  $\text{BeAl}_6\text{O}_{10}$  при 300 К:2 – для поляризации  $E||a$ , 3 –  $E||c$ , 4 –  $E||b$

Полученные экспериментальные результаты показывают, что гексаалюминат бериллия, активированный трехвалентными ионами хрома и титана, обладает необходимыми лазерными характеристиками для создания на его основе широкополосных твердотельных лазеров, работающих на электронно-колебательных переходах примесных d-ионов.

Впервые реализована генерация на электронно-колебательном переходе  ${}^4T_2 - {}^4A_2$  ионов  $\text{Cr}^{3+}$  в гексаалюминате бериллия при импульсной ламповой накачке и достигнута перестройка излучения в диапазоне 780-920 нм.

#### Список литературы:

1. Wartenberg H., Reusch H.J. // Z.anorgan. allgem. Chem. 1932. Bd 207, N 1. S. 1
2. Geller R.F., Yavorsky P.J., Steierman B.L. // J.Res. Nat. Bur. Stand, - 1946. -Vol. 36, N 3. -P. 277
3. Foster W.R., Royal H.F. // J. Amer. Ceram. Soc. -1949. -Vol. 32, N 1. -P. 26
4. Будников П.П., Аветиков В.Г., Дудавский Е.И. и др. // ДАН СССР.-1949. -Т. 1, № 2. -С. 68-71
5. Галахов Ф.Я. // Изв. АН СССР. ОХН. -1957. -№ 9.-С. 1032-1036.

**ЛАЗЕРНЫЙ НАГРЕВ ПОРОШКОВЫХ МАТЕРИАЛОВ**

**Аршинов К.И., Бобровский В.В., Крапивная О.Н.,**

**Линевич А.В., Шедьков В.В.**

*Институт технической акустики НАН Беларуси, Витебск, Беларусь,*

*E-mail: itaaki@yandex.ru*

В настоящее время широко используемой технологией является лазерная обработка порошковых материалов, в частности, нагрев порошков, который может быть реализован в технологических процессах сушки порошков, получении из них изделий, покрытий или плавления/испарения порошков (см., например, [1-4]).

Эффективность воздействия лазерного излучения на порошки определяется рядом факторов, к которым относятся размер частиц, шероховатость поверхности, материал и температура порошков, длина волны и плотность мощности лазерного излучения [5-7]. В работе [8] для обработки дисперсных материалов, в частности, графитовых порошков, использовался нагрев частиц порошка путем многократного прохождения лазерного луча через струю порошка. Поперечное облучение потока порошка осуществлялось в реакторе с зеркалами, обеспечивающими многократное воздействие лазерного излучения на частицы порошка. В работе [9] многократное прохождение лазерного излучения через струю порошка, с целью увеличения времени нахождения порошка в области облучения, осуществлялось с использованием кольцевого лазерного луча, направляемого в вертикально расположенное цилиндрическое зеркало, вдоль оси которого осуществлялась подача порошка. В этом методе ввода лазерной энергии в порошковую струю лазерное излучение подводится к цилиндрической струе порошка равномерно по всей поверхности цилиндра. В работе [10] представлен новый метод ввода энергии лазерного излучения в порошковую струю при селективной лазерной наплавке, основанный на использовании конических лазерных пучков. Для формирования конических пучков используется линза-аксикон, позволяющая сфокусировать кольцевое лазерное излучение. Тем не менее, эта работа носит в большей степени расчетный, чем прикладной характер. Реализовать предлагаемые режимы технологического процесса наплавки, например, струи порошка титана диаметром 10 мкм из частиц, имеющих диаметр 0.1 мкм при плотности частиц в струе  $10^{14} \text{ см}^{-3}$  [10], представляется трудновыполнимой инженерной задачей. В той же степени это относится и к условиям формирования и подачи струй наноразмерных порошков.

Очевидно, что рассматриваемые способы нагрева порошков становятся более эффективными при повышении мощности лазерного излучения. Тем не менее, может быть предложен иной способ лазерного нагрева порошковых материалов, заключающийся в организации подачи порошка через внутриврезонаторную область лазера [4].

В данной работе изучался вопрос повышения эффективности нагрева порошков за счет максимального использования мощности лазерного излучения, запасенной в резонаторе и, соответственно, повышения температуры нагрева частиц порошков, не прибегая к дополнительному подводу энергии.

В качестве источника излучения использовался отпаянный электроразрядный  $\text{CO}_2$  лазер, резонатор которого образован глухим фокусирующим зеркалом 1, радиусом  $R=3$  м, из меди и полупрозрачным плоским зеркалом 2 из германия (см. рис.1). Трубка активного элемента 3 диаметром 8 мм и длиной 1.2 м на концах имела окна Брюстера из арсенида галлия. Известно, что излучение  $\text{CO}_2$  лазера ( $\lambda=10.6$  мкм) более эффективно поглощается керамическими и графитовыми порошками, в то время как металлические порошки лучше облучать излучением с длиной волны  $\lambda=1.06$  мкм, используя, например,  $\text{YAG Nd}^{+3}$  лазер [5].

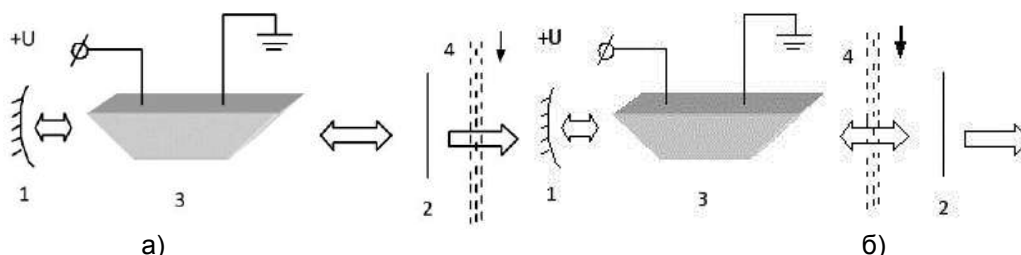


Рисунок 1 – Схема воздействия лазерного излучения на поток частиц графитового порошка: (а) вне резонатора, (б) внутри резонатора  
 1 - глухое Cu зеркало, 2 – полупрозрачное Ge зеркало, 3 – активный элемент CO<sub>2</sub> лазера с окнами Брюстера из GaAs, 4 - поток порошка

Выходная мощность используемого лазера была измерена с помощью ИМО-2Н и составляла 20 Вт. Невысокий уровень лазерного излучения выдвигал ряд требований к используемому в эксперименте порошку – необходимость высокой поглотительной способности, малой теплоемкости, высокой теплопроводности, размер частиц не должен был превышать длину волны лазерного излучения. В качестве рабочего был выбран графитовый порошок с размером частиц 1÷10 мкм.

Известно, что в стационарном режиме лазера максимальный вывод энергии из резонатора осуществляется при выполнении условия [11]

$$(1/L)\ln(R_1R_2)^{-0.5}=(k\rho)^{0.5}-\rho, \quad (1)$$

где  $L$ – длина активного элемента;  $R_1$  и  $R_2$  - коэффициенты отражения зеркал резонатора;  $\rho$ – коэффициент потерь;  $k$  - коэффициент усиления слабого сигнала.

В соответствии с формулой (1) оптимальная величина энергии, затраченной на нагрев частиц порошка, определяется такими параметрами лазера как уровень потерь, коэффициент усиления активной среды и коэффициенты отражения зеркал. Уровень потерь зависит, в том числе, и от концентрации частиц порошка, находящегося внутри резонатора (см. рис.1б). Подача порошка в зону нагрева осуществлялась непрерывным воздушным потоком 4 (см. рис.1), в который вводился порошок с помощью питателя, аналогичного описанному в [12]. Следовательно, существует оптимальная концентрация частиц порошка, подаваемого во внутррезонаторную зону нагрева, которую следует подбирать, изменяя производительность питателя и скорость воздушного потока.

В экспериментальных исследованиях было обнаружено, что при оптимальной концентрации графитового порошка, перемещаемого через внутррезонаторную зону нагрева (см. рис.1б), определенная доля частиц разогревается до белого цвета. Порошок той же концентрации, проходящий через зону нагрева вне резонатора (см. рис.1а), не нагревается даже до красного свечения. Сравнение степени нагрева частиц графитового порошка внутри и вне резонатора подтверждает возможность более эффективного нагрева порошка внутри резонатора без срыва генерации.

Следует также отметить, что лазерный резонатор был сформирован по традиционной схеме, используемой при создании лазера, когда требуется вывод максимального излучения из резонатора. При этом выбираются и другие оптимальные условия получения лазерной энергии (состав активной газовой среды, ее температура, величина тока разряда, минимизация потерь на оптических элементах).

Одной из задач настоящей работы являлось получение максимальной плотности мощности излучения внутри резонатора, что также может быть достигнуто заменой полупрозрачного выходного зеркала 2 (см. рис.1) на глухое зеркало. Замена в традиционной конструкции резонатора лазера полупрозрачного выходного зеркала на глухое приведет в дальнейшем к повышению запасенной внутри резонатора мощности и, соответственно, при подаче порошков в зону нагрева к повышению их температуры.

В представленной работе предложен и экспериментально апробирован способ внутрирезонаторного нагрева графитового порошка с использованием непрерывного электроразрядного CO<sub>2</sub> лазера.

**Список литературы:**

1. Толочко Н.К. Применение лазеров в порошковой металлургии // Физика и химия обработки материалов. -1995.– № 1.– С.94–101.
2. Yadroitsev I. Selective laser melting: direct manufacturing of 3D-objects by selective laser melting of metal powders. (LapLambertAcad. Publ., 2009.– 280 pp.)
3. Аршинов М.К., Сарасеко М.Н., Аршинов К.И. Лазерная поверхностная модификация оксидной керамики ZrO<sub>2</sub>:Co/Ni и Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:Co // Вестник Витебского государственного технологического университета. -2009.– № 17.– С.108–111.
4. Патент 20132 Республики Беларусь, МПК В22F1/00. Способ лазерного нагрева графитового порошка / Аршинов К.И., Бобровский В.В., Шедьков В.В., Крапивная О.Н., Линевиц А.В.; заявитель и патентообладатель Гос.науч. учрежд. «Ин-т технич. акустики Нац. академии наук Беларуси».- № а20130659; заявл. 2013.05.24; опубл. 2016.06.30, Бюл.№ 3 (110).– С.78–79.
5. Tolochko N.K., Laoui T., Khlopkov Yu.V., Mozzharov S.E., Titov V.I., Ignatiev M.B. Absorptance of powder materials suitable for laser sintering // Rapid Prototyping J. -2000.– V.6, № 3.– P.155–160.
6. Толочко Н.К., Аршинов К.И., Ядройцев И.А., Савич В.В., Пилиневич Л.П., Прежина Т.Е. Лазерная сварка пористых и компактных титановых элементов // Физика и химия обработки материалов. -2000.– №4.– С.75–78.
7. Толочко Н.К., Аршинов М.К., Аршинов К.И., Рагуля А.В. Лазерное спекание порошковых компактов SiO<sub>2</sub> // Порошковая металлургия. -2004.– №1–2.– С.12–19.
8. Патент RU №2196023 С2, МПК В22 F9/00. Способ лазерной обработки дисперсных материалов и устройство для его осуществления / Летфуллин Р.Р., Игошин В.И.; заявитель и патентообладатель Физический ин-т им.П.Н.Лебедева РАН. 10.01.2003
9. Чивель Ю.А. Конические лазерные пучки в селективной лазерной наплавке // Письма в ЖЭТФ. -2005.– Т.31, вып.1.– С.3–8.
10. Патент RU №2292989 С2, МПК В22 F9/00. Устройство для получения ультрадисперсных порошков / Чивель Ю.А.; заявитель и патентообладатель Гос.науч. учрежд. «Ин-т молекулярной и атомной физики НАН Беларуси». 10.02.2007
11. Методы расчета оптических квантовых генераторов / Под ред. Б.И.Степанова.- Минск: Наука и техника. - 1966.– Т.1.– 484 с.
12. Толочко Н.К., Мозжаров С.Е., Аршинов М.К., Аршинов К.И., Игнатъев М.Б. Лазерное спекание порошков при подаче непрерывного потока частиц в зону обработки // Физика и химия обработки материалов. -2003.– №5.– С.72–76.

## ОСОБЕННОСТИ ДЕФОРМАЦИОННО-СИЛОВОГО ПОВЕДЕНИЯ СПИРАЛЕЙ ИЗ СПЛАВА CuZn18Al7 В УСЛОВИЯХ РАЗВИТИЯ ЭФФЕКТА ПАМЯТИ ФОРМЫ

Затульский Г.З., <sup>1</sup>Вьюненко Ю.Н., <sup>2</sup>Носковец А.А.

Физико-технологический институт металлов и сплавов НАНУ, г. Киев, Украина

<sup>1</sup>ООО «Оптимикст Лтд», г. Санкт-Петербург, Россия

<sup>2</sup>ООО «Стелла», г. Санкт-Петербург, Россия

Спирали (рис.1), изготовленные из сплава CuZn18Al7, обладают замечательными деформационными свойствами. Высота спиральной детали может меняться во время нагрева от комнатной температуры до 390К почти на 140% [1, 2]. Однако, разрушение таких спиральных конструкций происходит при сравнительно малых нагрузках. Изготовленные из проволоки диаметром 3 мм образцы разрушались при нагреве под нагрузкой ~30Н. Отдельные спирали выдерживали реализацию эффекта памяти формы при больших нагрузках, до ~45Н.

Несколько иная ситуация наблюдается в условиях монотонного нарастания силового воздействия на образец в процессе формовосстановления с трансформацией кристаллической решетки при нагреве. С целью реализации указанных условий было изготовлено устройство, схема которого приведена на рисунке 2.

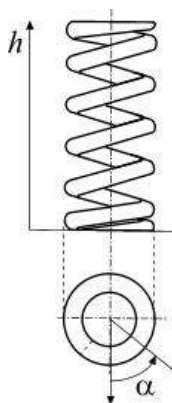


Рисунок 1 – Спираль из сплава CuZnAl

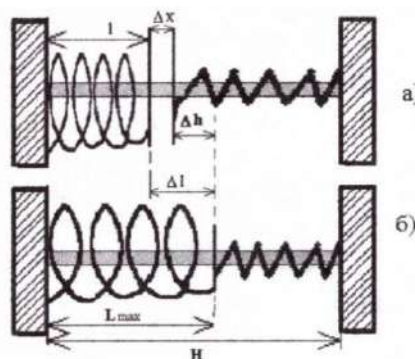


Рисунок 2 – Схема взаимодействия спирали с ЭПФ и упругого контртела в виде спиральной пружины

Спираль из сплава CuZnAl и упругая пружина размещены на одном направляющем стержне между двумя опорными стенками. В низкотемпературном состоянии (рис.2,а) и спираль, и упругая пружина находятся в свободном состоянии. Между ними существует зазор  $\Delta x$ . Во время нагрева в термостате в результате ЭПФ спираль начинает увеличиваться в длине. Первоначально этот процесс идет беспрепятственно. Затем спираль вступает во взаимодействие с пружиной и сжимает ее в условиях нарастающего сопротивления (рис. 2,б). В таблице 1 приведены условия испытания спирали в шести термоциклах.

Предполагали, что сила взаимодействия спирали и пружины будет определена расстоянием между опорными стенками  $H$ . Однако, оказалось, что размер спирали в низкотемпературном состоянии зависит от уровня силового взаимодействия с пружиной в высокотемпературном состоянии. Деформации ориентированного превращения, зависящие от этого взаимодействия, заметно изменяли низкотемпературные геометрические параметры спирали. В первом термоцикле силовое взаимодействие в 38Н привело к тому, что длина спирали  $l$  в низкотемпературном состоянии увеличилась на 3 мм. Уменьшение  $H$  во втором термоцикле привело к возрастанию силы взаимодействия с пружиной в высокотемпературном состоянии до 64Н и последующему уменьшению  $l$  на 4 мм. Это привело к уменьшению силового взаимодействия спирали и пружины (58Н) во время третьего нагрева. Но этого оказалось достаточно для сокращения  $l$  еще на 1 мм.

Уменьшение  $H$  в четвертом термоцикле до 190 мм привело к значительному возрастанию силы взаимодействия в высокотемпературном состоянии (до 73,5Н). На рисунке 3, а показаны температурная зависимость длины спирали (кривая 1) и силы взаимодействия с пружиной (кривая 2) от температуры. На рисунке хорошо видно, что с нарастанием сопротивления пружины замедляется удлинение спирали. Значительные нагрузки в высокотемпературном состоянии стимулировали сокращения низкотемпературной длины спирали еще на 3 мм.

Таблица 1 – Условия испытания спирали в шести термоциклах

Номер термоцикла (длина стержня)	$H$ (мм)	Длина спирали		Изменение длины спирали	$\Delta x$ , мм	Удлинение спирали, мм	Сжатие пружины, мм	$L_{max}$ , мм	Нагрузка на спираль, Н
		До термоцикла	После термоцикла						
1	200	71	74	+3	28	37	9	108	38
2	195	74	70	-4	20	35	15	109	64
3	195	70	69	-1	24	37,5	13,5	107,5	58
4	190	69	66	-3	19	36	17	106	73,5
5	190	66	(66)	(0)	23	41,5	12,5	101,5	54
6	190	(66)	-	-	23	32,5	9,5	98,5	33

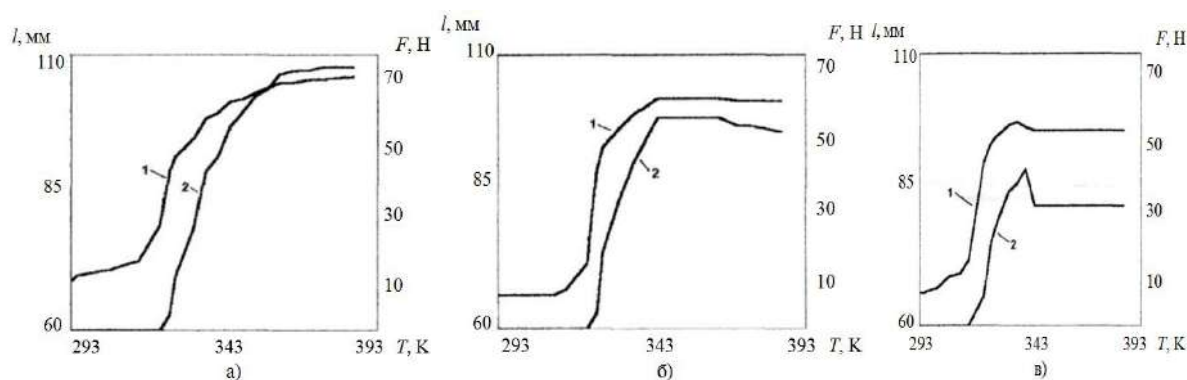


Рисунок 3 – Эволюция деформационно-силовых характеристик CuZnAl-спирали в 4-м (а), 5-м (б) и 6-м (в) термоциклах

В следующем термоцикле изменение размеров спирали началось при температуре 313K (рис. 3,б). Удлинение спирали первоначально с ростом температуры шло немного быстрее по сравнению с 4-м термоциклом. Но, достигнув силы взаимодействия ~32Н, спираль начинает изменяться медленнее. В интервале температур 337-345K прирост длины спирали с ростом температуры совпадает с тем, что происходило в предыдущем цикле.

При дальнейшем повышении температуры изменение размеров спирали останавливается, а после 365K расстояние между крайними витками сократилось. После охлаждения было обнаружено разрушение одного витка спирали, которое, видимо, стало развиваться после достижения температуры 345K. Отметим, что даже в условиях разрушения спираль развивала усилие сжатия до 54Н.

В шестом термоцикле наблюдали за коллективным поведением двух кусков спирали (рис.3, в). Деформационные процессы начались при более низких температурах. При 341K отмечен максимум силы взаимодействия с пружиной (приблизительно 43Н). В этот момент произошло разрушение еще одного витка спирали. Отметим, что претерпевающий разрушение в двух витках силовой элемент развивал усилие в 33Н.

Таким образом, в условиях плавно нарастающего силового воздействия спиральный образец может выдерживать нагрузки, превышающие 70Н. Однако, пока это зафиксировано в единичных случаях.

Многokrатное срабатывание спирального силового элемента возможно при ограниченных нагрузках. На рисунке 4, а показано развитие деформационного процесса во время трансформации кристаллической решетки при нагреве спирали в первом термоцикле при нагрузке 8Н, а на рисунке 4, б показано, как меняются геометрические характеристики в 1109 термоцикле с силовым воздействием ~10Н. Термоциклирование проводили в течение ~20лет с различной интенсивностью (до 12 термоциклов в сутки).

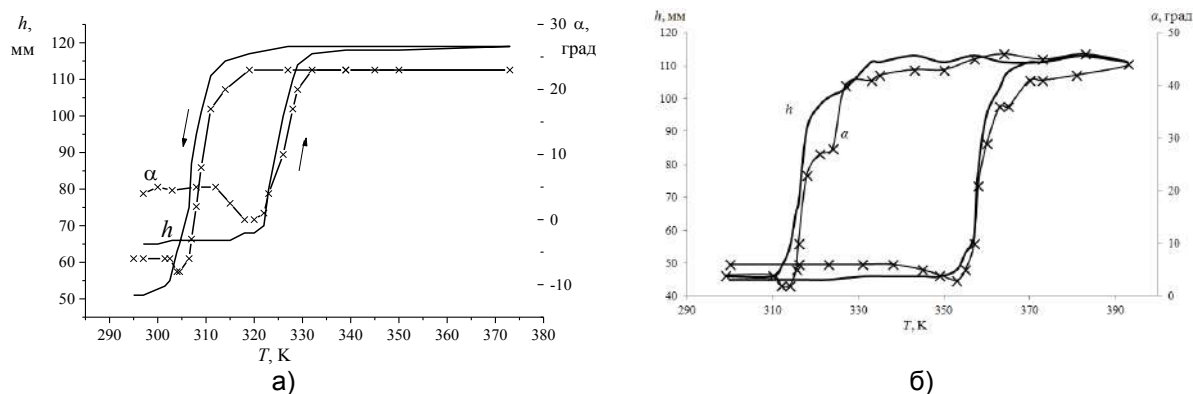


Рисунок 4 – Деформационные процессы в 1 термоцикле при  $F=8,0\text{Н}$  (а) и во время 1109 нагрева при  $F=10,0\text{Н}$  (б)

### Выводы

Полученные результаты показывают возможность длительного использования механизмов из сплава CuZn18Al7 при ограниченных нагрузках. Деформационные процессы в интервале температур прямого превращения, когда материал находится в состоянии пластичности превращения, зависят от степени силового взаимодействия с контртелом в высокотемпературной фазе. Разрушение спиральных образцов при термоциклировании под нагрузкой, как правило, происходит во время формоизменения, вызванного ЭПФ.

### Список литературы:

1. Вьюненко Ю.Н., Затульский Г.З. Деформационное поведение спирали из сплава CuZnAl вблизи температур мартенситных превращений // Сб. материалов XVII Петербургских Чтений по проблемам прочности (10-12 апреля 2007 г., Санкт-Петербург), 2007.– Ч.2.- С.237-240
2. Журбенко П.Н., Затульский Г.З., Носковец А.А., Вьюненко Ю.Н. Особенности деформационного поведения спиралей из сплава CuZn18Al7 в процессе развития эффекта памяти формы // Сб. материалов XXI Петербургских Чтений по проблемам прочности (15-17 апреля 2014 г., Санкт-Петербург), 2014.– С.152-154

**ПОЛУЧЕНИЕ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ АЛМАЗОВ И АЛМАЗОГРАФИТОВЫХ  
НАНОКОМПОЗИТОВ В МИКРОВОЛНОВОЙ ПЛАЗМЕ**

**Яфаров Р.К., Суздальцев С.Ю.**

*Саратовский филиал Института радиотехники и электроники им. В.А.  
Котельникова РАН, г. Саратов, Россия, E-mail: pirpc@yandex.ru*

Исследование условий и механизмов синтеза ультрадисперсных алмазов и алмазографитовых нанокomпозитов при низких температурах и давлениях имеет важное прикладное и фундаментальное значение. Это обусловлено уникальностью физико-химических характеристик этих материалов, которые отличны от свойств массивов основных модификаций углерода: графита и алмаза и поэтому находят широкое применение во многих отраслях науки и промышленности. Вместе с тем, современные фундаментальные исследования углеродных материалов ставят под сомнение саму возможность получения нанокристаллитов алмаза с использованием вакуумных технологий (см. например, [1]). Так, в литературе широко обсуждается изменение фазового состояния углерода в связи с уменьшением размера частиц – может ли быть устойчивым углерод в виде алмаза вместо графита? Основная трудность заключается в большой поверхностной энергии алмаза, которая, с одной стороны, является причиной низкой устойчивости частиц размером менее 10 нм и вынуждает систему нанокристаллитов снижать общую энергию путем, например, коагуляции, с другой, дает энергетическую возможность для перехода графит-алмаз, так как приведенная на моль объемных атомов величина поверхностной энергии составляет несколько сотен кДж/моль. Такая энергия способна повлиять на фазовое состояние углерода.

Перспективным методом получения новых наноструктурных и наноалмазографитовых композиционных материалов, в отличие от широко распространенного метода детонационного синтеза [2,3], является неравновесная высокоионизованная микроволновая плазма низкого давления в магнитном поле [4]. Основным ее преимуществом, по сравнению с плазмой других электрических газовых разрядов, является высокая степень ионизации и возможность управления функцией распределения электронов по энергиям в диапазоне от 5-10 до 90 - 100 эВ. Это позволяет селективно активировать состав углеродосодержащего плазмообразующего газа и создавать, таким образом, условия для получения углеродных структур с различными типами химических связей.

Цель работы – исследование с использованием микроволновой плазмы возможности получения углеродных нанокomпозиционных материалов с наполнителями в виде ультрадисперсных алмазов.

Плазмохимическое осаждение углеродных структур проводилось в вакуумной установке с использованием СВЧ ионно-плазменного источника на частоте 2,45 GHz [4]. Мощность СВЧ-излучения и индукция магнитного поля составляли 250 W и 875 Gs. Величина магнитного поля обеспечивала выполнение условий электронного циклотронного резонанса, при котором степень ионизации плазмы составляла около 5%. Осаждение осуществлялось на кварцевые и поликорковые подложки с использованием в качестве рабочего вещества паров этанола при давлении от 0,01 Pa до 5,0 Pa. Подложки в различных экспериментах нагревались до температуры 350°C.

Исследования углеродных структур осуществлялись с использованием зондовых методов атомно-силовой (АСМ) и электронной микроскопии, а также рентгеноструктурного анализа и комбинационного рассеяния света (КРС). Определены области режимов, обеспечивающих как раздельное получение углеродных пленочных структур заданной аллотропной модификации (алмазные, графитовые и др.), так и нанокomпозиционных структур, содержащих алмазную и графитовую фазы в различных объемных соотношениях.

Установлено, что при низких температурах подложек (от комнатной до 200°C) осаждаются мягкие углеводородные пленки, в рентгенограммах которых хорошо выражены пики, характерных для какой-либо кристаллической фазы углерода отсутствовали. Однако, изучение с помощью АСМ микротопографии пленок показало, что они представляют собой гетерофазную систему, где в аморфной матрице



рассеяны микрокристаллиты в форме пирамид с диаметрами оснований от 0,05 до 0,1 мкм и высотой от 0,02 до 0,15 мкм (рис. 1). Размер и концентрация микрокристаллитов зависят от режима осаждения.

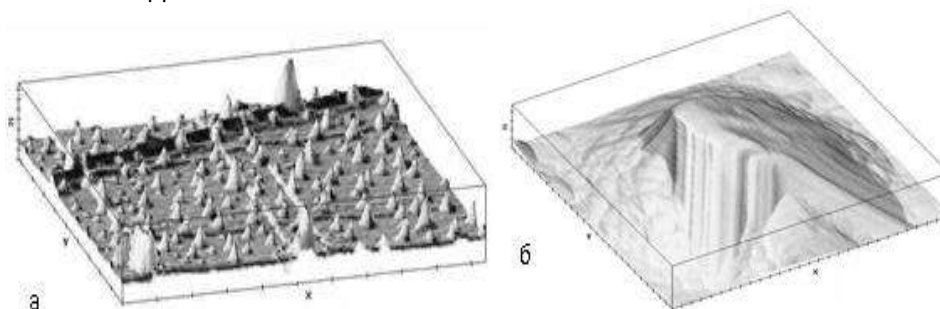


Рисунок 1 – АСМ – изображение нанокomпозитной алмазоуглеводородной матрицы (а) (масштаб: X:1 мкм, Y:1 мкм, Z:0,1 мкм) и наноалмазного кристаллита в ней (б) (масштаб: X:0,1 мкм) Y:0,1 мкм, Z:10 нм)

При температурах подложек выше 200°C в области давлений паров этанола между конденсацией в СВЧ плазме алмазных и графитовых пленочных структур наблюдалось осаждение нанокomпозиционных углеродных покрытий, которые представляли собой графитовую матрицу с включениями алмазоподобных нанокристаллитов (рис.2). Кристаллиты с минимальными размерами и повышенной поверхностной плотностью возникали при положительных смещениях.

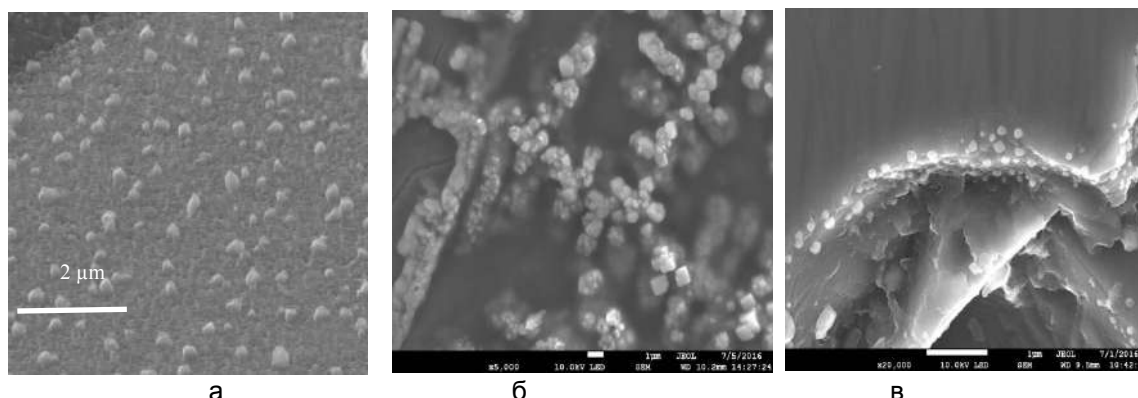


Рисунок 2 – СЭМ - изображения поверхностной (а,б) и объемной (в) микроструктур алмазографитовых пленочных покрытий, полученных в СВЧ плазме паров этанола при положительных смещениях

Рентгеноструктурные исследования пленок показали присутствие в них включений мелкокристаллической фазы графита (002), алмазных фаз кубической ориентации (111) и гексагональных решеток трех различных структурных модификаций (лонсдейлит, С(20Н) и др.). В спектрах КРС присутствуют линия при  $1120 \text{ см}^{-1}$ , которая указывает на наноалмазную фазу с размером кристаллитов от 2 до 100 нм, и две гауссоподобные полосы: в области  $1330 \text{ см}^{-1}$ , которая свидетельствует о присутствии алмазной фазы, и вторая, более слабая в области  $1580 \text{ см}^{-1}$ , которая связана с углеродом в форме графита (рис.3). Поверхностная плотность кристаллитов на графитоподобной матрице составляла от  $5 \cdot 10^6$  до  $1,4 \cdot 10^8 \text{ см}^{-2}$ .

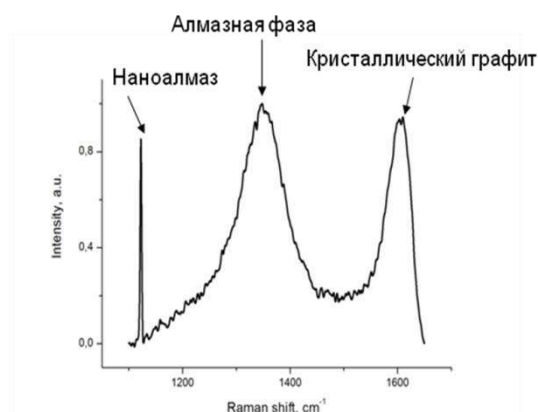


Рисунок 3 – Спектры КРС для нано-алмазографитовых пленок

Полученные композитные материалы с наноалмазным наполнителем могут найти широкий спектр применений. В отличие от детонационного, преимуществом СВЧ метода является погруженность наноалмазов в уникальную по своим функциональным свойствам каркасную графитовую или углеводородную матрицу. Это исключает возможность их агрегатирования в прочные образования, которые в случае сухих порошкообразных наноалмазов нуждаются в дополнительной подготовке сухого продукта при изготовлении паст путем механического дробления. Имеются широкие возможности для непосредственного их нанесения на любые подложки и детали и использования нанокомпозитного материала, например, в качестве «твердой» антифрикционной смазки в металлических парах трения и качения, накопителя газовой массы при создании портативных источников тока на базе топливных элементов, изготовлении ударопрочных углепластиков, адсорбентов, катализаторов и т.д.

По сравнению с существующими методами синтез наноалмазов в неравновесной СВЧ плазме имеет следующие преимущества и особенности:

- отсутствует необходимость в наличии специфической и дорогостоящей инфраструктуры, связанной с использованием энергии взрыва и взрывчатых веществ;
- обеспечивается возможность управления размерами и распределением концентрации наноалмазов в объемной матрице, позволяющая создавать структуры с заданными градиентными свойствами;
- данная технология синтеза наноалмазных пленочных материалов совместима с технологическими процессами микроэлектронного производства.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект №16-19-10033).

#### **Список литературы:**

1. Квашнин А.Г., Квашнина О.П., Сорокина Т.П., Сорокин П.Б., Billups W.E. Моделирование фазового перехода аморфный углерод-алмаз, индуцированного ионизирующим излучением. // Известия высших учебных заведений. Серия Химия и химическая технология. -2015. -Т.58, Вып.5. -С. 22-24.
2. Даниленко В.В. Синтез и спекание алмазов взрывом. М.: Энергоатомиздат, 2003. -272с.
3. Витязь П.А. Детонационные наноалмазы: получение, свойства и применение. // ФТТ. -2004. -Т.46, Вып.4. -С.591 – 595.
4. Яфаров Р.К. Физика СВЧ вакуумно-плазменных нанотехнологий. М.: Физматлит, 2009. -216 с.

## СОЗДАНИЕ АВТОЭМИССИОННЫХ КАТОДОВ ДЛЯ МОЩНЫХ ЭВП И ВАКУУМНОЙ МИКРОЭЛЕКТРОНИКИ

Яфаров Р.К.

*Саратовский филиал Института радиотехники и электроники  
им. В.А. Котельникова РАН, г. Саратов, Россия, E-mail: pirpc@yandex.ru*

Идеальными электрофизическими свойствами для применения в мощных ЭВП в качестве автоэмиссионных катодов обладает нанокристаллический алмаз. Благодаря этому, сотрудниками Аргонской национальной лаборатории, США, показано, что нанокристаллические алмазные покрытия nanoострий и пленки, полученные с использованием неравновесной микроволновой плазмы способны обеспечивать чрезвычайно высокую плотность тока (до 60-100 мкА на острие!) и стабильность.

В работе [1] с использованием микроэлектронных технологий разработан способ изготовления многоострийных автоэммиттеров с алмазным покрытием. Эмиттеры представляют собой кремниевые острия диаметром от 1 до 10 мкм, с высотой не менее 10 мкм и радиусом закругления при вершине менее 10 нм, выполненные из нитевидных кристаллов кремния, эпитаксиально выращенных на монокристаллической кремниевой подложке.

Большая высота и малый радиус закругления вершины автоэлектронных эмиттеров обеспечивают большой коэффициент усиления поля. Вместе с тем, алмазные частицы на вершине или алмазоподобные пленочные покрытия, обладающие пониженной эффективной работой выхода, в сочетании с указанными характеристиками эмиттеров обеспечивают низкие рабочие напряжения, снижают требования к рабочему вакууму из-за низкого коэффициента катодного распыления, способствуют повышению деградационной стойкости катода [2,3].

Однако простые расчеты показывают, что полученные острия имеют поверхностную плотность в интервале от  $10^3$  до  $10^4$  см<sup>-2</sup>. При этом для получения плотности тока до 100 А/см<sup>2</sup> и выше токовая нагрузка на каждый эмиссионный центр должна составить  $10^4$  -  $10^5$  мкА. Согласно современным мировым достижениям, такие автоэмиссионные матрицы не могут обеспечить получение заданных плотностей автоэмиссионных токов

Таким образом, для получения сильноточных и деградационно стойких эмиттеров с плотностью автоэмиссионного тока до 100 А/см<sup>2</sup> и выше необходимо иметь многоострийные катодные материалы с поверхностной плотностью острий не менее, чем  $10^6$  –  $10^8$  см<sup>-2</sup>. При этом токовая нагрузка на каждое острие может составить от 1 до 100 мкА, что согласно известным литературным данным является достижимым при использовании острийных алмазных эмиттеров.

При поверхностной плотности острий  $10^6$  –  $10^8$  см<sup>-2</sup> период их расположения должен быть меньше 10 и лучше – меньше 1 мкм. С точки зрения использования современных литографических микроэлектронных технологий создание таких многоострийных матриц представляется вполне реализуемой задачей. Однако это приведет к неоправданному их удорожанию.

Решение проблемы, как и в случае разработки промышленных технологий получения квантовых точек, может быть достигнуто разработкой новых технологий создания алмазных многоострийных катодных материалов с использованием явлений самоорганизации. При этом должны быть решены вопросы транспорта электронов к эмиттирующим центрам, так как сам по себе алмаз является инертным материалом и хорошим диэлектриком.

Следует отметить также, что согласно литературным данным, флуктуация тока с одного автоэмиссионного острия составляет около 50%. По законам статистики большое количество острий уменьшает флуктуации общего тока, которая для таких концентраций эмиссионных центров не превысит 1%.

Цель работы – исследование возможностей получения в микроволновой плазме композиционных пленочных структур на основе графита с включениями алмазных нанокристаллитов с поверхностной плотностью не менее  $10^6$  –  $10^8$  см<sup>-2</sup>.

Плазмохимическое осаждение углеродных структур проводилось в вакуумной установке с использованием СВЧ ионно-плазменного источника на частоте 2,45 GHz

[4]. Мощность СВЧ-излучения и индукция магнитного поля составляли 250 W и 875 Gs. Величина магнитного поля обеспечивала выполнение условий электронного циклотронного резонанса, при котором степень ионизации плазмы составляла около 5%. Осаждение осуществлялось на кварцевые и поликорковые подложки с использованием в качестве рабочего вещества паров этанола при давлении от 0,05 Pa до 1,0 Pa. Подложки в экспериментах нагревались до температуры  $300 \pm 10^\circ\text{C}$ . Исследования углеродных структур осуществлялись с использованием методов атомно-силовой и электронной микроскопии, а также рентгеноструктурного анализа и комбинационного рассеяния света (КРС).

Установлено, что при температурах подложек выше  $200^\circ\text{C}$  в области давлений паров этанола между конденсацией в СВЧ плазме алмазных и графитовых пленочных структур наблюдалось осаждение наноконпозиционных углеродных покрытий, представляющих собой графитовую матрицу с включениями алмазоподобных нанокристаллитов (рис. 1). Их размер и концентрация зависят от режима осаждения. Рентгеноструктурные исследования показали присутствие включений мелкокристаллической фазы графита (002), алмазоподобной фазы кубической ориентации (111) и гексагональных решеток трех различных структурных модификаций (лонсдейлит, C(20H) и др.). Эти результаты подтверждены данными КРС (рис.2).

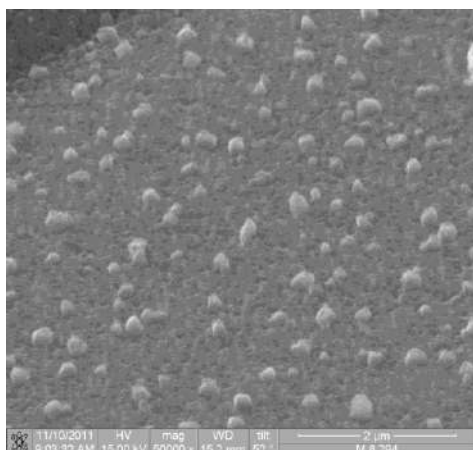


Рисунок 1 – СЭМ – изображение наноконпозиционной алмазграфитовой пленки

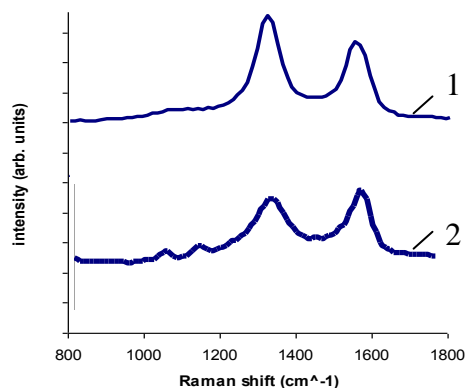


Рисунок 2 –Спектры КРС для углеродных пленок, полученных при различных смещениях в СВЧ плазме паров этанола: 1 -  $U = +200\text{V}$ ; 2 -  $U = -300\text{V}$

Обнаруженный эффект самоорганизации алмазных нанокристаллитов в графитовых матрицах обусловлен следующим. Микроволновая плазма в магнитном поле за счет изменения частоты столкновений и вводимой мощности позволяет генерировать широкий энергетический спектр свободных электронов. В результате их неупругих столкновений с молекулами плазмообразующего газа формируются ионы и атомы углерода различных степеней возбуждения, которые при термоударах на холодной подложке и локальных пересыщениях образуют зародыши новой фазы той или иной аллотропной модификации. При этом вероятность зарождения наноалмазов возрастает, поскольку преобладающими при их образовании являются не термодинамические факторы, а процессы физической кинетики.

Установлено экспериментально и затем обосновано с использованием кластерной модели структуры аморфного углерода влияние режима осаждения алмазграфитовых пленочных структур на их автоэмиссионные характеристики.

При отрицательных смещениях на подложкодержателе в процессах плазмохимического синтеза усиливается влияние кинетических факторов, которые способствуют образованию фаз аморфного углерода со смешанными  $sp^3$ - и  $sp^2$  связями. В КРС спектрах этих пленок (кривая 2 на рис. 2) наблюдается достаточно широкая полоса в области  $1330\text{ cm}^{-1}$ , что свидетельствует о большом разбросе по размерам образующихся  $\pi$ -связанных кластеров, которые характерны для графитовых структур, а также небольшие гауссоподобные выступы в области  $1120$  и  $1180\text{ cm}^{-1}$ ,

которые соответствуют наноалмазной модификации углерода. При положительных смещениях процесс роста пленки протекает в более термодинамических равновесных условиях. В спектрах КРС этот факт выражается в том, что полоса в области  $1330\text{ см}^{-1}$  становится более узкой и сильной, по сравнению с пиком в области  $1580\text{ см}^{-1}$  (кривая 1 на рис.2). Такая трансформация КРС пиков свидетельствует о более однородных и больших по размерам  $\pi$ -связанных графитовых кластерах. Это способствует уменьшению энергии активации проводимости в композитной структуре и улучшению условий доставки электронов к наноалмазным кристаллитам, которые обладают, по сравнению с графитовыми наноструктурами, пониженной эффективной работой выхода и более высокой деградационной стойкостью. В результате этого за счет повышения прозрачности потенциальных барьеров как в объеме, так и на поверхности углеродной структуры, уменьшается порог возбуждения автоэмиссии. Полученное таким образом уменьшение рабочих напряжений автоэмиссии позволяет увеличить запас электрической прочности синтезированных пленочных алмазографитовых структур и получить ленточные источники холодных электронов с плотностью автоэмиссионного тока в импульсе более  $100\text{ А/см}^2$ .

Разработанная технология плазмохимического осаждения наноалмазографитовых пленочных структур позволяет формировать эмиттеры холодных электронов при температурах от  $250$  до  $350^\circ\text{C}$ . Это дает возможность совместить ее с другими технологиями микроэлектронного производства.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект №16-19-10033).

#### **Список литературы:**

1. Гиваргизов Е.И., Жирнов В.В., Степанова А.Н., Обеленская Л.Н. Матричный автоэлектронный катод и электронный прибор для оптического отображения информации. Патент на изобретение RU № 2074444.
2. Алмазы в электронной технике: Сб. ст. Отв. ред. В.Б. Квасков. Энергоатомиздат. М. 1990. -248 с.
3. Белл Р. Эмиттеры с отрицательным электронным средством. // М. Госэнергоиздат. 1973.
4. Яфаров Р.К. Физика СВЧ вакуумно-плазменных нанотехнологий. М.: Физматлит, 2009. -216 с.

**ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ВЛИЯНИЯ СЛАБЫХ ИМПУЛЬСНЫХ МАГНИТНЫХ ПОЛЕЙ НА СВОЙСТВА КОНДЕНСИРОВАННЫХ СРЕД**

<sup>1,2</sup>Шипко М.Н., <sup>3</sup>Коровушкин В.В., <sup>2,4</sup>Степович М.А., <sup>3</sup>Костишин В.Г.

*Ивановский государственный энергетический университет им. В.И. Ленина,  
г. Иваново, Россия, E-mail: michael-1946@mail.ru*

*<sup>2</sup>Ивановский государственный университет, г. Иваново, Россия,  
E-mail: michael-1946@mail.ru, m.stepovich@rambler.ru*

*<sup>3</sup>Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»,  
г. Москва, Россия, E-mail: krvsch@mail.ru, drvgkostishyn@mail.ru*

*<sup>4</sup>Калужский государственный университет им. К.Э. Циолковского,  
г. Калуга, Россия, E-mail: m.stepovich@rambler.ru*

Повышение эксплуатационных параметров материалов является весьма важной технологической задачей. Эта задача может быть решена различными методами. Наиболее известными и широко используемыми в промышленном производстве являются следующие классические методы: упрочнение легированием, упрочнение пластическим деформированием, упрочнение термическими методами, в т.ч. поверхностная закалка, обработка лазером и электроискровое легирование, некоторые другие (цементация или азотирование стали, нитроцементация и т.п.) [1-3], плазменная обработка (см., например, [4-8]). Однако возможно использование и иных, в настоящее время ещё не нашедших широкого применения, но весьма перспективных и экономичных методов повышения эксплуатационных характеристик материалов, основанных на использовании электромагнитных излучений [9, 10], сравнительно просто реализуемых [11] и не требующих использования дорогостоящего оборудования [11-13]. В развитии такого подхода в настоящей работе проведён анализ имеющихся литературных данных по влиянию электромагнитных полей на прочностные свойства металлов, особенностей технологии поверхностного упрочнения сталей и сплавов, в т.ч. возможностей снижения склонности к хрупкому разрушению материалов в результате магнитоимпульсной обработки (МИО) [11-18]. Наиболее результативными методами исследования влияния электромагнитных полей на локальные характеристики металлов и сплавов оказались порометрия, атомная силовая и, в меньшей степени, растровая электронная микроскопия и рентгеноспектральный микроанализ [14-18], однако наиболее интересные результаты были получены нами при использовании ядерной гамма-резонансной спектроскопии [19], которая позволяет получить уникальную информацию об объекте исследования – см., например, [6-8, 12-19]. На основе анализа имеющихся литературных данных и результатов собственных исследований сделан вывод о том, что слабое ( $10 \dots 100 \text{ кА/м}$ ) низкочастотное ( $10 \dots 20 \text{ Гц}$ ) импульсное (интервал 1 с, длительность импульса 0,1 с, число импульсов  $20 \dots 50$ ) магнитное поле, изменяя спиновое состояние частиц, может ускорить процессы реконструкции решетки, изменить энергетическое состояние дефектов и, как следствие, вызвать изменение физико-химических параметров материала, в т.ч. повышение износостойкости конструкционных легированных сталей после их обработки ориентировочно в 1,2...2 раза. В то же время, имеющиеся в литературе сведения и полученные авторами работы результаты указывают на возможность заметных изменений физико-механических свойств под влиянием слабых электромагнитных полей для широкого класса материалов: металлов, других кристаллических объектов, например, ферритов [20-22], и даже полимерных материалов и жидкостей. Однако механизмы влияния таких полей на состояние дефектов, мезоструктуру и, как следствие, на прочностные свойства твёрдых тел, заметно отличаются в зависимости от их природы. В частности, одной из причин влияния электромагнитного поля на пластичность ферро- или сегнетоматериалов является взаимодействие линейных дефектов с доменными стенками, однако при этом игнорируются возможности влияния полей на энергию кулоновского взаимодействия между дефектами и атомами, на спиновую систему электронов материала. Вместе с тем, перспективы использования электрических и магнитных полей в технологии наноматериалов стимулируют изучение механизмов действия полей на конденсированное вещество с учетом квантовых эффектов.

Некоторые новые результаты экспериментальных исследований влияния МИО на магнитные параметры аморфной электротехнической стали представлены в таблице 1. Наблюдающийся эффект может быть объяснён уменьшением дефектности в структуре аморфной стали, что приводит к более совершенной её структуре.

Таблица 1 – Результаты экспериментальных исследований влияния МИО на магнитные параметры аморфной электротехнической стали

Образец стали	Удельная намагниченность насыщения $\sigma_s$ , Ам <sup>2</sup> /кг	Удельная остаточная намагниченность $\sigma_r$ , Ам <sup>2</sup> /кг	Коэрцитивная сила $H_c$ , кА/м	Магнитная энергия $P$ , кЭ.emu/г	Коэффициент прямоугোলности и петли магнитного гистерезиса $M_r/M_s$
Исходный	61,10	6,84	2,0	6,3	0,112
После МИО	61,79	7,58	2,2	3,4	0,123

### Список литературы:

1. Обработка и упрочнение поверхностей при изготовлении и восстановлении деталей / В.И. Бородавко, В.С. Ивашко, С.А. Клименко, М.Л. Хецефец; под общ ред. М.Л. Хецефеца, С.А. Клименко. – Минск: Беларус. навука, 2013. – 463 с.
2. Технология машиностроения: учебн. для вузов: в 2 т. / В.М. Бурцев, А.С. Васильев, И.Н. Гемба и др.; под ред. А.М. Дальского, А.И. Кондакова. – Том 1. Основы технологии машиностроения. – 3-е изд., испр. и перераб. – М.: МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2011. – 478 с.
3. Горобей Н.Н., Лукьяненко А.С. Упрочнение поверхностного слоя металлических образцов легированием // Современное машиностроение. Наука и образование: Материалы 4-й международной научно-практической конференции. – СПб.: СПбГПУ, 2014. – С. 1119-1128.
4. Воробьев В.Ф., Помельникова А.С., Шипко М.Н., Степович М.А. Исследование влияния коронного и тлеющего разрядов на прочностные и химические свойства сталей // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2011. – № 12. – С. 88-92.
5. Vorobyov V.F., Pomel'nikova A.S., Shipko M.N., Stepovich M.A. Using Corona and Glow Discharges for Improving Strength Properties and Corrosion Resistance of Steel // Journal of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques. – 2011. – Vol. 5, no. 6. – P. 1208-1211.
6. Шипко М.Н., Костишин В.Г., Степович М.А., Коровушкин В.В. Модификация свойств ферритовых материалов с гексагональной структурой при обработке в плазме коронного разряда // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2017. – № 1. – С. 89-93.
7. Степович М.А., Шипко М.Н., Костишин В.Г., Коровушкин В.В. Влияние коронного разряда на характеристики супердисперсных частиц магнетита // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2017. – № 2. – С. 32-35.
8. Stepovich M.A., Shipko M.N., Kostishin V.G., Korovushkin V.V. Influence of Corona Discharge on the Characteristics of Superdispersed Magnetite Particles // Journal of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques. – 2017. – Vol. 11, no. 1. – P. 194-196.
9. Альшиц В.И., Даринская Е.В., Колдаева М.В., Петржик Е.А. Магнитопластический эффект: основные свойства и физический механизм // Кристаллография. – 2003. – Т. 48, № 5. – С. 826-854.
10. Шипко М.Н., Помельникова А.С., Шипко Г.А. Физико-химические особенности технологий поверхностного упрочнения сталей и сплавов. – Иваново: ИГЭУ, 2008. – 144 с.
11. Староверов Б.А., Степович М.А., Шипко М.Н. Автоматизация процессов импульсной магнитной обработки металлов и прецизионных сплавов // Промышленные АСУ и контроллеры. – 2011. – № 8. – С. 1-4.

12. Шипко М.Н., Степович М.А., Полетаев В.А., Костюк В.Х. О влиянии слабых импульсных магнитных полей на процессы упорядочения в прецизионных сплавах системы Fe-Si-Al // Вестник ИГЭУ. – 2011. – Вып. 5. – С. 49-51.

13. Шипко М.Н., Степович М.А., Староверов Б.А., Костюк В.Х. Влияние слабых низкочастотных импульсных магнитных полей на физико-механические свойства металлов и прецизионных сплавов // Промышленные АСУ и контроллеры. – 2012. – № 1. – С. 2-6.

14. Заблоцкий А.В., Вирюс А.А., Каминская Т.П., Коровушкин В.В., Кузин А.Ю., Степович М.А., Тодуа П.А., Филиппов М.Н., Шипко М.Н. Локальные характеристики прецизионных сплавов Fe<sub>3</sub>(SiAl) после магнитно-импульсной обработки// Нано- и микросистемная техника. – 2013. – № 7. – С. 2-5.

15. Вирюс А.А., Каминская Т.П., Шипко М.Н., Степович М.А. Локальный анализ состава и структуры прецизионных сплавов системы Fe-Si-Al, подвергнутых магнитно-импульсной обработке // Физика и химия обработки материалов. – 2013. – № 2. – С. 71-75.

16. Каминская Т.П., Коровушкин В.В., Попов В.В., Шипко М.Н., Степович М.А. Атомная силовая микроскопия сплавов Fe<sub>3</sub>(SiAl), подвергнутых магнитоимпульсной обработке // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2014. – № 12. – С. 26-30.

17. Kaminskaya T.P., Korovushkin V.V., Popov V.V., Shipko M.N., Stepovich M.A. Atomic-Force Microscopy of Fe<sub>3</sub>(SiAl) Alloys under Magnetic-Pulse Treatment // Journal of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques. – 2014. – Vol. 8, no. 6. – P. 1235-1239.

18. Шипко М.Н., Коровушкин В.В., Костишин В.Г., Староверов Б.А., Степович М.А. О некоторых результатах использования магнитоимпульсной обработки материалов для улучшения их магнитных характеристик // Материалы и структуры современной электроники: Сборник научных трудов VII международной научной конференции, посвящённой 50-летию кафедры физики полупроводников и наноэлектроники (12-13 октября 2016 г., Белоруссия, г. Минск, Белорусский государственный университет) / редкол.: В.Б. Оджаев (отв. ред.). – Минск: БГУ, 2016. – С. 310-313. <http://elib.bsu.by/handle/123456789/165781>.

19. Степович М.А., Шипко М.Н., Коровушкин В.В., Игошин И.П. Использование эффекта Мёссбауэра для изучения влияния слабого импульсного магнитного поля на кристаллическую структуру сплавов Fe<sub>3</sub>(SiAl) // Научный поиск. – 2013. – № 4 (10). – С. 63-65.

20. Коровушкин В.В., Костишин В.Г., Степович М.А., Шипко М.Н. Влияние магнитоимпульсной обработки на магнитные характеристики иттриевых ферритов-гранатов // Известия РАН. Серия физическая. – 2016. – Т. 80, № 12. – С. 1643-1648.

21. Shipko M.N., Kostishyn V.G., Korovushkin V.V., Isaev I.M., Stepovich M.A., Tikhonov A.I., Savchenko E.S. Magnetic properties and local parameters of crystal structure for BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> and SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> hexagonal ferrites // Journal of Nano- and Electronic Physics. – 2016. – Vol. 8, no. 3 – P. 03004(4pp).

22. Korovushkin V.V., Kostishyn V.G., Stepovich M.A., Shipko M.N. Effect of Magnetic Pulse Treatment on the Magnetic Characteristics of Yttrium–Iron Garnets // Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics. – 2016. – Vol. 80, no. 12. – Pp. 1450-1454.



## ТЕРМИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА ПОДЛОЖЕК ИЗ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ В ТЕХНОЛОГИИ АЛМАЗНОГО НАНОТОЧЕНИЯ ОПТИЧЕСКИХ ПОВЕРХНОСТЕЙ

Шаронов Г.В., Гусаков Г.А.

НИИПФП им. А.Н.Севченко БГУ, г.Минск, Беларусь, E-mail: sharonov@hotmail.ru

Анализ технического состояния различных отраслей промышленности, связанных с использованием современных конструкционных композиционных материалов, керамики, цветных металлов и сплавов для изготовления суперточных изделий показывает, что наиболее эффективным способом обработки является технология алмазного лезвийного точения. Главные достоинства метода алмазного точения – это высокая производительность (в 5-10 раз выше по сравнению с другими методами) и высокая чистота обработки поверхности ( $R_z \leq 5\text{нм}$ ).

В представленной работе исследуются технологические процессы наноразмерной алмазной лезвийной обработки поверхности подложек на основе алюминиевых сплавов для изготовления оптических зеркал-отражателей с высокой лучевой прочностью. К металлам для изготовления зеркал-отражателей предъявляются жесткие требования: минимальные значения физической, химической и индуцированной неоднородности; отсутствие внутренних напряжений; хорошая полируемость; высокая отражательная способность; высокая теплопроводность и минимальный коэффициент линейного расширения. Неоднородности структуры поверхности, остаточные внутренние напряжения, температурные деформации, присущие металлам, могут существенно сказаться на оптических и эксплуатационных характеристиках изделий. Как показывает практика, оптимальным материалом для изготовления зеркал-отражателей является алюминиевый сплав АМг2, несмотря на его высокий коэффициент линейного расширения. Сплав АМг2 широко используется при изготовлении различных изделий методами холодного прессования и штамповки. Режимы термообработки этого материала, позволяющие повысить его пластичность перед обработкой давлением, а также режимы, снимающие остаточные напряжения после формовки и придающие готовому изделию требуемое сочетание прочности и пластичности, хорошо известны [1]. Вместе с тем, влияние предварительной термической обработки сплава АМг2 на чистоту поверхности при обработке точением изучено недостаточно.

При изготовлении зеркал-отражателей для стабилизации фазового и структурного состояния подложек из алюминиевого сплава АМг2 проводилась термическая и механическая обработки. Предварительная механическая обработка поверхности осуществлялась твердосплавным резцом. Финишная обработка производилась на прецизионном токарном станке модели МК 6501 с вертикальным расположением шпинделя на воздушном подшипнике с использованием специального алмазного резца с радиусом закругления лезвия  $\leq 0,05$  мкм. Термическая обработка проводилась в лабораторной электропечи марки SNOL 58/350. Для отработки технологических режимов разработана технологическая оснастка (прецизионные тиски) и изготовлены контрольные образцы подложек 20x20x7 мм, которые подвергались термической и механической обработке по заданной программе.

Были исследованы следующие режимы предварительной термической обработки:

Режим 1 (образец №1) - исходный сплав АМг2 в состоянии поставки.

Режим 2 (образец №2) – гомогенизация при  $T = 200^\circ\text{C}$  в течение 10 часов с последующим охлаждением на воздухе.

Режим 3 (образец №3) – гомогенизация при  $T = 200^\circ\text{C}$  в течение 10 часов с последующим охлаждением на воздухе, обработка твердосплавным резцом, возврат при  $T = 100^\circ\text{C}$  в течение 6 часов с последующим охлаждением на воздухе.

Режим 4 (образец №4) - гомогенизация при  $T = 200^\circ\text{C}$  в течение 10 часов с последующим охлаждением на воздухе, два цикла обработки твердосплавным резцом и возврата при  $T = 100^\circ\text{C}$  в течение 6 часов с последующим охлаждением на воздухе.

После проведения указанных выше термических обработок все образцы проходили предварительную обработку твердосплавным резцом и финишную обработку алмазным резцом в одинаковых режимах.

Анализ состояния поверхности проводился с использованием микротвердомера ПМТ-3 и атомно-силового микроскопа (АСМ) SolverProP47.

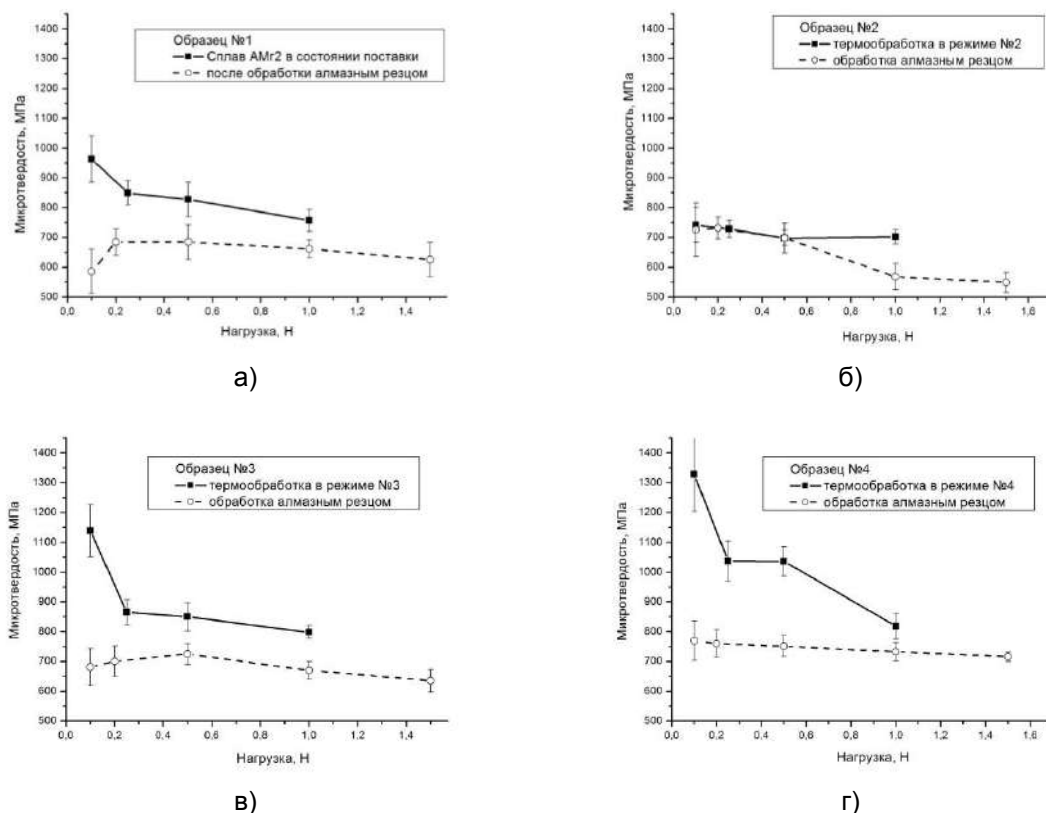
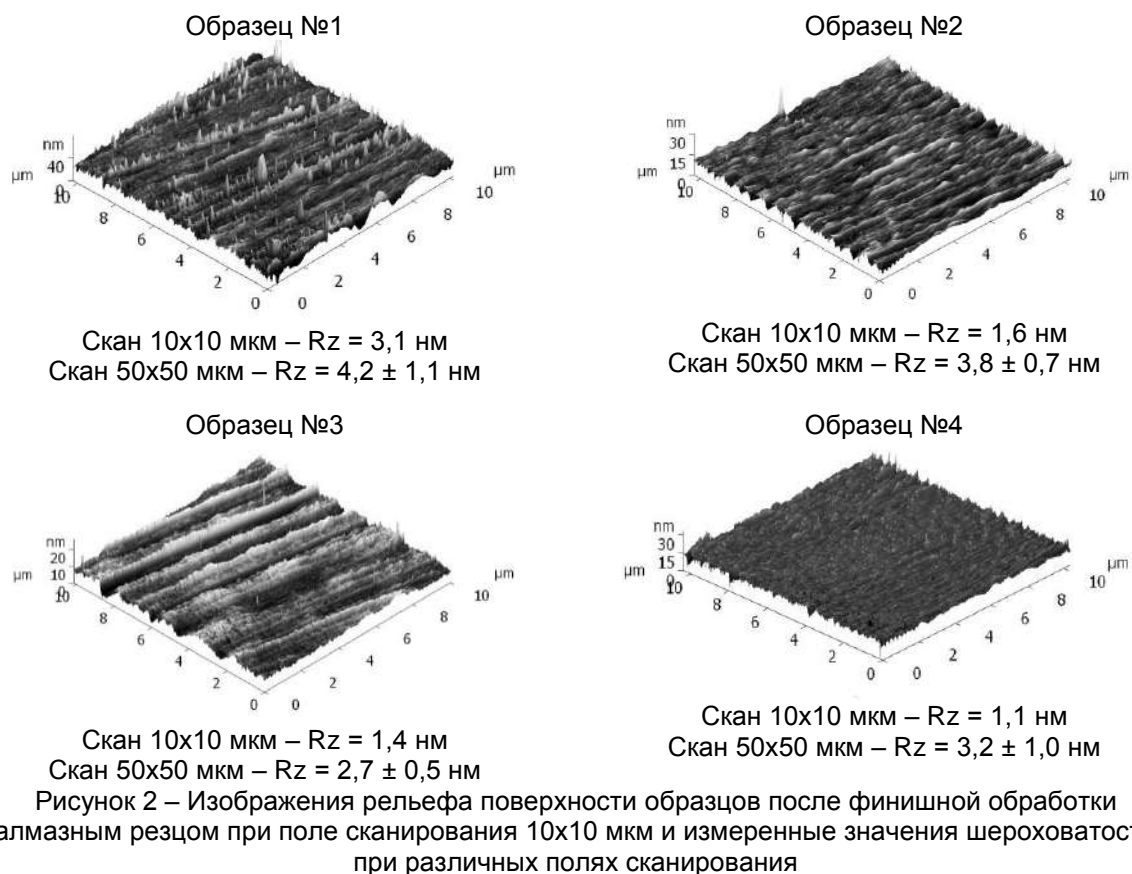


Рисунок 1 – Зависимости микротвердости от нагрузки для исследованных образцов

На рисунке 1 приведены зависимости микротвердости от нагрузки для всех исследованных образцов. Измерения для каждого образца проводились дважды - после термообработки и после финишной обработки алмазным резцом. Исходный сплав находится в нагартованном состоянии, поэтому для него наблюдается заметное снижение микротвердости с ростом нагрузки. Гомогенизирующий отжиг при  $T = 200^{\circ}C$  (режим №2), как и ожидалось, приводит к разупрочнению поверхности исходного сплава. Обработка гомогенизированного образца твердосплавным резцом с последующим возвратом при  $T = 100^{\circ}C$  приводит к заметному упрочнению его поверхности. Наблюдается существенное увеличение наклона нагрузочных кривых. Рост микротвердости при малых нагрузках для образца №4 составляет ~ 2 раза по сравнению с образцом №2.

В результате финишной обработки алмазным резцом микротвердость всех исследованных образцов снижается. Уменьшается также и наклон зависимости микротвердости от нагрузки. Это говорит о том, что при алмазном точении происходит удаление поверхностных дефектов, созданных предыдущими обработками, и структура поверхностного слоя материала становится более однородной. Наиболее четко этот эффект проявляется для образца №4.

На рисунке 2 приведены результаты исследования поверхности образцов № 1-4 методом АСМ. Видно, что предварительная термическая обработка позволяет улучшить чистоту обработки поверхности алюминиевых сплавов.



Проведенные исследования подтверждают перспективность алмазного наноточения как высокопроизводительного метода обработки оптических поверхностей. Полученные результаты по термической и механической обработке алюминиевого сплава АМг2 по технологии алмазного точения позволяют сформулировать подходы к повышению эффективности алмазной лезвийной обработки применительно к изготовлению металлических зеркал-отражателей с высокой отражательной способностью и лучевой прочностью для работы в экстремальных условиях.

#### Список литературы:

1. Колачев, Б.А. Технология термической обработки цветных металлов и сплавов / Б.А. Колачев, Р.М. Габидуллин, Ю.В. Пигузов. – М.: Металлургия, 1980. – 280 с.

**ВЛИЯНИЕ  $\Delta E$ - ЭФФЕКТА НА ПОЛЕВУЮ ЗАВИСИМОСТЬ  
РЕЗОНАНСНОГО МАГНИТОЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ЭФФЕКТА**

<sup>1</sup>Лалетин В.М., <sup>2</sup>Филиппов Д.А.

<sup>1</sup>ГНУ «Институт технической акустики НАН Беларуси»,  
г. Витебск, Беларусь, E-mail: laletin57@rambler.ru

<sup>2</sup>«Новгородский государственный университет», г. Великий Новгород, Россия

**Введение**

Магнитоэлектрические (МЭ) композиционные материалы представляют собой структуры, состоящие из двух фаз – магнитострикционной и пьезоэлектрической. Наблюдающийся МЭ эффект является результатом механического взаимодействия составляющих компонент [1], поэтому в области электромеханического резонанса его величина резко возрастает. Впервые измерения МЭ сигнала в области резонанса проведены в PhilipsResearchLaboratory в 1978 г. [2]. Однако резонанс в этой работе использовался лишь как метод выделения полезного сигнала на фоне помех. Только спустя четверть века впервые были проведены детальные исследования частотной зависимости МЭ эффекта в области резонанса [3]. В настоящее время эти исследования стали неотъемлемой частью изучения новых МЭ материалов. Обычно исследования ограничиваются измерением частотной зависимости МЭ коэффициента при величине подмагничивающего поля, соответствующего максимальному пьезомагнитному коэффициенту. Однако наличие  $\Delta E$ -эффекта в магнитном материале приводит к существованию зависимости резонансной частоты МЭ коэффициента от величины магнитного поля. Следовательно, полевая зависимость резонансного МЭ коэффициента будет определяться не только величиной пьезомагнитного коэффициента и добротностью резонатора, но на нее также будет оказывать влияние  $\Delta E$ -эффект. Целью данной работы явилось исследование полевой зависимости МЭ коэффициента, полученной при различных частотах в области электромеханического резонанса.

**Материалы и методы исследования**

Для проведения исследований использовался объемный композиционный материал состава: ЦТС23 – 50 масс.%,  $\text{NiFe}_{1,9}\text{Co}_{0,02}\text{O}_4$  – 50 масс.% с добавлением  $\text{TiO}_2$  в количестве 1,5 масс.%. Образцы спекали в тигле со свинец содержащей засыпкой в течение двух часов при температуре  $1240^\circ\text{C}$ . Electroды наносили путем вжигания серебряной пасты при температуре  $650^\circ\text{C}$  в течение 20 минут. Образцы имели форму дисков диаметром 8,7 – 8,8 мм и толщиной 0,8 – 0,9 мм. Поляризацию материалов осуществляли при температуре  $80^\circ\text{C}$  в течение двух часов в электрическом поле 4 кВ/мм с последующим охлаждением в этом поле до комнатной температуры.

Для исследования резонансного МЭ эффекта использовался метод, основанный на регистрации переменного напряжения, возникающего на электродах образца при наложении на него переменного и постоянного магнитных полей. В эксперименте исследовался поперечный МЭ эффект, при котором переменное и постоянное магнитные поля располагались перпендикулярно вектору поляризации.

МЭ коэффициент по напряжению рассчитывался по формуле

$$\alpha_E = u/(h \cdot t),$$

где  $u$  – напряжение, возникающее на электродах образца,  $h$  – напряженность переменного магнитного поля,  $t$  – толщина образца.

**Результаты исследования и их обсуждение**

Исследования полевой зависимости МЭ коэффициента в области электромеханического резонанса показали, что полученные результаты можно разбить на две группы – полевые зависимости на частотах выше и ниже основной резонансной частоты. Основная резонансная частота соответствует значению подмагничивающего поля, при котором наблюдается максимальный МЭ коэффициент на низких частотах, и в нашем случае составляла 381,56 кГц.

На рисунке 1 представлены полевые зависимости МЭ коэффициента, полученные на частотах 381,56 кГц (кривая 1), 381,76 кГц (кривая 2), 382,06 кГц (кривая 3), 382,56 кГц (кривая 4) и в режиме непрерывной настройки на резонансную частоту (кривая 5). Полевые зависимости на частотах свыше 381,56 кГц имеют аномальный вид, характеризующийся четко выраженным максимумом, который с увеличением частоты уменьшается. Интересный результат получен при измерении полевой зависимости на частоте 382,56 кГц. В интервале значений магнитного поля от 36 кА/м до 80 кА/м величина МЭ сигнала постоянная.

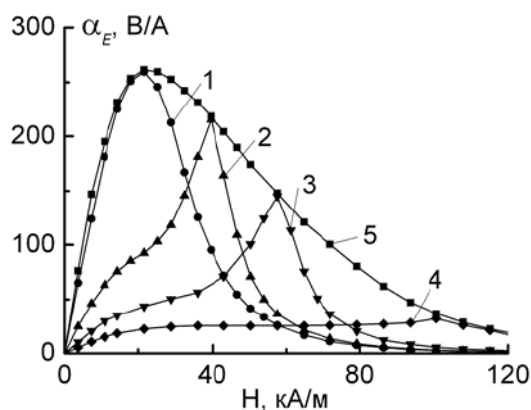


Рисунок 1 – Полевые зависимости МЭ коэффициента, полученные на частотах 381,56 кГц (1), 381,76 кГц (2), 382,06 кГц (3), 382,56 кГц (4) и в режиме непрерывной настройки на резонансную частоту (5)

Рассмотрим вначале влияние магнитного поля на резонансную частоту образца (рис. 2). Как видно из рисунка, минимум резонансной частоты совпадает с основной резонансной частотой и наблюдается в магнитных полях 18 – 22 кА/м. При исследовании полевой зависимости МЭ коэффициента на частотах, превышающих основную резонансную частоту (381,76кГц, 382,06кГц, 382,56кГц), значения их подмагничивающих полей попадают в область полевой зависимости резонансной частоты. Это приводит к возникновению пика на полевой зависимости, величина которого будет определяться полевой зависимостью резонансного МЭ коэффициента, полученного в режиме непрерывной настройки на резонансную частоту. Отсутствие пика на полевой зависимости МЭ коэффициента, полученного на частоте 381,56кГц, объясняется тем, что основная резонансная частота находится в точке перегиба кривой зависимости резонансной частоты от магнитного поля. Наличие плато в области магнитного поля от 36кА/м до 80кА/м (рис. 1, кривая 4), по-видимому, объясняется наложением ряда эффектов: зависимостью пьезомагнитного коэффициента и МЭ резонанса от магнитного поля,  $\Delta E$ -эффектом.

Результаты исследований полевых зависимостей МЭ коэффициента на частотах, меньше основной резонансной частоты 381,46кГц (кривая 2), 381,36 кГц (кривая 3), 381,06 кГц (кривая 4), представлены на рисунке 3. Во всех случаях полевая зависимость имеет типичный вид, свойственный МЭ композитам. По-видимому, это объясняется тем, что данные частоты не попадают в область  $\Delta E$ -эффекта и в этом случае происходит резонансное усиление сигнала, величина которого будет зависеть от рассогласования резонансной частоты и добротности резонатора.

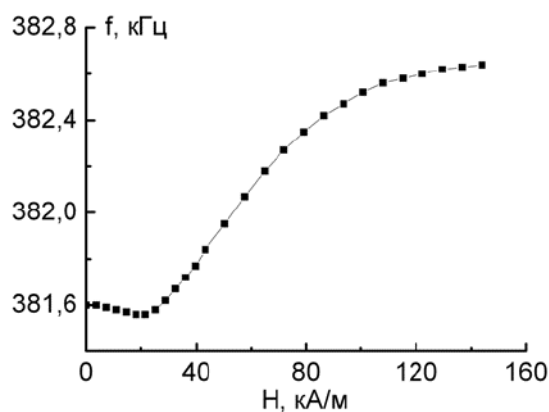


Рисунок 2 – Полевая зависимость резонансной частоты

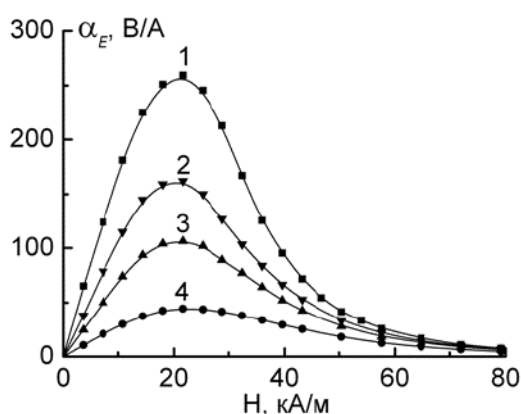


Рисунок 3 – Полевые зависимости МЭ коэффициента по напряжению, полученные на частотах 381,56 кГц (1), 381,46 кГц (2), 381,36 кГц (3) и 381,06 кГц (4)

### Выводы

Исследована полевая зависимость МЭ коэффициента в области электромеханического резонанса. На частотах выше основной резонансной частоты полевая зависимость МЭ коэффициента имеет аномальный вид. На частотах ниже основной резонансной частоты полевая зависимость МЭ коэффициента имеет типичный вид, свойственный композиционным материалам. Это обусловлено влиянием  $\Delta E$ -эффекта на резонансную частоту МЭ эффекта.

Работа выполнена при поддержке гранта совместного конкурса РФФИ – БРФФИ: Российский проект № 16-52-00184 и Белорусский проект № Ф16Р-130.

### Список литературы:

1. Van Suchtelen. Product properties: a new application of composite materials / Van Suchtelen // Philips Res. Rep. – 1972. – V.27. – P.28–37.
2. Run van A.M.J.G. An in situ grown eutectic magnetolectric composite material. Part 2. Physical properties / Van A.M.J.G. Run, D.R. Terrel, J.H. Schooling // J. Mater. Sci. – 1974. – V.9. – P.1710-1714.
3. Bichurin M.I. Resonance magnetolectric effects in layered magnetostrictive-piezoelectric composites /M.I. Bichurin, D.A. Filippov, V.M. Petrov, G. Srinivasan, V.M. Laletin, N.N. Paddubnaya // Physical Review B. – 2003. – V.68. – P.132408.

## ВЛИЯНИЕ ДОБАВОК ОКИСИ ТИТАНА НА СВОЙСТВА КОМПОЗИЦИОННОЙ КЕРАМИКИ ЦТС – ФЕРРИТ НИКЕЛЯ

<sup>1</sup>Лалетин В.М., <sup>2</sup>Филиппов Д.А.

<sup>1</sup>ГНУ «Институт технической акустики НАН Беларуси»,  
г. Витебск, Беларусь, E-mail: laletin57@rambler.ru

<sup>2</sup>«Новгородский государственный университет», г. Великий Новгород, Россия

### Введение

Спекание объемных композиционных материалов феррит – пьезоэлектрик сопровождается перекрестным легированием исходных компонентов [1,2]. Ионы титана диффундируют в магнитную фазу, а ионы железа в пьезоэлектрическую. Недостаток ионов титана в пьезоэлектрической фазе приводит к нарушению ее стехиометрии, что в свою очередь сопровождается ухудшением ее диэлектрических и пьезоэлектрических характеристик и влияет на величину магнитоэлектрического (МЭ) эффекта. Поэтому, с целью компенсации недостатка ионов титана в пьезоэлектрической фазе, представляет интерес исследовать влияние добавок окиси титана в объемный композит на его диэлектрические и МЭ характеристики [3].

### Изготовление образцов и методы исследований.

В качестве исследуемого материала использовалась композиционная керамика на основе ЦТС23 и модифицированного феррита никеля  $\text{NiFe}_{1,9}\text{Co}_{0,02}\text{O}_4$  с отношением феррита к пьезоэлектрику равным 50:50. Величина добавок  $\text{TiO}_2$  составила 0,3%, 0,7%, 1,5%, 3%, 5% по отношению к весу феррита с пьезоэлектриком. Полученные заготовки спекали в тиглях со свинец содержащей засыпкой в течение двух часов при температурах 1180, 1200, 1220, и 1240°C. Образцы имели форму дисков диаметром 8,7 – 8,8 мм и толщиной 0,8 – 0,9 мм. Поляризацию образцов осуществляли при температуре 80 – 100°C в течение двух часов в электрическом поле 4 кВ/мм с последующим охлаждением в этом поле.

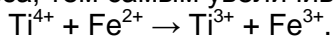
МЭ эффект исследовали путем измерения напряжения, возникающего на образце, при воздействии на него переменного и постоянного магнитных полей. МЭ коэффициент по напряжению ( $\alpha_E$ ) определяли исходя из толщины образца ( $t$ ), величины напряжения ( $u$ ) и напряженности переменного магнитного поля ( $h$ ):

$$\alpha_E = u/(h \cdot t).$$

Исследования проведены при двух различных ориентациях образца. В одном случае вектор электрической поляризации был перпендикулярен магнитным полям (поперечный эффект), в другом случае – параллелен (продольный эффект).

### Результаты исследований и обсуждение.

Условием существования МЭ эффекта является поляризация материала. От того насколько успешно она пройдет, зависит величина МЭ эффекта. Существование магнитной фазы снижает удельное сопротивление композита по сравнению с чистым пьезоэлектриком, что ухудшает условия поляризации. Поэтому в качестве магнитоэлектрической фазы использовался модифицированный феррит никеля ( $\text{NiFe}_{1,9}\text{Co}_{0,02}\text{O}_4$ ). Это позволило получить композиционную керамику с удельным сопротивлением  $5 \cdot 10^8 - 5 \cdot 10^9$  Ом м. Также установлено, что введение окиси титана приводит к росту сопротивления керамики в 3-5 раз. Кроме того, с увеличением температуры спекания удельное сопротивление возрастает в 2-3 раза. По-видимому, это связано с диффузией ионов титана в шпинельную фазу. Находясь в ней в трехвалентном состоянии, он способен понижать концентрацию двухвалентных ионов железа, тем самым увеличивая сопротивление магнитной фазы.



Исследования диэлектрических характеристик показали, что введение добавок окиси титана вызывает рост диэлектрической проницаемости в 1,5-2,0 раза. Это также сопровождается уменьшением в два раза тангенса угла диэлектрических потерь (рис. 1). Проанализируем возможные причины, вызвавшие это явление. Композиционный материал состоит из двух фаз: магнитной и пьезоэлектрической. Хорошо известно, что

диэлектрическая проницаемость ферритов может достигать десятки и сотни тысяч единиц. Однако это всегда сопровождается ростом тангенса угла диэлектрических потерь. В нашем случае тангенс угла диэлектрических потерь уменьшается. Следовательно, магнитная фаза не может нести ответственность за это явление. Поэтому можно предположить, что полученный результат является следствием изменения свойств пьезоэлектрической фазы и это происходит следующим образом. Диффузия ионов титана в магнитную фазу приводит к возникновению нестехиометрии в составе пьезоэлектрической фазы, что сопровождается уменьшением диэлектрической проницаемости. Введение добавки  $TiO_2$  компенсирует их недостаток в пьезоэлектрической фазе, что в свою очередь приводит к росту диэлектрической проницаемости.

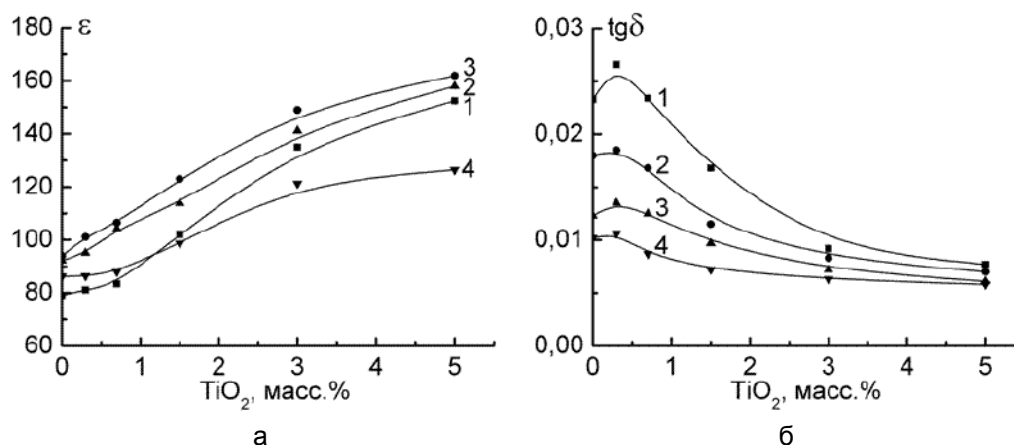


Рисунок 1 – Зависимость диэлектрической проницаемости (а) и тангенса угла диэлектрических потерь (б) керамики ЦТС23 –  $NiFe_{1.9}Co_{0.1}O_4$  от добавок  $TiO_2$ , полученной при температурах спекания 1180°C (1), 1200°C (2), 1220°C (3), 1240°C (4)

Результаты исследований влияния добавок окиси титана на низкочастотный МЭ коэффициент при различных температурах спекания композиционной керамики представлены на рисунке 2. С увеличением температуры спекания от 1180°C до 1240°C наблюдается рост МЭ сигнала. При температуре спекания 1240°C МЭ коэффициент имеет максимальную величину и составляет 260 мВ/А при продольном эффекте и 173 мВ/А при поперечном. Введение добавок окиси титана вызывает рост МЭ сигнала примерно на 9-11%. Максимальная величина МЭ коэффициента наблюдается при добавке окиси титана равном 0,7 масс.%. В случае резонансного эффекта рост поперечного МЭ сигнала достигает 18% при добавках окиси титана в количестве 0,7-1,5 масс.% (рис. 3). Максимальная величина МЭ коэффициента составляет 260 В/А при добротности равной 2600. По-видимому, такие закономерности обусловлены неоднозначным влиянием диэлектрической проницаемости ( $\epsilon$ ) и пьезомодуля ( $d_{33}$ ) на МЭ коэффициент, так как введение добавок окиси титана вызывает рост обоих параметров:

$$\alpha_E \sim d_{33} / \epsilon.$$



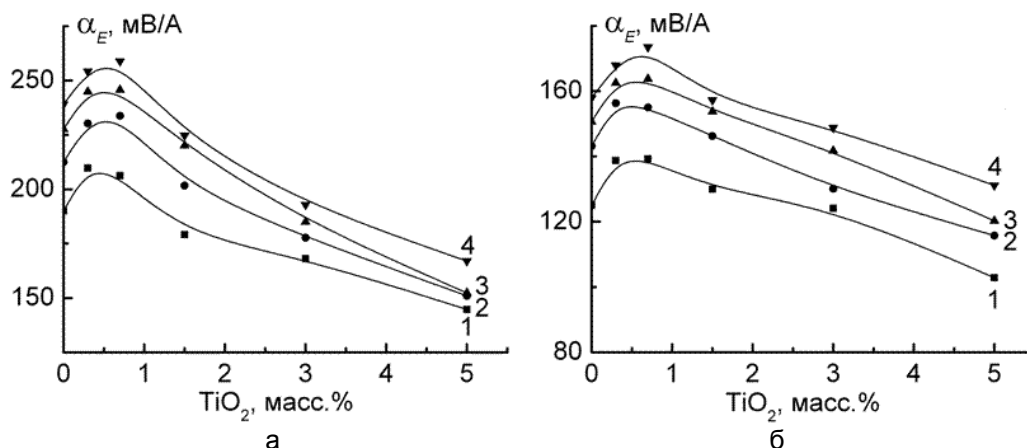


Рисунок 2 – Зависимость продольного (а) и поперечного (б) низкочастотного МЭ коэффициента по напряжению от добавки  $\text{TiO}_2$  керамики ЦТС23 –  $\text{NiFe}_{1,9}\text{Co}_{0,02}\text{O}_4$  при температурах спекания  $1180^\circ\text{C}$  (1),  $1200^\circ\text{C}$  (2),  $1220^\circ\text{C}$  (3),  $1240^\circ\text{C}$  (4)

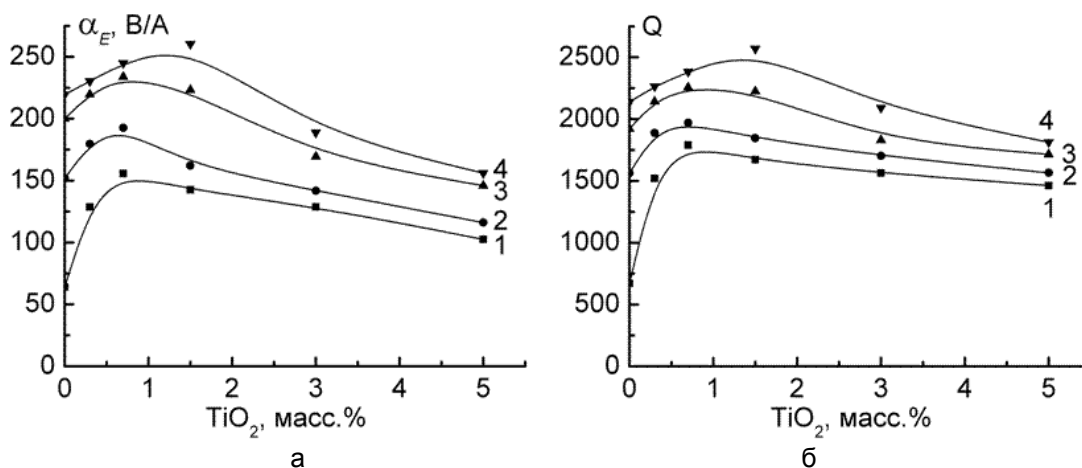


Рисунок 3 – Зависимость резонансного МЭ коэффициента по напряжению (а) и добротности (б) от добавки  $\text{TiO}_2$  керамики ЦТС23 –  $\text{NiFe}_{1,9}\text{Co}_{0,02}\text{O}_4$  при температурах спекания  $1180^\circ\text{C}$  (1),  $1200^\circ\text{C}$  (2),  $1220^\circ\text{C}$  (3),  $1240^\circ\text{C}$  (4)

### Выводы

Получена керамика ЦТС23 – феррит никеля, легированная окисью титана с МЭ коэффициентом, равным 260 мВ/А на частоте 1 кГц и 260 В/Ана резонансной частоте при добротности, равной 2600. Введение окиси титана в композиционную керамику увеличивает МЭ коэффициент от 10% до 20%. При этом также наблюдается рост в 1,5 – 2,0 раза диэлектрической проницаемости и уменьшение в два раза тангенса угла потерь. Полученные результаты объясняются компенсацией ионов титана, диффундирующих из пьезоэлектрической фазы в магнитную.

Работа выполнена при поддержке гранта совместного конкурса РФФИ – БРФФИ: Российский проект № 16-52-00184 и Белорусский проект № Ф16Р-130.

### Список литературы:

1. J.Ryu, A.Vazquez, K.Uchino, et al., Journal of Electroceramics, V.7, p.17, (2001).
2. J.Y.Zhai, N.Cai, L.Liu, et al., Materials Science and Engineering, B99, p.329, (2003).
3. Boomgard van den J., Born R.A.J., Journal of Materials Science, V.13, p.1538, (1978).

## АНИЗОТРОПИЯ МАГНИТОЭЛЕКТРИЧЕСКИХ СВОЙСТВ В ОБЪЕМНЫХ КОМПОЗИТАХ ФЕРРИТ – ПЬЕЗОЭЛЕКТРИК

Лалетин В.М.

ГНУ «Институт технической акустики НАН Беларуси»,  
г. Витебск, Беларусь, E-mail: laletin57@rambler.ru

### Введение

Магнитоэлектрический (МЭ) эффект проявляется в изменении электрической поляризации вещества при воздействии на него магнитного поля. В композиционных материалах, состоящих из магнитной и пьезоэлектрической фазы, МЭ эффект является результатом «productproperty»[1]. Изменение поляризации происходит благодаря магнитострикции и механическому взаимодействию между фазами. Существующие МЭ композиционные материалы можно разделить на слоистые структуры и объемные композиты [2,3]. Последние изготавливают путем спекания смесей порошков феррита и пьезоэлектрика. Полученная таким образом композиционная керамика является изотропной. После поляризации она приобретает анизотропию ряда свойств: пьезомодуль, диэлектрическая проницаемость, модуль Юнга. При этом предполагается, что магнитная фаза остается изотропной. Однако процесс поляризации сопровождается удлинением образца в ее направлении. Поэтому можно предположить, что вследствие взаимодействия фаз и магнитоупругих эффектов электрическая поляризация композиционной керамики должна привести к появлению анизотропии магнитных свойств. В свою очередь, возникновение магнитной анизотропии должно оказать влияние на МЭ характеристики. Целью работы являлось исследование влияния режимов поляризации образцов и, соответственно, пьезомодуля на МЭ характеристики линейного и нелинейного МЭ эффекта.

Линейный МЭ эффект исследовали путем измерения напряжения, возникающего на образце при воздействии на него переменного и постоянного магнитных полей. Коэффициент по напряжению ( $\alpha_E$ ) определяли, исходя из толщины образца ( $t$ ), величины напряжения ( $u$ ) и напряженности переменного магнитного поля ( $h$ ):

$$\alpha_E = u/(t \cdot h).$$

Вторым исследуемым параметром линейного эффекта являлась величина подмагничивающего поля ( $H_m$ ), при котором наблюдается максимум МЭ эффекта.

Нелинейный МЭ эффект исследовали путем измерения напряжения ( $V_m$ ), возникающего на образце при воздействии на него переменного магнитного поля в режиме насыщения сигнала:

$$E_m = V_m/t.$$

Исследования были проведены при двух различных ориентациях образца. В одном случае вектор электрической поляризации был перпендикулярен магнитным полям (поперечный эффект), в другом случае – параллелен (продольный эффект).

Так как величина МЭ эффекта пропорциональна поляризации, то непосредственные измерения МЭ коэффициентов не позволяют однозначно судить о наличии магнитной анизотропии. Поэтому в качестве исследуемого параметра также использовались коэффициенты  $k_1$  и  $k_2$ , равные отношению продольного МЭ сигнала к поперечному для линейного и нелинейного МЭ эффекта соответственно.

Объектом исследования служили образцы следующего состава:

ЦТС23 – 97 масс.%, NiFe<sub>1,9</sub>Co<sub>0,02</sub>O<sub>4</sub> – 3 масс.%.

Этот выбор был обусловлен большим содержанием пьезоэлектрической фазы и, следовательно, максимальной деформацией магнитной фазы при электрической поляризации, которая должна привести к возникновению магнитной анизотропии. Образцы спекали в тиглях со свинец содержащей засыпкой в течение двух часов при температуре 1240°C. Скорость охлаждения не превышала 50 градусов в час. Электроды наносили путем вжигания серебряной пасты при температуре 650°C в течение 20 минут. Образцы имели форму дисков диаметром 8,8 мм и толщиной 0,87 мм. Для поляризации образцов использовалось пять режимов:

1. – 1 кВ/мм, 1 час при комнатной температуре;
2. – 2 кВ/мм, 1 час при комнатной температуре;

3. – 3 кВ/мм, 1 час при комнатной температуре;
4. – 4 кВ/мм, 1 час при комнатной температуре;
5. – 4 кВ/мм, 1 час при температуре 100<sup>o</sup>C.

### Результаты исследований и обсуждение

Исследование влияния условий поляризации композиционной керамики на величину подмагничивающего поля показало, что при поперечном эффекте ее значение с ростом пьезомодуля уменьшается, при продольном эффекте, наоборот, – увеличивается (рис. 1). Относительное изменение величины  $H_m$  при поперечном эффекте составляет 15,4%, при продольном эффекте – 18,8%.

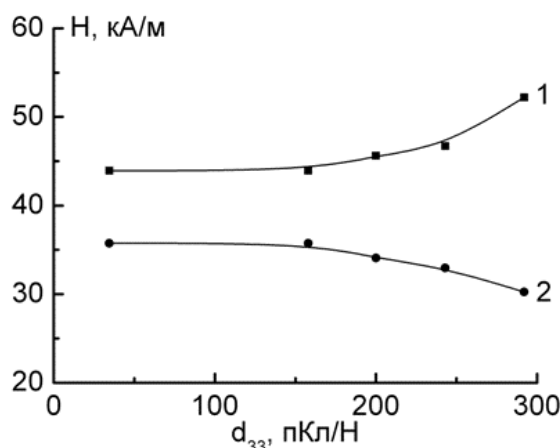


Рисунок 1 – Зависимость подмагничивающего поля продольного (1) и поперечного (2) МЭ эффекта от величины пьезомодуля

Результаты исследования влияния величины пьезомодуля на МЭ коэффициенты и коэффициенты  $k_1$ ,  $k_2$  при линейном и нелинейном эффектах представлены на рисунках 2 и 3. Во всех случаях с увеличением пьезомодуля наблюдается рост МЭ коэффициентов. При этом поперечные МЭ коэффициенты изменяются по линейному закону, а изменение продольных МЭ коэффициентов имеет ярко выраженный нелинейный характер. Что касается коэффициентов  $k_1$  и  $k_2$ , то для линейного эффекта наблюдается линейная зависимость, и коэффициент меняется от 1,15 до 2,56. В случае нелинейного эффекта зависимость квадратичная и коэффициент меняется от 1,31 до 4,16. Экстраполяция полученных зависимостей до величины пьезомодуля, равного нулю, позволяет получить значения коэффициентов  $k_1$  и  $k_2$  для неполяризованного состояния композиционной керамики ( $k_1 = 1,0$  и  $k_2 = 1,2$ ). Принимая во внимание, что коэффициент  $k_1$  отражает отношение продольного пьезомагнитного коэффициента к поперечному, а  $k_2$  отношение продольной магнитострикции к поперечной можно сделать вывод, что магнитная фаза находится в сжатом состоянии. Электрическая поляризация снимает механические напряжения в направлении поляризации и усиливает их в перпендикулярном направлении. Это приводит к возникновению магнитной анизотропии и как следствие сопровождается изменениями коэффициентов  $k_1$ ,  $k_2$  и величины подмагничивающего поля.

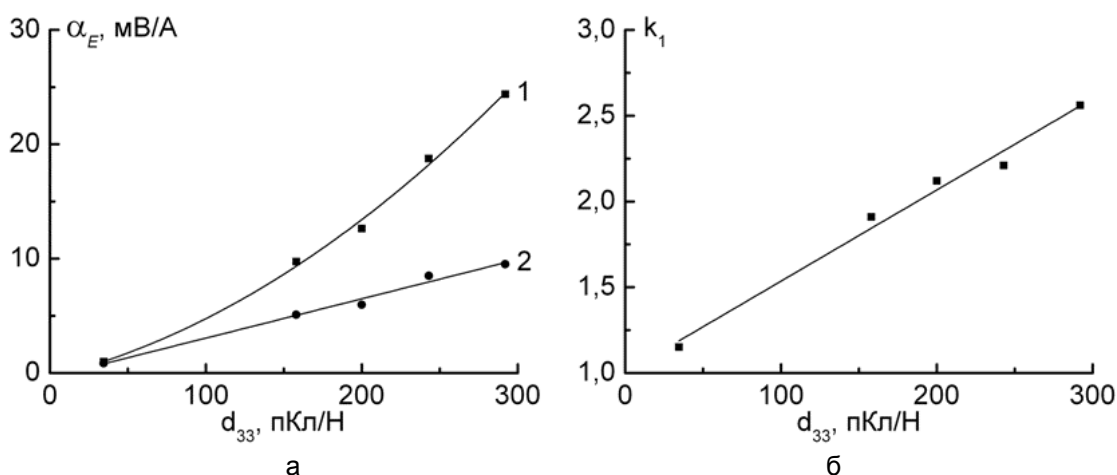


Рисунок 2 – Зависимость продольного (1) и поперечного (2) МЭ коэффициента (а) и коэффициента отношения  $k_1$  (б) от величины пьезомодуля при линейном эффекте

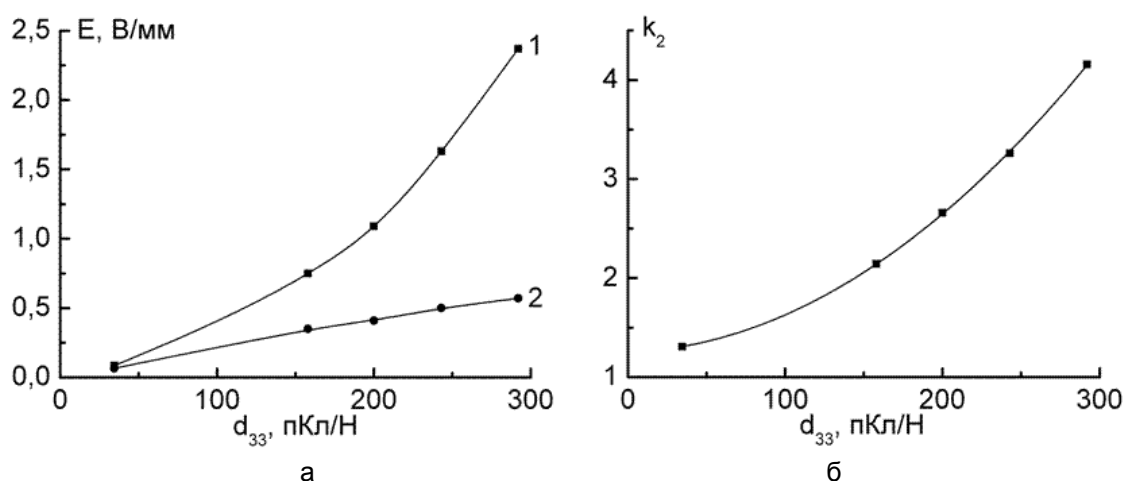


Рисунок 3 – Зависимость продольного (1) и поперечного (2) МЭ коэффициента (а) и коэффициента отношения  $k_2$  (б) от величины пьезомодуля при нелинейном эффекте

### Выводы

Электрическая поляризация композиционной керамики феррит-пьезоэлектрик сопровождается возникновением анизотропии в магнитной фазе, что приводит к смещению величины подмагничивающего поля и изменению коэффициента отношения продольного МЭ сигнала к поперечному.

### Список литературы:

1. Van Suchtelen. Product properties: a new application of composite materials / Van Suchtelen // Philips Res. Rep. – 1972. – V.27. – P.28–37.
2. Ryu, J. Effect of the magnetostrictive layer on magnetoelectric properties in lead zirconate titanate/terfenol-D laminate composites / J. Ryu, S. Priya, A.V. Carazo [et al.] // J. Am. Ceram. Soc. – 2001. – Vol.84, №12. – P.2905–2908.
3. Boomgaard Van Den J. A sintered magnetoelectric composite material  $\text{BaTiO}_3 - \text{Ni}(\text{Co},\text{Mn})\text{Fe}_2\text{O}_4$  / Van Den J. Boomgaard, R.A.J. Born // J. Mater. Sci. – 1978. – Vol.13, №5. – P.1538–1548.

**СТРУКТУРА И ХАРАКТЕРИСТИКИ ГРАФИТО И АЛМАЗОПОДОБНЫХ КРИСТАЛЛОВ,  
ПОЛУЧЕННЫХ В СИСТЕМЕ В-С-N ПРИ ВЫСОКИХ ДАВЛЕНИЯХ**

**Филоненко В.П., Зибров И.П.**

*Институт физики высоких давлений РАН,  
г. Москва, Россия, E-mail: filv@hppi.troitsk.ru*

Интерес к синтезу в системе бор-углерод-азот обусловлен возможностью получения новых материалов с уникальными свойствами. Частицы с гексагональной симметрией могут использоваться в качестве полупроводников, люминофоров, резисторов. Алмазоподобные кристаллы имеют перспективы применения в области инструментальных материалов, поскольку они могут превосходить кубический нитрид бора по твердости, а алмаз по температурной устойчивости. Данная работа посвящена изучению условий формирования в системе В-С-N графито и алмазоподобных кристаллов, их структурным особенностям и некоторым характеристикам.

Исходными материалами для синтеза служили порошковые смеси кристаллического или рентгеноаморфного бора с меламином ( $C_3N_6H_6$ ) или нитридом углерода стехиометрического состава  $C_3N_4$ . Содержание бора в смесях составляло 25-50 % по массе. Термобарическую обработку проводили в камерах «тороид» (диапазон давлений от 4 до 12 ГПа и температур 800 – 1500 °С). Для рентгеновского анализа образцов использовали дифрактометры BRUKER AXS и HUBER. Изучение микроструктуры и элементный анализ проводили с помощью сканирующего электронного микроскопа (SEM) JEOL JSM-6390 и просвечивающего электронного микроскопа (TEM) JEOL JEM-2100.

Нитрид углерода и меламин разлагаются под давлением при температурах выше 700 °С с кристаллизацией в рабочем объеме углеродной фазы. В смесях с бором образующаяся при деструкции флюидная азотсодержащая фаза активно взаимодействует с поверхностью его частиц. Было установлено, что во всем диапазоне использованных давлений на начальном этапе формируются пластинчатые кристаллы графитоподобной фазы с базовой решеткой гексагонального нитрида бора. Такая структура может трансформироваться в алмазоподобную при термобарических параметрах, достаточных для активации перехода.

При температурах 800 – 1000 °С формируются дефектные частицы графитоподобной фазы с наноразмерной толщиной (рис. 1а). Повышение температуры синтеза до 1500 °С приводит к росту частиц в базовой плоскости до нескольких микрометров (рис. 1б) и трехмерному упорядочению их структуры. Элементный (SEM EDX) анализ нескольких десятков частиц из различных образцов показал, что они содержат практически равные атомные количества бора и азота, а количество углерода в них может достигать 10 ат. %.

По результатам рентгеновского анализа пяти образцов среднее расстояние между базисными плоскостями в частицах графитоподобной фазы ( $hBC_xN$ ) составило  $0.33743 \pm 0.00008$  нм. Но, уширение линии 002 на дифрактограммах не позволило провести уточнение ее структуры с помощью метода Ритвельда. Электрические характеристики частиц  $hBC_xN$  оказались принципиально отличными от гексагонального нитрида бора, являющегося диэлектриком. Было установлено, что с ростом размеров кристаллов и совершенства их структуры удельное электрическое сопротивление при комнатной температуре возрастает на несколько порядков с единиц Ом-см до десятков кОм-см [1]. Формально  $hBC_xN$  фазу можно отнести к вырожденным полупроводникам с широким спектром примесных уровней, связанных с различными точечными (замещение атомов бора и азота углеродом, вакансии) и линейными (дислокации) дефектами в монослое.

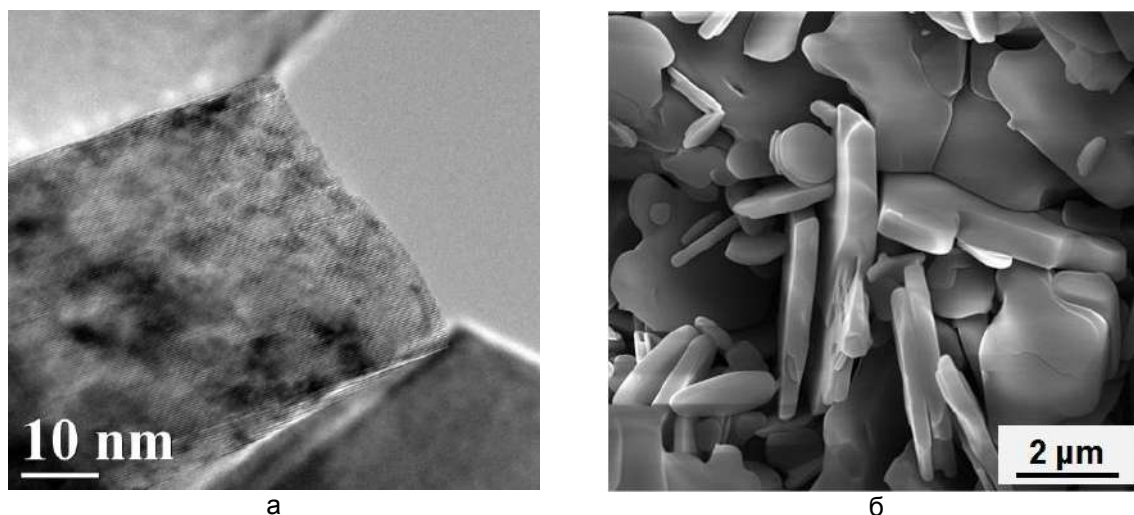


Рисунок 1 – Структура и морфология кристаллов графитоподобной  $hBC_xN$  фазы, синтезированной из смеси бора с меламинам:  
 а – частицы с наноразмерной толщиной (синтез при 5 ГПа, 1100 °С, 30 сек.);  
 б – морфология частиц, полученных при 5 ГПа, 1400 °С, 20 сек.

Алмазоподобные  $sBC_xN$  монокристаллы образуются при трансформации решетки графитоподобных частиц без дополнительного введения в исходные смеси активаторов фазового перехода. При варьировании термобарических параметров были получены частицы с размерами от 0.05 до 5 мкм. Алмазоподобная фаза имеет структуру сфалерита (ПГ  $F4-3m$ ). В случае использования для синтеза меламина параметр решетки близок к кубическому нитриду бора, а из смесей бора с нитридом углерода формируются кристаллы, элементарная ячейка которых увеличивается до 1%. Морфология и размеры частиц (Рис. 2) зависит как от исходного состава смесей, так и от P-T параметров их синтеза.

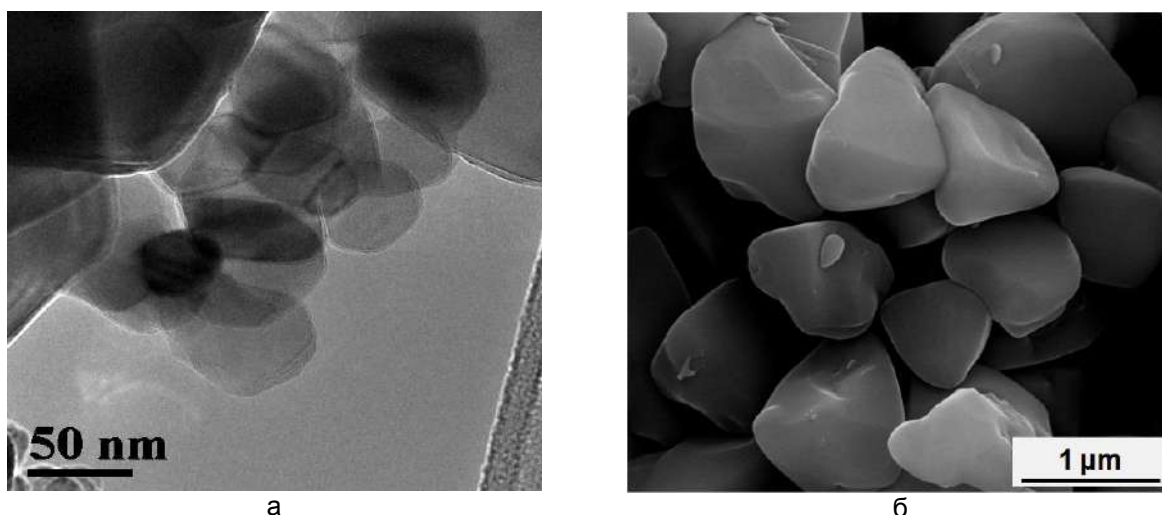


Рисунок 2 – Морфология частиц алмазоподобной фазы:  
 а – синтез из смеси бора с  $C_3N_4$  (12 ГПа, 1400 °С, 10 сек.);  
 б – синтез из смеси бора с меламинам (8 ГПа, 1500 °С, 20 сек.)

Уточнение структуры алмазоподобной фазы по рентгеновским данным [2] показало, что атомы бора и азота занимают в структуре разные позиции, как и в кубическом нитриде бора, а углерод статистически распределяется между этими позициями, замещая бор и азот. Установлено, что параметр решетки кристаллов  $sBC_xN$  изменяется. Его максимальное значение (3.65515 Å) было получено при использовании для синтеза наносферической модификации  $C_3N_4$ , содержащей около 15% хемсорбированного кислорода. В этом случае состав тройной фазы соответствует формуле -  $B_{0.918}C_{0.139}N_{0.943}$ .

Введение в программу уточнения структуры кислорода показало, что он может находиться только в позициях азота, а его количество составляет около 4%. Алмазоподобные порошки были синтезированы из смесей с различным содержанием бора и азота. На основании результатов их рентгеновского анализа показано, что для замещения кислородом позиций азота необходимо выполнение следующих условий: высокое парциальное давление кислорода в реакционном объеме ячейки при одновременном дефиците азота по отношению к бору. Так при синтезе из смесей нитрида углерода с низким содержанием бора (25%) из-за избытка азота в реакционном объеме кислород практически не входит в решетку ( $a=3.619 \text{ \AA}$ ), в то время как параметр алмазоподобной фазы из смеси с 50% бора существенно выше и составляет  $3.652 \text{ \AA}$ . Сильное смещение пиков на дифрактограммах порошков показано на рисунке 3.

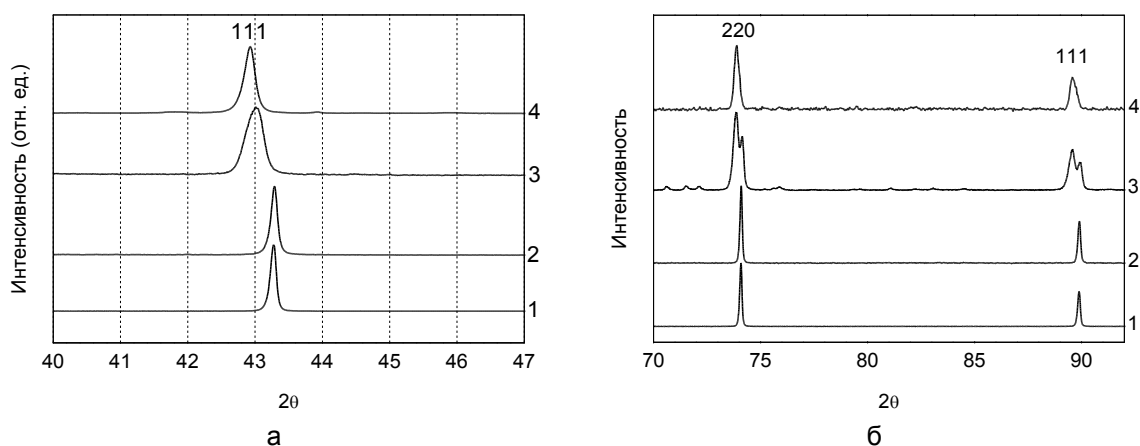


Рисунок 3 – Дифрактограммы алмазоподобных  $BC_xN(O_y)$  порошков  
 а – смеси бора с нитридом углерода, б – смеси бора с меламином (1- эталонный порошок cBN, 2 – смесь с 25% бора, 3 – смесь с 35% бора, 4 – смесь с 50% бора)

Таким образом, микрокристаллы графито- и алмазоподобной  $BC_xN$  фазы можно синтезировать в условиях, позволяющих проводить массовую наработку материалов. Содержание углерода в этих фазах может достигать 10%. Он гомогенно распределен в узлах решетки, замещая бор и азот. Значимое увеличение параметра решетки алмазоподобных частиц связано с наличием в узлах решетки кислорода, который может находиться только в позициях азота.

*Работа выполнена при частичной поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, грант - 17-02-01285 А.*

#### Список литературы:

1. Filonenko V. P., Zibrov I. P., Davydov V. A., Sidorov V.A. and Trenikhin M. V. Inorganic Materials. -2014.-V. 50. - № 4. -P. 349–357.
2. Filonenko V. P., Davydov V. A., Zibrov I. P., Agafonov V. N., Khabashesku V. N. Diam. & Relat. Mater. -2010. -B. 19. -P. 541–544.

**УСТАЛОСТНОЕ РАЗРУШЕНИЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАННОГО ТИТАНОВОГО СПЛАВА ВТ6: КИНЕТИКА И МЕХАНИЗМ РАЗРУШЕНИЯ**

<sup>1</sup>Клевцов Г.В., <sup>2</sup>Валиев Р.З., <sup>2</sup>Семенова И.П., <sup>1</sup>Клевцова Н.А., <sup>1</sup>Мерсон Е.Д.,  
<sup>1</sup>Пигалева И.Н., <sup>1</sup>Линдеров М.Л.

<sup>1</sup>Тольяттинский государственный университет,  
г. Тольятти, Россия, E-mail: Klevtsov11948@mail.ru

<sup>2</sup>НИИ Физики перспективных материалов Уфимского государственного  
авиационного технического университета,  
г. Уфа, Россия, E-mail: rzvaliev@yahoo.com

Целью настоящей работы является исследование кинетики и механизма усталостного разрушения наноструктурированного титанового сплава ВТ6 с ультрамелкозернистой (УМЗ) структурой, полученной путем РКУП, в сравнении с исходным крупнозернистым (КЗ) состоянием.

Материал и методики исследования. Титановый сплав ВТ6 (5,95 % V; 5,01 % Al; 89,05 % Ti) исследовали в исходном КЗ состоянии и после РКУП в УМЗ состоянии. Исходное состояние сплава получено путем горячей прокатки заготовок. Технология проведения РКУП сплава заключалась в следующем. Заготовку из сплава диаметром 20 мм и длиной 100 мм подвергали гомогенизационному отжигу с целью повышения пластичности. Затем проводили закалку в воду с температуры 960°C (выдержка 1 час), отпуск при 675°C в течение 4 часов, РКУП при 650°C (маршрут Вс, φ = 120°, n = 6 проходов) [1].

Структуру сплава изучали в растровом электронном микроскопе (РЭМ) JEOLJSM-6390 и в просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) JEOLJEM2100. Испытания стали на твердость проводили на твердомере ТН 300. Статическое растяжение круглых образцов диаметром 5 мм проводили на универсальной испытательной машине Н50КТ. Скорость растяжения составляла 5 мм/мин. Усталостные испытания призматических образцов толщиной 10 мм проводили при температуре 20°C по схеме трехточечного изгиба на установке Instron 8802 при ν=10 Гц, R=0,1 и ΔP от 2000 до 4500 Н. Микрофрактографические исследования изломов проводили в РЭМ SIGMA фирмы «ZEISS».

Полученные результаты. Из таблицы 1 видно, что РКУП по вышеуказанным режимам повышает твердость и прочностные свойства сплава ВТ6 примерно в 1,2 раза, однако снижает пластичность в 1,4 раза.

Таблица 1 – Средний размер зерна и механические свойства титанового сплава

Состояние сплава	d <sub>ср.</sub> , мкм	HRC	σ <sub>в</sub> , МПа	σ <sub>0,2</sub> , МПа	δ, %
Исходное состояние	15±5	34	950±20	849±30	11,5±1,5
После РКУП	0,24±0,06	36	1090±30	990±40	8,3±0,3

Результаты усталостных испытаний показали, что при одних и тех же условиях нагружения (ΔP) долговечность образцов (количество циклов до разрушения) из сплава ВТ6 в исходном состоянии выше, чем после РКУП. С уменьшением напряжения цикла, количество циклов до зарождения усталостной трещины уменьшается. Однако состояние сплава на данную характеристику оказывает незначительное влияние.

Прямолинейный участок на кинетических диаграммах усталостного разрушения сплава ВТ6 аппроксимируется уравнением Пэриса:

для КЗ сплава:

$$\frac{dl}{dN} = 7,6 \cdot 10^{-12} \Delta K^{3,63},$$

для УМЗ сплава:

$$\frac{dl}{dN} = 2,5 \cdot 10^{-11} \Delta K^{3,30}$$



При одном и том же значении  $\Delta K$  скорость распространения усталостной трещины в сплаве с УМЗ структурой несколько выше, чем в исходном сплаве. Однако коэффициент  $n$  в уравнении Пэриса для сплава с УМЗ структурой несколько ниже, чем для сплава с КЗ структурой. Следовательно, сплав УМЗ структурой менее чувствителен к перегрузкам [2-4].

На всех полученных изломах образцов из сплава ВТ6 видны две зоны: зона усталостного развития трещины (зона I<sub>i</sub>) [2-4] и зона долома. Микрофрактографические исследования усталостных изломов сплава в КЗ состоянии показали, что в очаге разрушения зона вытяжки  $\theta$  [4] отсутствует (рис. 1а). Микрорельеф в очаге разрушения можно характеризовать как «чешуйчатый»; видны фасетки циклического скола.

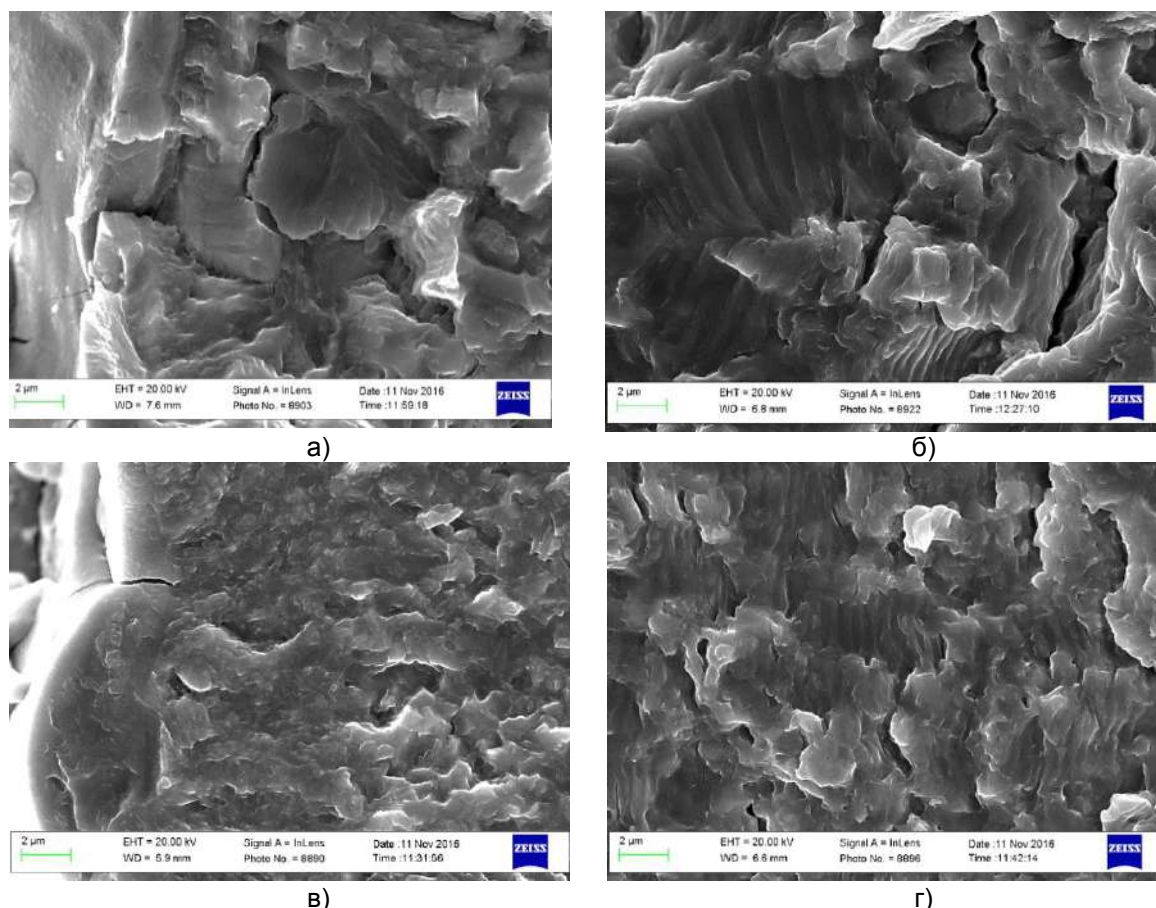


Рисунок 1 – Микрорельеф поверхности усталостного излома сплава ВТ6 в КЗ состоянии (а, б) и в УМЗ состоянии (в, г) в очаге разрушения (а, в) и при длине усталостной трещины  $l = 6$  мм (б, г). Увеличение:  $\times 5000$

Такой же «чешуйчатый» микрорельеф сохраняется на всем протяжении усталостного развития трещины. Вблизи зоны долома на поверхности чешуек можно наблюдать усталостные бороздки (рис. 1 б). Микрорельеф зоны долома состоит из гладких неравномерных ямок.

В очаге разрушения усталостных изломов сплава в УМЗ состоянии можно наблюдать мелкорельефную область длиной 2-5 мкм. Затем формируется «чешуйчатый» микрорельеф (рис. 1 в). Однако в УМЗ сплаве чешуйки более мелкие. Такой микрорельеф, как и в предыдущем случае, сохраняется на всем протяжении развития усталостной трещины. На начальных стадиях развития усталостной трещины чешуйки сравнительно гладкие, однако вблизи зоны долома видны усталостные бороздки (рис. 1 г). В зоне долома микрорельеф состоит из мелких глубоких ямок.

### Выводы

1. При одних и тех же условиях нагружения долговечность образцов (количество циклов до разрушения) из сплава ВТ6 в исходном КЗ состоянии выше, чем после РКУП в УМЗ состоянии. С уменьшением приложенной нагрузки от 4500 до 2000 Н, количество циклов до зарождения усталостной трещины уменьшается с 27 до 21 %. Однако состояние сплава на данную характеристику оказывает незначительное влияние.

2. Прямолинейный участок на кинетических диаграммах усталостного разрушения сплава ВТ6 аппроксимируется уравнением Пэриса: для КЗ сплава  $dl/dN = 7,6 \cdot 10^{-12} \Delta K^{3,6}$ , а для УМЗ сплава  $dl/dN = 2,5 \cdot 10^{-11} \Delta K^{3,3}$ .

3. Микрорельеф в очаге разрушения образцов из сплава в КЗ состоянии характеризуется как «чешуйчатый»; видны фасетки циклического скола. В очаге разрушения образцов из сплава в УМЗ состоянии имеет место мелорельефная область длиной 2-5 мкм. Далее на всем протяжении развития усталостной трещины, независимо от состояния сплава, формируется «чешуйчатый» микрорельеф. На начальных стадиях развития усталостной трещины чешуйки сравнительно гладкие; вблизи зоны долома видны усталостные бороздки. Долом образцов, независимо от состояния сплава, происходит с образованием гладких ямок.

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект 15-48-02119 р\_поволжье\_a).*

### Список литературы:

1. Ruslan Z. Valiev. Bulk Nanostructured Materials: Fundamentals and Applications / Ruslan Z.Valiev, Alexander P. Zhilyaev, Terence G. Langdon.–TMS, WILEY, 2014. – 440 p.

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

3. Клевцов, Г.В. Фрактодиагностика разрушения металлических материалов и конструкций / Г.В. Клевцов, Л.Р. Ботвина, Н.А. Клевцова, Л.В. Лимарь. – М. : МИСиС, 2007. – 264 с.

4. Ботвина, Л.Р. Кинетика разрушения конструкционных материалов. – М. : Наука, 1989. – 230 с.

**ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ГИПЕРЗВУКОВОЙ МЕТАЛЛИЗАЦИИ ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ  
МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ НА ПОЛИМЕРНЫЕ ДЕТАЛИ**

**Белоцерковский М.А., Сосновский А.В., Таран И.И., Мосейчук О.О.**

*Объединенный институт машиностроения НАН Беларуси, Минск, Беларусь  
БНТУ, г. Минск, Беларусь, E-mail: mbelotser@gmail.com*

Для защиты полимерных изделий, достижения специального оптического эффекта, идентификации или для придания им особых потребительских свойств (например – электропроводности), поверхности полимеров могут быть покрыты металлами. Наибольшее распространение в промышленном производстве получили только два метода металлизации полимерных изделий – напыление в высоком вакууме и гальванизация. Процесс вакуумного напыления производителен, однако толщина покрытия при этом составляет от 0,5 до 5 мкм. Гальванические технологии позволяют осаждать на полимерах металлические слои до 40 мкм, однако при этом возникают определенные экологические проблемы. Кроме того, адгезия электрохимических покрытий на полимерах составляет 1,2 – 2,0 МПа.

Весьма перспективным направлением для аэрокосмической промышленности представляется замена металлических деталей на полимерные с металлическими покрытиями, что позволит значительно снизить массу изделия. При этом необходима разработка таких приемов формирования покрытий, которые бы обеспечили их толщину 0,2 – 0,5 мм при адгезии не ниже 4 МПа, т.е. позволили бы сохранить определенную механическую прочность.

Целью проведенных исследований, результаты которых изложены в данной статье, явилась оценка возможности использования технологии гиперзвуковой металлизации для нанесения металлических покрытий на полимерные подложки.

Разработанное в Объединенном институте машиностроения НАН Беларуси оборудование для нанесения металлических покрытий методом гиперзвуковой металлизации (ГМ) позволяет наносить на детали износостойкие и коррозионностойкие покрытия с повышенной прочностью сцепления, выдерживающие высокие контактные нагрузки при ударном нагружении. Отличительной особенностью металлизатора является наличие камеры сгорания пропано-воздушной смеси, оснащенной соплом Лавала. Продукты сгорания образуют на выходе из сопла струю (температура около 2200 К и скорость свыше 1400 м/с), которая диспергирует материал проволочных электродов, расплавленных в электрической дуге. При этом размер распыленных частиц составляет от 0,5 до 20 мкм, что в несколько раз меньше, чем при традиционной электродуговой металлизации (ЭДМ). Именно это обстоятельство позволило предположить, что метод ГМ может быть использован для нанесения металлических покрытий на полимерах, поскольку деструкция полимера при контакте с небольшой каплей расплава относительно легкоплавкого металла будет незначительна.

Экспериментальные исследования выполнялись на плоских образцах из полиамида ПА 66. Для подготовки поверхности подложки применяли струйно-абразивную обработку порошком колотого чугуна с размером частиц 0,8 – 1,5 мм. Диаметр выходного сопла струйно-абразивного пистолета 6,5 – 7,5 мм, расход воздуха составлял около 40 м<sup>3</sup>/ч. Для нанесения покрытий использовали установку ГМ модели АДМ-10. Наносили покрытия распылением проволок диаметром 1,8 – 2,0 мм из цинка, алюминия и никеля при следующих режимах: напряжение 28 В, скорость подачи электродной проволоки 3,2 м/с, дистанция напыления 70 – 100 мм, расход воздуха 1,5 м<sup>3</sup>/мин при давлении в 0,6 МПа, расход пропана 0,30 м<sup>3</sup>/час при давлении в 0,45 МПа.

В первой серии экспериментов наносили слой цинка, на который затем напыляли слой алюминия. Исследование микроструктуры полученных покрытий (рисунок 1а) показало, что, несмотря на их относительно небольшую толщину, они достаточно плотные, отсутствуют видимые следы деструкции полимера.

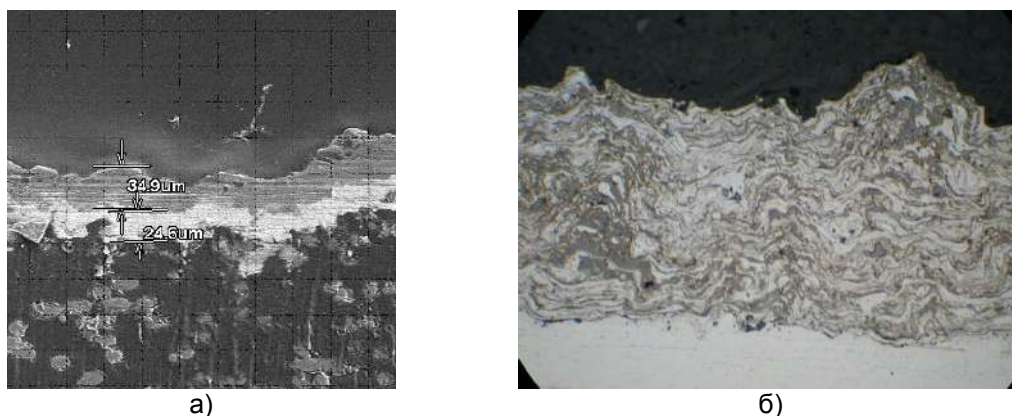


Рисунок 1 – Поперечный срез слоев цинка и алюминия на полиамиде (а) и микроструктура алюминиевого покрытия на полиамиде (б)

На следующем этапе исследований, используя возможность управления размером частиц за счет изменения режимов процесса, были нанесены на полиамид слои из алюминия толщиной 150 – 180 мкм (рисунок 1 б), а затем и слои никеля.

Для определения прочности сцепления металлических покрытий с полимерной подложкой использовался адгезиметр PosiTest, позволяющий измерять прочность сцепления покрытий к металлу, древесине, бетону и другим материалам с усилием до  $20 \pm 0,01$  МПа.

Испытаний показали, что для покрытий Al и Ni прочность сцепления составляет 8,24 и 7,30 МПа соответственно.

Были выполнены сравнительные испытания адгезии алюминиевых покрытий, полученных методом ГМ, традиционной электродуговой металлизации (установка «EuTronicArcSpray 4» фирмы «MESSEREutecticCastolin») и гальванического осаждения (по технологии фирмы «LGElectronic»). Испытания осуществлялись с использованием адгезиметра «Defelsko». За единицу были приняты значения адгезии гальванических покрытий. Результаты приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Результаты сравнительных испытаний адгезии покрытий

Метод нанесения	ГМ	ЭДМ	Гальваника
Относительная адгезия	2,15	1.37	1,0

### Вывод

Результаты проведенных исследований свидетельствуют о том, что метод гиперзвуковой металлизации может быть успешно применен для формирования металлических покрытий на термопластичных полимерах, при этом обеспечиваются достаточно высокие значения прочности сцепления наносимых слоев, не достижимые другими технологиями.

## ИССЛЕДОВАНИЕ КАТИОНЗАМЕЩЕННЫХ ПРИРОДНЫХ ЦЕОЛИТОВ НАХЧЫВАНА МЕТОДОМ ИК-СПЕКТРОСКОПИИ

Мамедова Г.А., Мамедова Н.А.

Нахчыванское Отделение Национальной Академии Наук Азербайджана Институт  
Природных Ресурсов, г. Нахчыван, Азербайджан,  
Национальная Академия Наук Азербайджана Институт Неорганической химии и  
Катализа, г. Баку, Азербайджан, E-mail: gunelmamadova@mail.ru

Способность цеолитов к обмену катионов является одним из их характерных свойств. Интерес к катионсодержащим цеолитам обусловлен их практически важными каталитическими свойствами в промышленных процессах, таких как дегидроциклизация легких алканов, каталитическое разложение окиси азота, селективное каталитическое восстановление окислов азота [1]. Ионным обменом на цеолитах удается выделять ионы, извлечение которых другим методом часто представляет большую сложность. Катионообменные формы цеолитов получают введением желаемых металлов в виде ионов в кристаллическую структуру цеолитов с помощью ионного обмена, а также пропиткой цеолита растворами солей желаемого металла [2, 5]. Изменяя катионный состав цеолитов можно существенно повлиять на их физико-химические свойства. В литературе информация о катионообменных формах морденита Нахчывана отсутствует. Термическая стабильность, специфические адсорбционные и каталитические свойства, которые можно изменять катионным обменом, делают морденит перспективным минералом для практического применения в качестве компонентов высокоэффективных гетерогенных катализаторов нефтепереработки и нефтехимии, а также адсорбентов в процессах сушки кислых газовых сред [3].

Элементный анализ был проведен на анализаторе Launch of Triton XL dition refrigeration – Oxford instrument. Процентное содержание оксидов и элементов в составе природного образца цеолита Нахчывана представлена в таблице 1.

Таблица 1 – Процентное содержание оксидов и элементов в составе природного образца Нахчывана

Элемент	Вес. %	Атом. %	Количество оксидов %	Формула
Na	0,42	0,37	0,56	Na <sub>2</sub> O
Mg	0,38	0,32	0,63	MgO
Al	4,49	3,38	8,48	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Si	40,53	29,33	86,71	SiO <sub>2</sub>
K	0,75	0,39	0,90	K <sub>2</sub> O
Ca	1,14	0,58	1,59	CaO
Fe	0,87	0,32	1,12	FeO
O	51,42	65,32		
Итого	100,00			

Установлена эмпирическая формула минерала Нахчывана:



Ионный обмен исходных катионов – натрия, калия и кальция проводили на катионнике, кобальта, цинка, магния и кадмия. Исходный образец и продукты реакции были исследованы ИК-спектральным методом анализа [4]. ИК-спектроскопические исследования проводились на ИК-спектрометре «Nicolette IS-10» в диапазоне частот 400–5000 см<sup>-1</sup>. Образцы исследуемых цеолитов готовили таблетированием с KBr в воздушной среде в соотношении 1 мг цеолита/400 мг KBr с помощью ручного пресса «Spectroscopic Creativity Pike Technologies». Полученный порошок прессовался в таблетку диаметром 1 мм. Таблетку прижимали двумя рампами и помещали на место измерительной кюветы. Вторая кювета (сравнения) оставалась свободной, т.е. образцом сравнения служил воздух. Съёмка проводилась в автоматическом режиме.

Основываясь на данных [6, 7], можно заключить, что полосы поглощения в диапазоне частот 250–1400  $\text{см}^{-1}$  соответствуют основным колебаниям алюмокремниевых тетраэдров каркасной структуры цеолитов.

Наблюдаемые полосы поглощения отнесены к двум типам колебаний:

1 – колебания, характеризующие первичные структурные единицы –  $\text{TO}_4$ , где Т – катионы  $\text{Si}^{4+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ;

2 – колебания  $\text{TO}_4$ -тетраэдров по внешним связям.

Второй тип колебаний зависит от характера сочленения тетраэдров во вторичные структурные единицы и особенностей полостей цеолитов.

Наиболее интенсивная полоса поглощения исходного образца наблюдается при 1058,13  $\text{см}^{-1}$  и отвечает колебанию связи  $\text{Si} - \text{O} - \text{Si}$ .

Цеолиты имеют полосу поглощения в области 550–560  $\text{см}^{-1}$ , относящуюся к колебаниям по внешним связям тетраэдров  $[\text{SiO}_4]$  и  $[\text{AlO}_4]$  каркаса, обусловленную присутствием сдвоенных четырех-, пяти- и шестичленных колец и определяющую структуру цеолита. Полоса поглощения 797,53  $\text{см}^{-1}$  связана с валентными колебаниями связи  $\text{Al} - \text{O}$ , а 463,23  $\text{см}^{-1}$  – с деформационными колебаниями  $\text{Al} - \text{O}_4$ .

С наличием цеолитной воды связаны полосы поглощения в диапазоне 3100-3700  $\text{см}^{-1}$ , 1638,55  $\text{см}^{-1}$  – полоса деформационных колебаний молекул воды. Увеличение интенсивности этих колебаний свидетельствует повышению содержания цеолита в породе. Полосы поглощения в интервале 2100 – 2500  $\text{см}^{-1}$  объясняются присутствием карбонатов кальция и натрия. Отсутствие полосы поглощения 3720-3740  $\text{см}^{-1}$ , соответствующей аморфной  $\text{SiO}_2$ , также указывает на высокую кристалличность и фазовую чистоту всех образцов.

Следует иметь в виду, что точное значение частоты, где поглощает та или иная группа зависит от окружения данной группы и её физического состояния.

После катионного обмена картина ИК-спектров несколько изменилась, а именно первый тип колебаний, характеризующий первичные структурные единицы (тетраэдры Al и Si) исходного образца природного цеолита Нахчывана, относится к полосам в областях 950-1250  $\text{см}^{-1}$  и 400-500  $\text{см}^{-1}$ . Сильная полоса поглощения 950-1250  $\text{см}^{-1}$  обусловлена валентными колебаниями внутри тетраэдров (1058,13 и 1067,58  $\text{см}^{-1}$ ). Колебания в области 450-650  $\text{см}^{-1}$  характерны для связей между Al - O - Si. Это определяет топологию вторичных структурных единиц и структуру цеолита. Известно, что валентные колебания Si-O и Al-O в тетраэдрах отвечают полосам поглощения в области 650-820  $\text{см}^{-1}$ . Положение этих полос зависит от отношения Si/Al в каркасе цеолита. Смещение полос в область низких частот происходит при увеличении содержания тетраэдрически координированных катионов алюминия. В ИК-спектрах полученных катионзамещенных образцов четко выражены полосы 760,15, 817,02, 705,12, 810,05  $\text{см}^{-1}$  и т.д., которые относятся к валентным колебаниям тетраэдров. Полосы поглощения при 1638,55  $\text{см}^{-1}$  относятся к деформационным колебаниям молекул воды. При модификации исходного образца катионами данная полоса смещается в область более высоких частот на 20  $\text{см}^{-1}$  (1650,15  $\text{см}^{-1}$ ) или же 150-200  $\text{см}^{-1}$  (1802,01  $\text{см}^{-1}$ ) и, в общем, не зависит от концентрации введенного катиона. Для образцов, модифицированных вышеуказанными катионами полосы и  $\text{см}^{-1}$  3007,03, 3342,17, 3453,68, 3567,98, 3612,59, 3642,88, 3803,13  $\text{см}^{-1}$  и т.д. обусловлены наличием водородосвязанного состояния гидроксильных групп  $\text{K}(\text{OH})_2$ , где К-катионы никеля, кобальта, цинка, магния и кадмия. Полоса поглощения 3734,15  $\text{см}^{-1}$  соответствует аморфной  $\text{SiO}_2$ , то есть после катионообработки в образце образуется аморфный диоксид кремния. При увеличении концентрации катионов полоса смещается в область более низких частот, что можно объяснить ослаблением гидроксильных связей. Полоса поглощения при 2361,09  $\text{см}^{-1}$ , характерная для исходного не модифицированного цеолита, объясняется наличием остатков структурообразующей органической добавки. Для катионозамещенных цеолитов данная полоса отсутствует. Это объясняется прокаливанием (при 300-400 $^{\circ}\text{C}$ ) исходных образцов перед введением катиона.

Согласно экспериментам ионный обмен исходных катионов на катионы никеля, кобальта, цинка, магния и кадмия в некоторых случаях оказывает влияние на термическую стабильность цеолита Нахчывана, а в некоторых – нет. Как известно

нашими исследованиями структура цеолита Нахчывана стабильна до 960<sup>0</sup>С. Ионный обмен на катионы, например кобальта, не оказывает влияние на термическую устойчивость, то есть природный образец после ионного обмена также стабилен до 960<sup>0</sup>С. Но в случае катионов никеля ионный обмен влияет на термическую стабильность цеолитов. Термическая устойчивость никельзамещенного образца возрастает до 1000<sup>0</sup>С. Но нами установлено, что ионный обмен исходных катионов на катионы кобальта повлиял на объем пор природного образца, что может оказать серьезное влияние на его адсорбционные и каталитические свойства.

**Список литературы:**

1. Коваль Л.М. Коробицина Л.Л., Восмериков А.В. Синтез, физико-химические и каталитические свойства высококремнеземных цеолитов. Томск: ТГУ, 2001. -50 с.
2. Колесникова Л.Г., Конфедератов В.А. Исследование ионообменных свойств природных цеолитов Амурской области // Проблемы экологии Верхнего Приамурья. Изд–во БГПУ. -2002. -Вып. 6. - С. 13-31.
3. Жантуаров С.Р., Умирзаков А.Г. Определение сорбционных характеристик природных цеолитов различных месторождений по извлечению ионов железа из водных сред // Перспективы развития фундаментальных наук: тезисы докладов X международной конференции студентов и молодых ученых. Томск, 23-26 апреля 2013 - С. 312-314.
4. Datka J., Gil B., Kubacka A. Acid properties of NaH-mordenites: Infrared spectroscopic studies of ammonia sorption // Zeolite. -1995. -V. 15. - p. 501-506
5. Erdem E., Karapinar N., Donat R. The removal of heavy metal cations by natural zeolites // J. Colloid Interf. Sci.. – 2004. - v. 280, № 2. - p. 309-314.
6. Дампилова Б.В. Сорбция ионов лантана природными цеолитами. Авт. .... к.х.н., Иркутск, 2012. - 21 с.
7. Кулиева Т.З., Чырагов М.И., Ахундов Ч.Г. Рентгенографическое и спектральное исследование природного цеолита // Новости БУ. – 2014. -,№ 2. -С. 147-152.

**ОПТИМИЗАЦИЯ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО РЕЖИМА СПЕКАНИЯ  
НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ КОМПОЗИТОВ  $\text{CaO-ZrO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$**

**Дмитриевский А.А., Тюрин А.И., Жигачев А.О., Гусева Д.Г.**

*ТГУ имени Г.Р. Державина, Тамбов, Россия, E-mail: aadmitr@yandex.ru*

На сегодняшний день одними из наиболее перспективных инженерных керамик являются композиты диоксида циркония и оксида алюминия в силу уникальности их физико-химических свойств, сочетающих в себе сильные стороны компонентов [1,2]. Так, диоксид циркония, стабилизированный в тетрагональной фазе, обладает высокими значениями трещиностойкости и прочности на изгиб, а корунд (полиморфная модификация оксида алюминия) характеризуется высокой твердостью. Системы  $\text{ZrO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$ , как правило, представляет собой сплав зерен частично стабилизированного окисью иттрия или кальция диоксида циркония и корунда. При невысоких концентрациях корунда в таких структурах может реализоваться не только присущий диоксиду циркония механизм трансформационного упрочнения, но и механизм дисперсионного упрочнения, обусловленный присутствием в композите дискретных частиц корунда.

Одним из основополагающих факторов, оказывающих влияние на рабочие характеристики таких композитов, является режим спекания (количество стадий, температура, длительность) [3]. Различие в температурах и кинетике спекания компонентов обуславливает неоднозначность (нелинейность) зависимости механических свойств композитов (тем более с различным соотношением  $\text{ZrO}_2$  и  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) от температуры и длительности их спекания. В связи с этим, работа была направлена на оптимизацию режимов спекания, способствующих получению композитов  $\text{CaO-ZrO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$  с высоким значением твердости.

Образцы наноструктурированной композиционной керамики готовили следующим образом. Составляющие композита (диоксид циркония, оксид кальция и корунд) смешивали с таким расчетом, чтобы молярная концентрация стабилизатора ( $\text{CaO}$ ) по отношению к  $\text{ZrO}_2$  имела значение 6,5 %, а массовую концентрацию  $\text{Al}_2\text{O}_3$  по отношению к смеси  $\text{CaO-ZrO}_2$  варьировали в диапазоне от 2,5 до 25 %. Полученную смесь порошков диспергировали в дистиллированной воде (в массовом соотношении 1:1) и гомогенизировали при помощи ультразвука. Затем производили помол в планетарной мельнице в течение 5 ч. После чего следовала усушка смеси в печи при температуре  $T_0 = 80$  °C в течение 24 h. Формовку образцов производили путем одноосного сухого прессования. Спекание образцов осуществляли на воздухе в двухстадийном режиме. Отметим, что двухстадийный режим термической обработки широко используется для спекания циркониевых керамик [4]. На первом этапе образцы нагревали с постоянной скоростью (5 °C/min) до температуры  $T_1$  и выдерживали в течение 5 min. Затем, образцы охлаждали до температуры  $T_2$  и спекали в течение 4 h. Охлаждение до комнатной температуры производили со скоростью, не превышающей 5 °C/min. Температуры  $T_1$  и  $T_2$  варьировали в интервалах от 1250 °C до 1500 °C и от 1150 °C до 1400 °C соответственно (с интервалом в 50 °C). После спекания образцы подвергали механической шлифовке и полировке. Микротвердость по Виккерсу измеряли на автоматизированном микротвердомере Duramin – A300 при нагрузке 50 N (максимальная глубина внедрения индентора  $h \sim 15$  μm).

Показано, что варьирование соотношения диоксида циркония (стабилизированного оксидом кальция) и корунда сопровождается немонотонным изменением микротвердости композита (рис. 1). Немонотонность зависимости  $H(C_{\text{Al}_2\text{O}_3})$  может быть обусловлена конкурентным характером откликов компонент ( $\text{CaO-ZrO}_2$  и  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) композита на термическую обработку (существенное различие в температурах спекания [5]). Действительно, как следует из данных, представленных на рисунке 1 (кривые 1-4), варьирование температур спекания (с сохранением интервала  $\Delta T = T_1 - T_2$ ) сопровождается смещением минимумов/максимумов микротвердости композита по оси абсцисс (концентрации  $C_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ ).



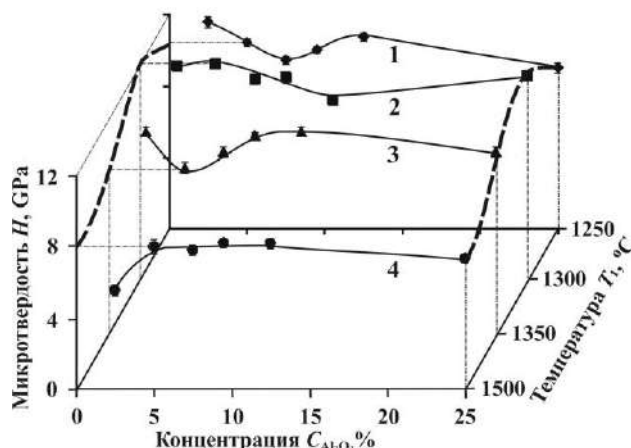


Рисунок 1 – Зависимости микротвердости  $H$  композитов  $\text{CaO-ZrO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$  от концентрации в них оксида алюминия  $C_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ , спеченных при температурах  $T_1$  в диапазоне от 1250 до 1500 °C

Анализ полученных данных позволяет заключить, что зависимости микротвердости композитов (с содержанием корунда от 2,5 до 25 %) от температуры спекания  $T_1$  также немонотонны (пунктирные линии на рис. 1). Увеличение твердости при повышении температуры  $T_1$  до 1300 °C обусловлено повышением степени тетрагональности циркониевой составляющей композита. Дальнейшее увеличение температуры спекания ( $T_1 > 1300$  °C,  $T_2 > 1200$  °C), по-видимому, способствует термостимулированному росту среднего размера зерна  $\text{ZrO}_2$ , следствием чего является снижение твердости композитов.

Таким образом, величина микротвердости наноструктурированной композиционной керамики  $\text{CaO-ZrO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$  немонотонно изменяется при варьировании содержания  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и температуры спекания, что позволяет выявить оптимальные соотношения переменных ( $C_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ , а также  $T_1$  и  $T_2$ ). Установлено, что максимальное значение микротвердости композита ( $H = 12,25 \pm 0,25$  ГПа) достигается при содержании в нем 5 %  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и температурах спекания  $T_1 = 1300$  °C и  $T_2 = 1200$  °C. Отметим, что полученная в таких условиях композиционная керамика характеризуется высоким содержанием тетрагональной фазы ( $C_{t-\text{ZrO}_2} = 96$  %), имеет достаточно высокую вязкость разрушения ( $K_C = 8,47 \pm 0,37$  МПа $m^{1/2}$ ) и средний размер зерна  $d \sim 200$  nm (рис. 2).

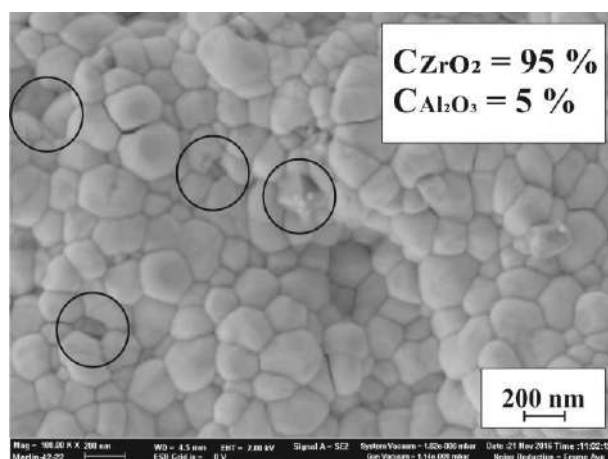


Рисунок 2 – СЭМ-изображение наноструктурированной композиционной керамики  $\text{CaO-ZrO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$  с концентрацией корунда  $C_{\text{Al}_2\text{O}_3} = 5$  %. Кружками отмечены кристаллиты  $\text{Al}_2\text{O}_3$

Экспериментально найденные значения оптимальных температур значительно ниже температур, обычно используемых для спекания корунда ( $T \sim 1600$  °C [5]). Поскольку в исследуемых композиционных керамиках основным (матричным) материалом являлся  $\text{CaO-ZrO}_2$  ( $C_{\text{CaO-ZrO}_2} \geq 75$  %), то негативный вклад в изменение микротвердости композита от термостимулированного роста зерна  $\text{ZrO}_2$

(при  $T_2 \geq 1250$  °С), по-видимому, оказывался больше (значительнее), чем позитивный вклад от спекания корундовой составляющей. Следует отметить, что получение композиционной керамики на основе частично стабилизированного диоксида циркония и корунда с высокими показателями рабочих характеристик при сравнительно низких температурах спекания ( $T_1 \leq 1300$  °С) обеспечивает существенную экономическую выгоду не только за счет снижения энергопотребления, но и за счет резкого снижения стоимости используемых печей.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 16-19-10405).

### Список литературы:

1. Pulgarin H.L.C., Albano M.P. Sintering, microstructure and hardness of different alumina–zirconia composites. *Ceramics International*. -2014. -V. 40. -P. 5289.
2. Nevarez-Rascon A., González-Llopez S., Acosta-Torres L.S., Nevarez-Rascon M.M., Orrantia-Borunda E. Synthesis, biocompatibility and mechanical properties of ZrO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ceramics composites // *Dental Materials Journal*. -2016. -V. 35(3). -P. 392.
3. Fan J., Lin T., Hu F., Yu Y., Ibrahim M., Zheng R., Huang Sh., Ma J. Effect of sintering temperature on microstructure and mechanical properties of zirconia-toughened alumina machinable dental ceramics // *Ceramics International*. -2017. -V. 43(4). -P. 3647.
4. Galusek D., Ghillanyova K., Sedlacek J., Kozankova J., Sajgalik P. The influence of additives on microstructure of sub-micron alumina ceramics prepared by two-stage sintering // *J. Eur. Ceram. Soc.* -2012. -V. 32(9). -P. 1965.
5. Surzhikov A.P., Frangul'yan T.S., Gyngazov S.A. Dilatometric research into the sintering processes of composite ceramics made of ZrO<sub>2</sub>(Y)-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> system ultradispersed powders under various temperature-time burning conditions // *Systems. Methods. Technologies*.-2012. - № 4(16). - P. 93.

**ПОДАВЛЕНИЕ ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ КРЕМНИЯ ПОД ИНДЕНТОРОМ  
ПОСРЕДСТВОМ МАЛОДОЗОВОГО БЕТА-ОБЛУЧЕНИЯ**

**Дмитриевский А.А., Ефремова Н.Ю., Гусева Д.Г.,  
Шуклинов А.В., Кирилова В.О.**

*ТГУ имени Г.Р. Державина, Тамбов, Россия, E-mail: aadmitr@yandex.ru*

Уникальный комплекс физико-химических свойств кремния уже многие годы служит причиной его востребованности в микроэлектронике [1]. Кремний является основным материалом для изготовления большинства микро- и нанoeлектромеханических систем (МЭМС/НЭМС). Функционал подобного рода устройств зависит не только от электрических, но и от механических свойств. Процесс изготовления и эксплуатации таких устройств сопряжен с механическими нагрузками. При сосредоточенных нагрузках в кремнии могут развиваться давления, достаточные для фазовых превращений (ФП) [2]. Изменение фазового состава и, соответственно, свойств кремния может негативно сказываться на рабочих характеристиках устройств, вплоть до их полного выхода из строя. Эта проблема может усугубляться влиянием внешних факторов, например радиационной природы. Известно, что облучение даже в малых дозах способно оказывать влияние на процесс ФП в кремнии при индентировании [3]. Такие явления важно учитывать при проектировании прецизионных элементов микросистемной техники, поскольку они могут вызвать снижение точности или даже полную утрату функциональности изделий при малодозовом и потому непрогнозируемом радиационном воздействии. С учетом этого, работа была направлена на получение количественной информации о влиянии предварительного малодозового бета-облучения на объем метастабильных фаз кремния Si-II, Si-XII, Si-III и  $\alpha$ -Si, формируемых под индентором.

Исследуемые образцы представляли собой монокристаллы кремния (КЭФ-10), одна из поверхностей которых (111) была покрыта слоем золота толщиной  $\sim 150$  nm, в котором был сформирован сквозной зазор шириной  $d \sim 2$   $\mu$ m. В процессе внедрения и извлечения индентора синхронно регистрировали  $P$ - $h$ -диаграммы и электрическое сопротивление образца. Более детально процедура подготовки образцов и методика измерений описаны в [4]. Для облучения образцов использовали источник на основе препарата  $^{90}\text{Sr} - ^{90}\text{Y}$  со средней энергией эмитируемых бета-частиц, превышающей пороговую энергию дефектообразования в кремнии. Интенсивность потока бета-частиц имела значение  $I = 1,8 \times 10^5 \text{cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ , что позволяло за 50 h облучения накапливать флюенс  $F = 3,24 \times 10^{10} \text{cm}^{-2}$ . Отметим, что выбранные параметры облучения соответствуют первому пику  $W$ -образного разупрочнения кремния [5].

Анализ геометрической формы области металлизированной фазы, формируемой при индентировании (пирамида Берковича), позволяет получить выражение для расчета объема металлизированной фазы кремния  $V_{\text{Si-II}}$  как функции от глубины внедрения индентора  $h$  и соответствующего сопротивления  $R_h$ :

$$V_{\text{Si-II}} = \frac{2h^3(R_0 - R_h)S_{\text{Si-I}}\rho_{\text{Si-II}}(\text{tg}\alpha + \text{tg}\beta)(\cos\gamma \text{tg}\alpha)^2}{3(R_h - R_{\text{Au+Cu}})d\rho_{\text{Si-I}} \sin 2\gamma} \left( \frac{1}{h\cos\gamma \text{tg}\alpha - d/2} - \frac{1}{h\cos\gamma \text{tg}\alpha} \right),$$

где  $R_0$  – исходное (до индентирования) сопротивление образца,  $R_{\text{Au+Cu}}$  – сопротивление подводящих проводов и золотой пленки,  $d$  – ширина зазора между золотыми пленками,  $S_{\text{Si-I}}$  – площадь поперечного сечения образца,  $\rho_{\text{Si-II}}$  – удельное сопротивление металлизированной фазы,  $\alpha$ ,  $\beta$  и  $\gamma$  – известные углы пирамиды Берковича. Путем подстановки экспериментальных данных зависимости  $R_h(h)$  в полученное выражение были получены численные значения объема области металлизированной фазы кремния для разных глубин внедрения индентора в исходные и предварительно облученные образцы (рис. 1, а). Видно, что в обоих образцах металлизированная фаза образуется на определенной стадии внедрения индентора (при достижении критических напряжений). Ее объем нарастает по мере дальнейшего внедрения индентора и затем, при извлечении индентора, уменьшается

до нулевого значения (фаза Si-II полностью исчезает). Из приведенных данных видно, что предварительное бета-облучение вызывает более чем полуторакратное уменьшение объема области фазы Si-II.

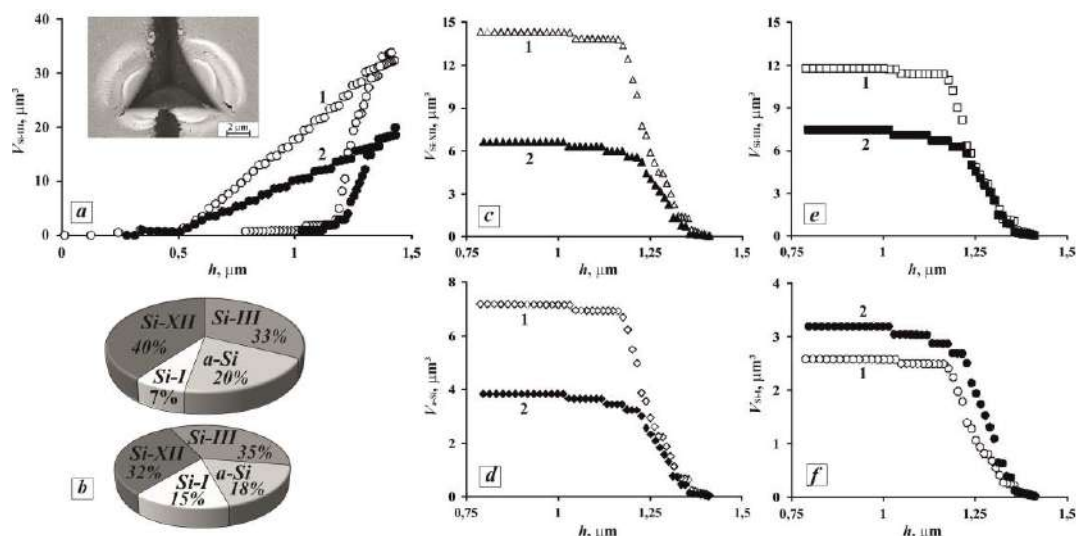


Рисунок 1 – Зависимости объемов фаз кремния Si-II (a), Si-XII (c),  $\alpha$ -Si (d), Si-III (e) и Si-I (f), образующихся при индентировании от глубины внедрения индентора. Кривые 1 получены на исходных (необлученных) образцах, кривые 2 – на предварительно облученных образцах. На рис. (b) представлены круговые диаграммы соотношения относительных объемных долей фаз Si-XII, Si-III,  $\alpha$ -Si и Si-I. На врезке к рис. а представлено СЭМ-изображение участка образца с зазором в золотой пленке и отпечатком индентора

Анализ рамановских спектров (зарегистрированных в центральных областях отпечатков, сформированных в исходных и предварительно облученных образцах [3]) позволил установить соотношения относительных объемных долей фаз Si-XII, Si-III,  $\alpha$ -Si и Si-I (рис. 1, b). В процессе ФП Si-II  $\rightarrow$  Si-XII/Si-III/ $\alpha$ -Si/Si-I происходит увеличение объема материала, обусловленное различием плотностей упаковок формируемых под индентором фаз [2]. Совокупность данных о соотношении удельных объемов формируемых фаз и их относительных объемных долей позволила выразить объемы каждой из фаз  $V_{\text{Si-XII}}$ ,  $V_{\text{Si-III}}$ ,  $V_{\alpha\text{-Si}}$  и  $V_{\text{Si-I}}$  через объем металлизированной фазы  $V_{\text{Si-II}}$ . Таким образом, с использованием части зависимости  $V_{\text{Si-II}}(h)$ , соответствующей стадии разгрузки индентора, построены зависимости  $V_{\text{Si-XII}}(h)$ ,  $V_{\text{Si-III}}(h)$ ,  $V_{\alpha\text{-Si}}(h)$  и  $V_{\text{Si-I}}(h)$  для исходных и предварительно облученных образцов (рис. 1, c - f).

Из приведенных данных видно, что предварительное бета-облучение вызывает значительное (от полутора до двух с половиной раз) уменьшение содержания фаз Si-XII, Si-III и  $\alpha$ -Si. Содержание же алмазоподобной структуры Si-I в области под отпечатком индентора в облученных кристаллах, напротив, увеличено по сравнению с необлученными.

Наблюдаемое явление может быть обусловлено локальными искажениями кристаллической решетки в окрестности сложных комплексов вторичных радиационных дефектов. В [6] было показано, что в подобных условиях облучения в приповерхностных слоях кремния накапливаются вторичные радиационные дефекты  $V_2\text{-O-C}$  (содержащие 2 вакансии, атом кислорода и атом углерода). Накопление подобных дефектов, увеличивая свободную энергию кристалла, по-видимому, препятствует формированию под индентором более плотно упакованной металлизированной фазы Si-II. Бета-индуцированное уменьшение содержания металлизированной фазы (на стадии нагрузки) приводит к соответствующему снижению содержания фаз Si-XII, Si-III и  $\alpha$ -Si под отпечатком индентора (после разгрузки). Таким образом, генерация незначительного (по сравнению с исходным содержанием дефектов) количества вторичных радиационных дефектов (в условиях низкоинтенсивного малодозового бета-облучения) вызывает подавление ФП под индентором, или, другими словами, стабилизирует алмазоподобную кристаллическую

решетку кремния. Сделанный вывод, по-видимому, можно распространить на более общий случай сосредоточенных нагрузок, сопровождающихся ФП кремния.

Таким образом, предложенный метод позволяет производить количественную оценку степени препятствия малодозового бета-облучения фазовым превращениям Si-I  $\rightarrow$  Si-II при нагружении индентора и Si-II  $\rightarrow$  Si-XII/Si-III/ $\alpha$ -Si при разгрузке индентора. Полученные данные свидетельствуют о перспективах использования малодозового бета-облучения как способа стабилизации алмазоподобной кристаллической решетки кремния при механической обработке в процессе изготовления элементов микросистемной техники.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 15-02-04797 а.

**Список литературы:**

1. Chollet F., Devices based on co-integrated MEMS actuators and optical waveguide: a review // *Micromachines*. -2016. -V. 7. -P. 18.
2. Domnich V., Gogotsi Y., Phase transformations in silicon under contact loading // *Rev. Adv. Mater. Sci.* -2002. -№ 3. -P. 1–36.
3. Головин Ю.И., Дмитриевский А.А., Шуклинов А.В., Косырев П.А., Ловцов А.Р., Влияние низкоинтенсивного бета-облучения на фазовые превращения в кремнии при микроиндентировании // *Известия ВУЗов. Серия Физика*. -2011. -Т. 54, №8. -С. 73-76.
4. Дмитриевский А.А., Гусева Д.Г., Ефремова Н.Ю., Регистрация *insitu* фазовых превращений Si-I – Si-II при наноиндентировании // *Деформация и разрушение материалов*. -2016. -№ 2. -С. 31-34.
5. А.А. Дмитриевский, Ю.И. Головин, В.М. Васюков, Н.Ю. Сучкова. Влияние электрических полей на динамику изменений микротвердости кремния, индуцируемых низкоинтенсивным бета-облучением // *Известия РАН. Серия Физическая*. -2008. -Т. 72, № 7. -С. 988.
6. Бадылевич М.В., Блохин И.В., Головин Ю.И., Дмитриевский А.А., Карцев С.В., Сучкова Н.Ю., Толотаев М.Ю., Немонотонные изменения концентрации радиационных дефектов донорного и акцепторного типов в кремнии, индуцируемые слабоинтенсивным бета-облучением // *ФТП*. -2006. -Т. 40, № 12. -С. 1409-1411.

**СТРУКТУРНЫЕ ИЗМЕНЕНИЯ В УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТЫХ МЕТАЛЛАХ ПРИ  
УЛЬТРАЗВУКОВОМ ВОЗДЕЙСТВИИ**

<sup>1</sup>Назаров А.А., <sup>1</sup>Жиляев А.П., <sup>1</sup>Самигуллина А.А., <sup>1</sup>Мурзаев Р.Т.,

<sup>2</sup>Мухаметгалина А.А., <sup>3</sup>Царенко Ю.В., <sup>3</sup>Рубаник В.В.

<sup>1</sup>Институт проблем сверхпластичности металлов РАН,  
г. Уфа, Россия, E-mail: AANazarov@imsp.ru

<sup>2</sup>Башкирский государственный университет, г. Уфа, Россия

<sup>3</sup>Институт технической акустики НАНБ, г. Витебск, Беларусь, E-mail: ita@vitebsk.by

Знакопеременные механические напряжения, создаваемые в материалах при интенсивном ультразвуковом воздействии с амплитудами деформации  $\varepsilon_m \geq 10^{-4}$ , инициируют осциллирующую пластическую деформацию и приводят к значительным изменениям их дефектной структуры. К настоящему времени хорошо исследовано воздействие ультразвука с амплитудами значительно выше указанного порога, которое приводит к интенсивному размножению дислокаций и упрочнению материала. Такое воздействие используется в ультразвуковом упрочнении, наноструктурировании, финишной обработке поверхности материалов и т.д. [1]. Менее исследованы эффекты, связанные с ультразвуковой обработкой (УЗО) при умеренных амплитудах, когда напряжения сопоставимы с пределом текучести материала, и нет интенсивной генерации дислокаций, но ультразвук может способствовать повышению подвижности дислокаций, релаксации дефектной структуры и внутренних напряжений. Эти эффекты могут представлять интерес как потенциальный инструмент для контролируемого воздействия на структуру и свойства неравновесных материалов, каковыми являются, например, ультрамелкозернистые (УМЗ) и наноструктурные (НС) материалы.

УМЗ материалы, полученные деформационными методами, такими как кручение под квазигидростатическим давлением (КГД), равноканальное угловое прессование (РКУП), всесторонняя изотермическая ковка (ВИК) и т.п., характеризуются наличием высокой плотности решеточных дислокаций, а также неравновесных границ зерен, содержащих внесенные при деформации дислокации и являющихся источниками дальнедействующих внутренних напряжений [2,3]. Эксперименты показывают, что отжиг при умеренных температурах приводит к возврату структуры и снижению внутренних напряжений, что способствует улучшению механических свойств УМЗ материалов. УЗО, действующая аналогичным образом, может рассматриваться как потенциально выгодная альтернатива такому отжигу.

В настоящей работе изложены результаты теоретического и экспериментального исследования воздействия УЗО на структуру УМЗ металлов.

Теоретическое исследование проведено методом моделирования в рамках дискретной дислокационной динамики. Для этого было выбрано модельное зерно квадратной формы с двумерной кристаллической решеткой, в которой имеются три плоскости скольжения дислокаций, расположенные под углом  $60^\circ$  друг к другу (рис. 1 а). В стыках зерна расположены клиновые дисклинации мощности  $\pm\Omega$ , образующие квадрупольную конфигурацию. В зерне хаотически распределены краевые дислокации всех трех систем скольжения. Количества дислокаций противоположного знака одинаковы как в целом по системе, так и отдельно по каждой плоскости скольжения. При воздействии знакопеременного напряжения сдвига на систему дислокации приходят в осциллирующее движение. Численное исследование этого движения позволило выделить несколько типичных процессов структурной перестройки системы, которые при этом происходят: образование динамических мультипольных конфигураций, которые могут совершать дрейфовое движение, образование неподвижных барьеров типа дислокаций Ломера-Коттрелла и поглощение дислокаций границами зерен. После определенного количества циклов деформации устанавливается стационарное состояние, в котором структура системы зависит как от исходной плотности дислокаций, так и амплитуды ультразвука. При высокой плотности дислокаций и амплитуде напряжений ниже некоторой пороговой дислокации образуют в зерне конфигурации, создающие дальнедействующие напряжения, и полной компенсации поля напряжений дисклинаций не происходит (рис.

1 б). При этом среднеквадратичное напряжение в зерне увеличивается по сравнению с исходным состоянием. При относительно низкой плотности дислокаций и достаточной амплитуде напряжений все дислокации попадают в границы зерен, «гася» дисклинации и приводя к релаксации поля далекодействующих напряжений (рис. 1в). При этом, в зависимости от соотношения между плотностью дислокаций и мощностью дисклинаций, происходит частичная или полная релаксация далекодействующего поля напряжений.

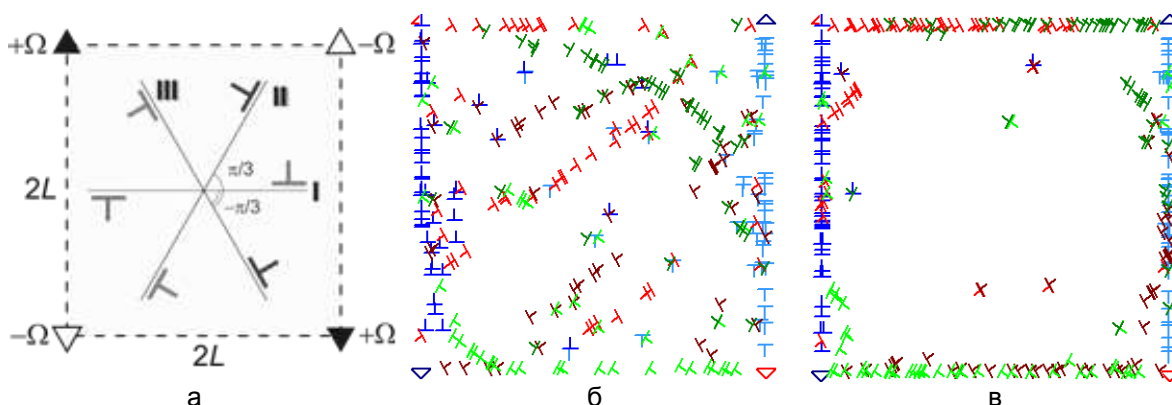


Рисунок 1 – Модельное зерно в двумерной решетке с тремя системами скольжения дислокаций, содержащее квадруполь клиновых стыковых дисклинаций и хаотическое распределение дислокаций (а); типичные конфигурации системы: при высокой плотности дислокаций и низкой амплитуде ультразвука (б), при высокой амплитуде ультразвука (в)

Экспериментально исследовано воздействие УЗО на структуру и микротвердость УМЗ никеля, полученного методом КГД. Образцы в виде дисков диаметром 10 мм и толщиной около 0.35 мм были подвергнуты осциллирующим напряжениям сжатия-растяжения частоты около 20 кГц со значениями амплитуды, составляющими приблизительно 15, 30, 45, 60 и 90 МПа. Микроструктура исходных и подвергнутых УЗО образцов была исследована методами рентгеноструктурного анализа, просвечивающей электронной микроскопии и дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD). Получены зависимости средней плотности дислокаций, среднеквадратичной упругой деформации (микроискажений решетки) и микротвердости от амплитуды ультразвука. Эксперименты показали, что при относительно низких амплитудах (15, 30 МПа) УЗО приводит к некоторому росту микротвердости, среднеквадратичной деформации и плотности дислокаций. При амплитуде 60 МПа происходит заметное снижение всех указанных характеристик по сравнению с исходным состоянием, а при дальнейшем увеличении амплитуды напряжений до 90 МПа – их обратное повышение (рис. 3 а,б). При УЗО также происходит увеличение доли большеугловых границ зерен без значительного изменения среднего размера зерна.

Обнаруженные закономерности могут быть объяснены с учетом результатов моделирования следующим образом. При амплитудах ниже 60 МПа происходит зарождение и накопление дислокаций в зернах. При этом напряжения недостаточны для преодоления образующихся в зернах барьеров, поэтому дислокации образуют внутри зерен субструктуру, и внутренние напряжения увеличиваются. Этот факт подтверждается электронномикроскопическими наблюдениями тонкой структуры образцов. Далее при повышении напряжений дислокации преодолевают внутризеренные барьеры и попадают в границы зерен, вступают в реакции с дислокациями соседних зерен, что приводит к увеличению углов разориентировки границ зерен, к уменьшению плотности дислокаций, а также эффективной экранировке полей напряжений зернограницных дефектов, что приводит к релаксации внутренних напряжений. При еще большем увеличении амплитуды напряжений процессы генерации и накопления дислокаций преобладают над процессами их аннигиляции и перестройки, вследствие чего эффект релаксации ослабевает и исчезает.

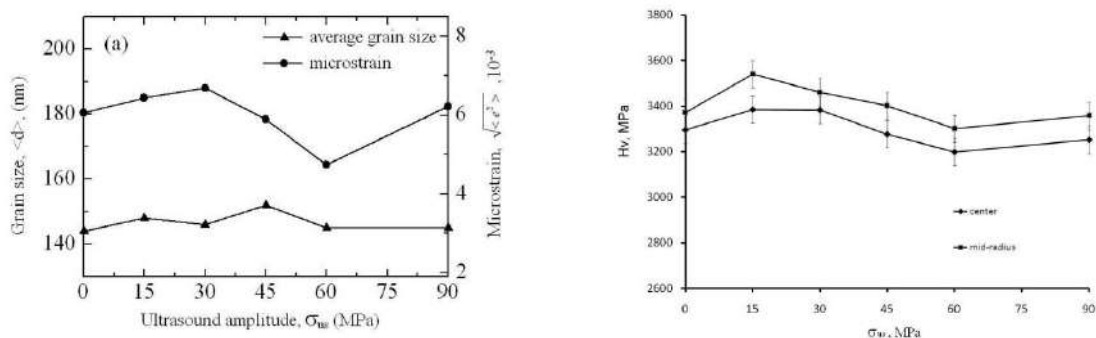


Рисунок 2 – Зависимости микроискажений, размера зерен (а) и микротвердости (б) в УЗМ никеле, полученном методом КГД, от амплитуды ультразвуковой обработки

Как видим, полученные методом дислокационного моделирования теоретические результаты и экспериментальные данные находятся во взаимном согласии и демонстрируют, что при УЗО происходят сложные процессы генерации, перестройки дислокаций и их стока в границы зерен, что в зависимости от амплитуды может привести как к повышению уровня внутренних напряжений, так и к их релаксации в УМЗ металлах.

Работа была поддержана Российским научным фондом (грант № 16-19-10126).

#### Список литературы:

1. Клубович В.В., Артемьев В.В., Сакевич В.Н. Ультразвуковые виброударные процессы. Минск: БНТУ, 2004. -258 с.
2. Nazarov A.A., Mulyukov R.R. Nanostructured Materials, in: Nanoscience, Engineering and Technology Handbook, Eds. S. Lyshevski, D. Brenner, J. Iafrate W. Goddard, CRC Press, USA, 2002. Chapter 22 (P.22-1–22-41).
3. Valiev R.Z., Zhilyaev A.P., Langdon T.G. Bulk nanostructured materials: Fundamentals and applications. Hoboken: Wiley, 2013.- 440 p.



**РАДИОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ КОРОТКОЖИВУЩИХ  
ПЛАЗМЕННЫХ СТРУКТУР**

<sup>1</sup>Русских А.Г., <sup>1</sup>Жигалин А.С., <sup>1</sup>Артёмов А.П., <sup>1</sup>Федюнин А.В., <sup>1</sup>Орешкин В.И.,  
<sup>2</sup>Чайковский С.А., <sup>3</sup>Валько Н.Г.

<sup>1</sup>Институт сильноточной электроники СО РАН,  
г. Томск, Россия, E-mail: russ@ovpe2.hcei.tsc.ru

<sup>2</sup>Институт электрофизики УО РАН,  
г. Екатеринбург, Россия, E-mail: stas-chaikovsky@yandex.ru

<sup>3</sup>Гродненский государственный университет,  
г. Гродно, Беларусь, E-mail: n.valko@grsu.by

**Введение**

Понятие «короткоживущие плазменные структуры» объединяет собой целый ряд разнообразных физических процессов, таких как взрыв проводников, взрывное испарение вещества с поверхности электродов, инжекция плазменных струй и многое другое связанных с быстрым движением вещества. Для исследования структуры быстро изменяющихся во времени объектов, начиная с 1982 года в Физическом институте им. Лебедева (г. Москва) начали использовать вспышку рентгеновского излучения X-пинча [1], источник которого имеет малый размер и длительность свечения. Долгое время такой тип нагрузки был реализован на генераторах имеющих значительные габариты [2–5], которые не позволяли использовать их в различных лабораториях из-за их не транспортабельности. Начиная с 2008 г, в ИСЭ СО РАН начали развивать радиографическую диагностику на базе малогабаритных, но достаточно мощных генераторов XPG, нагрузкой которых также являлся X-пинч [6]. Такой тип генераторов имеет габариты 40x40x30 см<sup>3</sup> и допускает транспортировку, а следовательно существенно расширяет возможности экспериментаторов. Начиная с 2010 года, в рентгеновских радиографах, наряду с нагрузкой в виде X-пинча, в ИСЭ СО РАН начали использовать точечный рентгеновский источник на основе миниатюрной плазменной струи. Такой тип нагрузок получил название PointZ-pinch (PZ-пинч) [7]. PZ-пинч обеспечивает вспышку рентгеновского излучения по длительности аналогичную X-пинчу, размерами лишь незначительно превышающими размеры вспышки X-пинча, но имеющий явное преимущество: многократность использования без вскрытия вакуумной камеры.

**Малогабаритный рентгеновский радиограф на основе X-пинча**

X-пинч, представляет собой обычно 4 тонких проводника диаметром 10 – 30 мкм, скрещенных между собой в форме буквы “X” [2]. При пропускании по X-пинчу импульса тока с амплитудой  $I_m$  (150–300 кА) и временем нарастания  $t$ , для которого выполняется условие  $I_m/t > 1$  кА/нс [3], в области перекрестия проволочек образуется источник мягкого рентгеновского излучения размером в несколько микрон (в диапазоне энергии квантов 1-5 кэВ), а его длительность обычно не превышает 1 нс. Благодаря таким свойствам источник излучения на основе X-пинча может использоваться для рентгеновского зондирования с микронным пространственным и наносекундным временным разрешением. В Институте сильноточной электроники СО РАН разработаны малогабаритные импульсные генераторы с амплитудой импульса тока 200–300 кА и временем его нарастания 180–240 нс [8]. Особенностью конструкции данных генераторов является использование компактных низкоиндуктивных конденсаторно\_коммутаторных сборок [9]. На этих генераторах в экспериментах с X-пинчами продемонстрирован источник мягкого рентгеновского излучения размером порядка 3-10 мкм при длительности импульса не более 2 нс в спектральном диапазоне энергий квантов  $h\nu = 1 - 4$  кэВ [10].

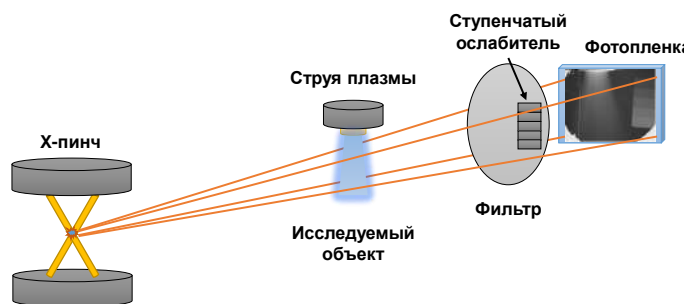


Рисунок 1 – Типичная схема регистрации изображения исследуемого объекта

Как показано на рисунке 1, теневое изображение исследуемого объекта регистрировалось на фотопленку (Микрат или РФ-3). Для того, чтобы получить не только качественное представление о структуре исследуемого объекта, но и количественно оценить плотность вещества, между исследуемым объектом и фотопленкой располагают фильтр с напыленным

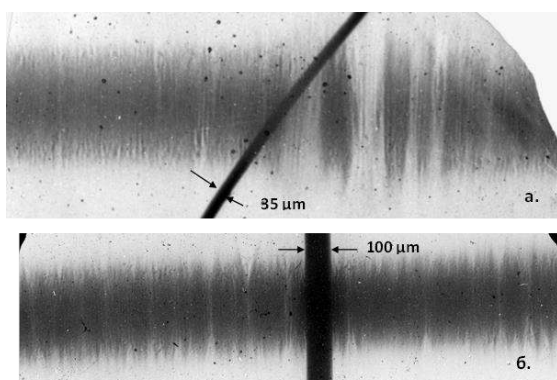


Рисунок 2 – Изображения взрывающегося алюминиевого проводника. а-начальный диаметр 35 мкм, б-начальный диаметр 50 мкм

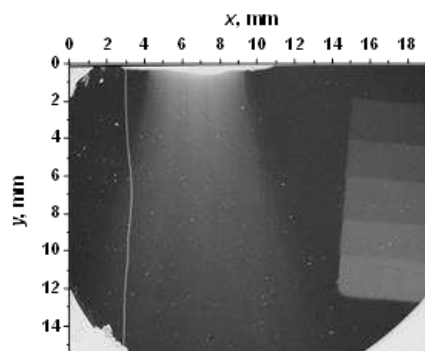


Рисунок 3 – Изображение висмутовой плазменной струи формирующейся в вакуумном дуговом разряде. Справа изображение ступенчатого ослабителя

ступенчатым ослабителем, состоящим из того же вещества, что и исследуемый объект. Если излучение радиографа, проходя через разные объекты, проходит через одинаковое количество вещества, приходящегося на единицу площади, то степень почернения фотопленки будет одинаковой. Таким образом, сравнивая плотность почернения фотопленки в области исследуемого объекта и в области ступенчатого ослабителя, при этом зная толщину ступенчатого ослабителя, можно оценить линейную плотность и погонную массу исследуемого объекта. Такая диагностика успешно применяется для исследования быстроразвивающихся физических процессов, таких как взрыв проводников, фольг или плазменных струй вакуумных дуговых разрядов [3-5, 11, 12]. Примеры таких изображений приведены на рисунках 2 и 3.

### Малогабаритный рентгеновский радиограф на основе PZ-пинча

При использовании миниатюрной струи плазмы вместо скрещенных проводников X-пинча, при величине межэлектродного зазора 1.3–1.5 мм также формируется единичный источник излучения. Размер излучающей области PZ-пинча в диапазоне энергий квантов от 1.5 до 3 кэВ составляет  $13 \pm 2$  мкм в диаметре и  $24 \pm 2$  мкм в высоту для плазменной струи из алюминия,  $7 \pm 2$  мкм в диаметре и  $17 \pm 2$  мкм в высоту для плазменной струи из олова. Длительность вспышки рентгеновского излучения составляет 2–3 нс. Полный за импульс выход излучения в спектральном диапазоне 1.56–1.9 кэВ достигает 50 мДж в полный телесный угол. С точки зрения импульсной радиографии, в мягком рентгеновском диапазоне спектра применение PZ-пинча хотя и уступает X-пинчу в пространственным разрешении, имеет два существенных преимущества. Первое: энергия квантов излучения PZ-пинча лежит в диапазоне до 3 кэВ, и плазма не излучает в более жесткой области спектра. Это способствует более высокой контрастности изображений. Второе: отсутствует как необходимость в разборке вакуумной камеры после каждого срабатывания, так и необходимость трудоемкой процедуры установки нагрузки из микропроводников.

Ресурс работы дугового разряда составляет около 50 срабатываний без переборки. После шлифовки торцевой части катода устройство снова готово к работе. Разработанный метод позволяет проводить радиографические исследования объектов толщиной 10–1000 мкм с пространственным разрешением 10–20 мкм при временном разрешении 2–3 нс.

Работа поддержана Российским научным фондом грант № 16-19-10142.

**Список литературы:**

1. Захаров С.М., Иваненков Г.В., Коломенский А.А. и др. // Письма в ЖТФ, 1982. – 8(9), 1060 с.
2. Shelkovenko T.A., Pikuz S.A., Douglass J.D. et al., // IEEE Trans. PlasmaSci., 2006. – V.34, P.2336.
3. Pikuz S.A., Sinars D.B., Shelkovenko T.A. et al. // Phys. Rev. Lett., 2002. – V.89, P.035003.
4. Alexandrov V.V., Frolov I.N., Fedulov M.V. et al. // IEEE Trans. PlasmaSci., 2002. – V.30, №2, P.559.
5. Douglass J.D., Hammer D.A. // Rev. Sci. Instrum., 2008. – V.79, P.033503.
6. Rousskikh A.G., Oreshkin V.I., Chaikovsky S.A. et al. // Phys. of Plasmas, 2008. – V.15, 102706.
7. Русских А.Г., Шишлов А.В., Жигалин А.С., и др., // ЖТФ, 2010. – том 80, вып. 11.
8. Ратахин Н.А., Федущак В.Ф., Эрфорт А.А. и др. // Изв. вузов. Физика, 2007. – № 50, с.87.
9. Жарова Н.В., Ратахин Н.А., Саушкин А.В. и др. // ПТЭ, 2006. – № 3, с.141.
10. Артёмов А.П., Лабецкая Н.А., Федюнин А.В. и др. // Краткие сообщения по физике. М.: ФИАН, 2010. – № 6. с. 31.
11. Rousskikh A.G., Oreshkin V.I., Chaikovsky S.A. et al. // Physics of Plasmas, 2008. – V.15, P.102706.
12. Oreshkin V.I., Rousskikh A.G., Chaikovsky S.A., Oreshkin E.V. // Physics of Plasmas, 2010. – V.17, P.072703.

**МЕХАНОХИМИЧЕСКОЕ ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ В ПОРОШКОВЫХ СИСТЕМАХ Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Fe-Me(Al, Zr) В ПРОЦЕССЕ ИНТЕНСИВНОЙ МЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ**

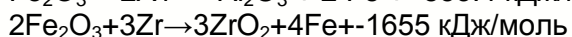
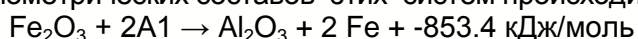
<sup>1</sup>Витязь П.А., <sup>1</sup>Жорник В.И., <sup>1</sup>Ковалева С.А., <sup>2</sup>Григорьева Т.Ф., <sup>2</sup>Девяткина Е.Т.

<sup>1</sup>Объединенный институт машиностроения НАН Беларуси, г. Минск, Беларусь

<sup>2</sup>Институт химии твердого тела и механохимии СОРАН, г. Новосибирск, Россия

Механохимический подход к получению материалов используется для создания композиционных наноструктурированных материалов, которые представляют собой гетерогенную систему, состоящую из двух или большего числа фаз, имеющих различную физико-химическую природу. Интенсивные ударно-сдвиговые воздействия на вещество, реализуемые в механореакторах, носят импульсный характер и вызывают значительные пластические деформации, сопровождающиеся при этом локальными процессами нагрева, что в общем случае приводит к диспергированию веществ с формированием большой контактной поверхности, их перемешиванию и интенсификации различных химических реакций с изменением структурного состояния продукта [1]. Химические взаимодействия могут быть реализованы: в локальных объемах в процессе каждого соударения с постепенным характером превращений; в объеме смеси с высокой скоростью протекания механически стимулированные реакции (МСР) в системах с достаточно высокими значениями энтальпии.

Одним из возможных типов химического взаимодействия под действием механических напряжений являются окислительно-восстановительные реакции в экзотермических системах, включающих оксиды и активные металлы, например, оксид железа (III) и алюминий или цирконий. Взаимодействие в стандартных условиях для стехиометрических составов этих систем происходит по схеме:



Механическая активация (МА) смесей Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> с металлами-восстановителями может происходить в режиме теплового взрыва как с полным или частичным восстановлением оксида железа с формированием композитных структур, содержащих оксиды активных металлов, железо и интерметаллические сплавы в зависимости от взаимной концентрации и энергетичности активации [2]. Активность металла-восстановителя и энергонапряженность процесса механоактивации обуславливают скорость и степень прохождения механохимической реакции. Разбавление смесей другими металлами (в частности, железом) позволяет управлять скоростями протекания химических реакций и механизмами взаимодействия.

В данной работе представлены результаты исследований кинетики и полноты протекания МСР в системах, содержащих оксид железа и активные металлы Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Zr и Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al, которые разбавлены железом, и изучено влияние морфологии исходных частиц железа на формирование механокомпозитов в следующих схемах механохимического синтеза (МХС): 1 – предварительный синтез композита в стехиометрическом составе с последующим добавлением железа и дополнительной МА; 2 – синтез композита в системах Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Me-Fe с избытком железа; 3 – синтез с использованием вместо смеси порошков железа и циркония механокомпозита Fe/Zr.

Механохимический синтез проводили в шаровой планетарной мельнице с водяным охлаждением типа АГО-2 в атмосфере аргона. Объем барабана 250 см<sup>3</sup>, диаметр шаров 5 мм, загрузка шаров 200 г, навеска образца 10 г, скорость вращения барабанов вокруг общей оси ~ 1 000 об/мин. Энергонапряженность мельницы I=7 Вт/г [3]. Количество дозы переданной механической энергии D определялось длительностью обработки  $D=It$  (кДж/г) в диапазоне от 10 с до 20 мин.

В качестве исходных компонентов использовали порошки оксида железа (III) «чда», железа карбонильного Р-10, алюминия ПА-4, циркония М-41, а также наноструктурированные порошки механокомпозита Fe/50%Zr с размером композиционных частиц ~ 300 нм с распределением циркония в зернограничной фазе. Состав смесей готовили с содержанием железа 28 и 33 мас.% из расчета его количества в конечном продукте 50 об.%. Для оценки полноты прохождения реакции использовали отношение регистрируемого количества гематита Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> к исходному, выраженное как степень превращения:

$$\alpha = 1 - N_{Fe_2O_3} / N_{Fe_2O_3_{iss}}$$

На рисунке 1 представлены диаграммы фазовых составов, формируемых в исследуемых схемах получения 1-3 порошковых смесей Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al-Fe и Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Zr-Fe.

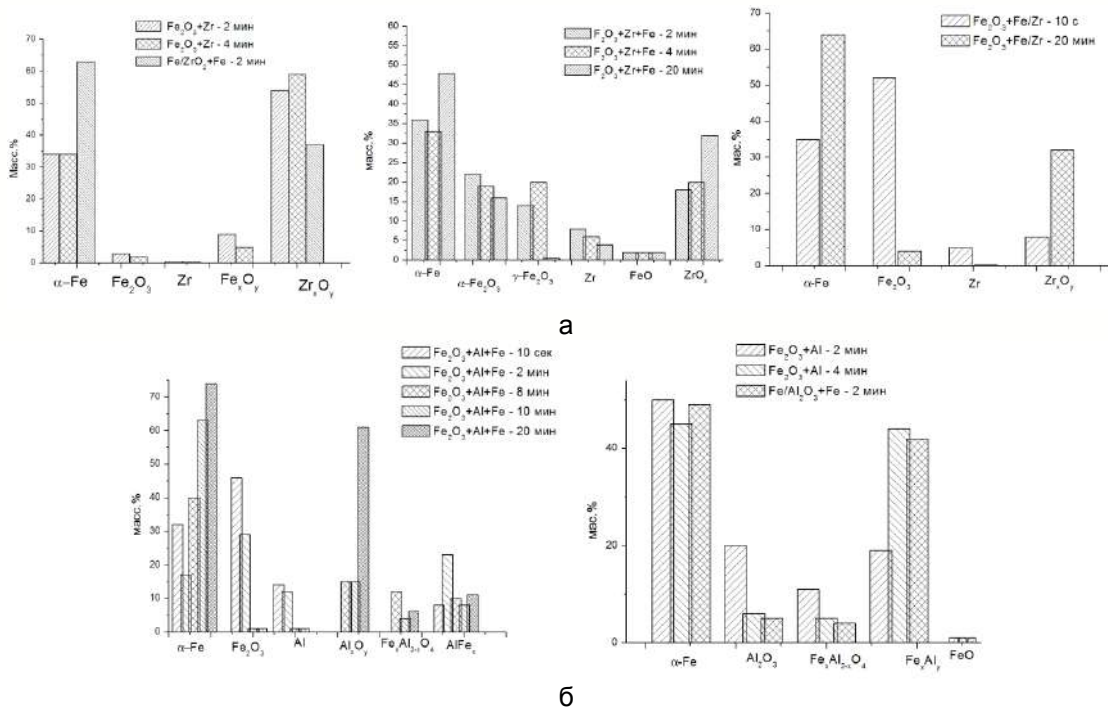


Рисунок 1 – Фазовый состав продуктов МСР в системах: а - Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Zr-Fe; б - Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al-Fe

На основании проведенных рентгенофазовых исследований установлено, что механохимическое восстановление оксида железа алюминием в стехиометрическом составе проходит до конца и сопровождается образованием α-Fe и корунда, а также промежуточных продуктов - сложного оксида шпинели (герцинита), и интерметаллидов, при этом увеличение длительности МА приводит к снижению содержания шпинели и росту количества интерметаллидов. Добавление к полученному продукту излишнего железа способствует увеличению общего количества интерметаллидных фаз AlFe<sub>3</sub> и AlFe до ~40 мас.%. При этом количество рентгенографически регистрируемого корунда снижается до 5 %. Появление сложных оксидов при МХС происходит в результате реакций, сопровождающихся понижением степени окисления железа. При отклонении исходного состава от стехиометрического при МХС происходит образование двух различных форм оксида алюминия: α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (R-3с) и кубической σ-Al<sub>2.667</sub>O<sub>4</sub> со структурой типа шпинели (Fd3m).

При механохимическом взаимодействии оксида железа и циркония, несмотря на более высокий экзотермический эффект, сохраняется не прореагировавшая часть гематита (до 15%), в том числе и в реакции в стехиометрическом соотношении (остаточный Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>~3%), что обусловлено растворением циркония в восстановленном железе с образованием твердого раствора (a<sub>Fe</sub>=2.876Å). Формируется также ряд модификаций оксидов циркония (моноклинная, тетрагональная, кубическая) и оксидов железа F<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, FeO.

Изучение кинетики фазообразования продуктов при активации систем Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – Me (Al, Zr), показало, что МСР характеризуются продолжительностью задержки иницирования реакции (рис.2).

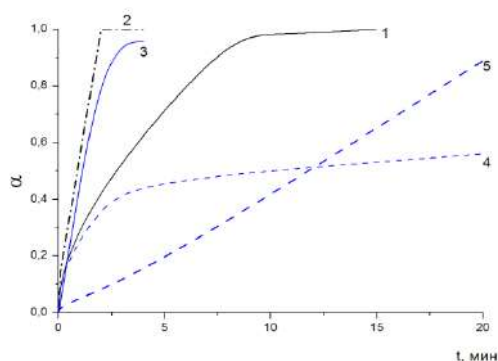


Рисунок 2 – Изменение степени протекания реакции в зависимости от продолжительности механической обработки в системах: 1 –  $\text{Fe}_2\text{O}_3+\text{Fe}+\text{Al}$ , 2 –  $\text{Fe}_2\text{O}_3+\text{Al}$ , 3 –  $\text{Fe}_2\text{O}_3+\text{Zr}$ , 4 –  $\text{Fe}_2\text{O}_3+\text{Zr}+\text{Fe}$ , 5 –  $\text{Fe}_2\text{O}_3+\text{Fe}/\text{Zr}$

Продолжительность индукционного периода и механизм реакции зависят от состава смеси и размера исходных частиц. В стехиометрических соотношениях  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  и активных металлов – это 1-2 мин, что соответствует значениям  $D=0,42-0,84$  кДж/г. Реакции носят взрывной характер (кривая 2 и 3) с формированием расплава железа и последующей кристаллизацией крупных частиц железа в широком размерном диапазоне 10-100 мкм. Последующая МА в течение 2 мин с добавлением железа сужает диапазон размеров формируемых композиционных частиц до  $d_{к.ч.}=10-40$  мкм.

Разбавление системы железом приводит к увеличению индукционного периода и значительному замедлению скорости реакции, особенно в составах с цирконием (рис.2 кривая 1 и 4). При этом кристаллиты железа в системе с алюминием мельче  $\langle L_{\text{Fe}} \rangle = 19$  нм, чем с цирконием -  $\langle L_{\text{Fe}} \rangle = 46$  нм. Композиционные частицы с характерной слоистой микроструктурой формируются для системы с алюминием в диапазоне размеров  $d_{к.ч.} = 40-74$  мкм, с цирконием –  $d_{к.ч.} = 17-23$  мкм.

Альтернативное решение использования вместо смеси железа с цирконием их наноструктурированных механокомпозитов приводит к равномерной скорости взаимодействия и более полному ( $\alpha=98\%$ ) протеканию реакции при длительности МА 20 мин (кривая 5). В этом случае появляется возможность регулирования скорости протекания реакций и размера, получаемых структурных составляющих. Формируемые композиционные наноструктурированные частицы с размером  $d_{к.ч.}=1-20$  мкм и  $\langle L_{\text{Fe}} \rangle = 14$  нм имеют матричное строение.

Работа выполняется в рамках интеграционного проекта БРФФИ №Т15СО-005 и СО РАН №8.

#### Список литературы:

1. Механокомпозиты – прекурсоры для создания материалов с новыми свойствами: монография// Отв. ред. О.И. Ломовский/ Новосибирск: Изд-во СО РАН (Интеграционные проекты СО РАН. – 2010. -вып. 26. - 432 с.
2. Matteazzi P., Le Caer G.. Synthesis of nanocrystalline Alumina-Metal Composites by room-temperature ball-milling of metal oxides and aluminum// J.Am. Ceram. Soc. 75(10), (1992), pp. 2749 – 2755
3. Борунова А.Б., Жерновенкова Ю.В., Стрелецкий А.Н., Портной В.К. Определение энергонапряженности механоактиваторов различного типа. В сб. Обработка дисперсных материалов и сред, вып. 9. Одесса. (1999), с. 158-163

## УЛЬТРАЗВУКОВЫЕ ДИСПЕРГАТОРЫ

Петушко И.В.

Общество с ограниченной ответственностью  
«Ультразвуковые технологии и оборудование» (ООО «УЗТО»),  
г. Санкт-Петербург, Россия, E-mail: petushko51@yandex.ru

Ультразвуковые (УЗ) диспергаторы предназначены для создания в жидкостях интенсивной кавитирующей зоны и могут использоваться при:

- диспергировании, дистрикции, экстрагировании и гомогенизации, обеззараживании биологических и химических веществ;
- интенсификации процесса растворения и дегазация жидких сред;
- обработке лекарственных и парфюмерных препаратов бактерицидной (предстерилизационной) обработке жидкости и погружаемых в нее предметов;
- экспериментальных работах по изучению воздействия ультразвука на различные процессы;
- ускорении полимеризации, химических и электрохимических процессов в жидких средах;
- очистке и обезжиривании изделий точной механики, оптики, посуды, медицинских инструментов, ювелирных изделий, элементов одежды и т.д.;
- пропитке пористых и пористо-капиллярных изделий.

УЗ диспергаторы в составе технологических установок могут применяться практически во всех отраслях промышленности, например, в химической, автомобильной, авиационной, ювелирной, приборостроительной, металлургической, электротехнической, электронной и т.д., а также в археологии, медицине и сельском хозяйстве [1].

Особое место в этом виде оборудования занимают диспергаторы-дезинтеграторы, предназначенные для удаления заусенцев и скругления острых кромок, которые доставляют большие трудности и неудобства при производстве изделий точного машиностроения и приборостроения. [2] Основным фактором в этом процессе является кавитация, обеспечивающая возникновение кумулятивных струй, образующихся при несимметричном смыкании кавитационных пузырьков. Технологический процесс съема материала можно условно разделить на четыре стадии. На первой стадии съема материала практически не происходит, поскольку дефекты металлической поверхности еще не вскрылись. На второй стадии происходит интенсивный рост скорости разрушения заусенцев. Третий промежуток времени характеризуется относительно стабильной скоростью разрушения, поскольку количество разрушенного постепенно пополняется за счет появления новых дефектов. И, наконец, на четвертой стадии эффективность процесса резко снижается, поскольку на данном уровне мощности возможные разрушения уже произведены и последующий рост кавитационной эрозии будет возможен только при увеличении акустической мощности. Процесс может быть усовершенствован посредством введения в жидкость абразивных зерен, во много раз ускоряющих простое кавитационное разрушение заусенцев.

В последнее время, в связи с развитием нанотехнологий, повышенный интерес проявляется к диспергированию, измельчению порошков и приготовлению мелкодисперсных суспензий.

Для повышения эффективности технологических процессов, в установки для диспергирования порошковых материалов, дополнительно устанавливают оборудование для создания избыточного давления в технологической зоне.

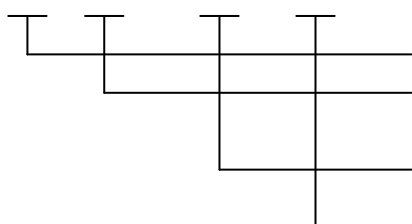
Основные технические характеристики серийных УЗ диспергаторов, разработанных в ООО «УЗТО» [1], представлены в таблице, а на рисунке 1 представлен внешний вид диспергатора типа УЗД1-2,0-22. Они представляют собой комплект, состоящий из генератора, преобразователя и волновода-концентратора. По желанию заказчика любой диспергатор может быть дополнительно укомплектован дополнительными инструментами, штативом, звукопоглощающим кожухом; системой перемещения излучателя или сосуда с обрабатываемой жидкостью.

Диспергаторы рассчитаны для работы при температуре окружающего воздуха от +10 до +35°C и относительной влажности не более 80% при температуре +25°C в помещениях, не содержащих паров кислот, щелочей и токопроводящей пыли, вызывающих коррозию металлических частей и разрушающих электрическую изоляцию.

Условия безопасности работы диспергаторов должны быть обеспечены предприятием – потребителем в соответствии с «Правилами техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей».

**СТРУКТУРА УСЛОВНОГО ОБОЗНАЧЕНИЯ**

УЗД XX — XX / XX



Ультразвуковой диспергатор  
Номер модификации

Выходная мощность, кВт

Основная рабочая частота, кГц

№	Тип диспергатора	Тип генератора, тип преобразователя. Конструктивные особенности, исполнение	Объем озвучивания, л	Амплитуда смещения, мкм
1	УЗД2-0,063/22	УЗГ13-0,1/22; АПЧ, АСА, ИА, ПРМ, П	0,5	70
2	УЗД2-0,1/22	УЗГ13-0,1/22; АПЧ, АСА, ИА, ПРМ, П, ВПО	1,0	50
3	УЗД3-0,1/22	УЗГ13-0,1/22; АПЧ, АСА, ИА, ПРМ, П, ВПО	1,5	40
4	УЗД1-0,25/22	УЗГ3-0,25/22; АПЧ, АСА, ИА, ПРМ, П, ВПО	3,0	50
5	УЗД2-0,4/22	УЗГ5-1,0/22; АПЧ, ИА, СРМ, М, ВО.	3,0	50
6	УЗД1-1,0/22	УЗГ5-1,0/22; АПЧ, ИА, СРМ, М, ВО	5,0	50
7	УЗД1-1,6/22	УЗГ17-2,0/22; АПЧ, ИА, СРМ, М, ВО	8,0	50
8	УЗД1-2,0/22	УЗГ17-2,0/22; АПЧ, ИА, СРМ, М, ВО	10,0	50
9	УЗД1-4,0/22(18)	УЗГ6-4,0/22; АПЧ, ИА, СРМ, М, ВО	25,0	50
10	УЗД2-4,0/22 (18)	УЗГ5-4,0/22 (цифровой); АПЧ, ИА, ПРМ, М, ВО	25,0	50

АПЧ – автоматическая подстройка частоты; АСА – автоматическая стабилизация амплитуды; ИА – индикатор амплитуды; ПРМ – плавная регулировка мощности; СРМ – ступенчатая регулировка мощности; ВО – водяное охлаждение; ВПО – воздушное принудительное охлаждение; П – пьезокерамический преобразователь; М – магнитострикционный преобразователь.





Рисунок 1 – Внешний вид ультразвукового диспергатора УЗД1-2,0/22 мощностью 2 кВт

По вопросам разработки технологии и приобретения ультразвуковых диспергаторов обращаться по адресу:

192289, Россия, г. Санкт-Петербург, Софийская улица, дом 66, лит А;  
телефон/факс: +7(812) 309-20-41, ООО «УЗТО». E-mail: petushko51@yandex.ru,  
www.petsonic.ru.

**Список литературы:**

1. Петушко И.В. Оборудование для ультразвуковой очистки. -СПб: «Андреевский издательский дом», 2004.- 150 с.
2. Петушко И.В. Оборудование для ультразвуковой обработки -СПб: «Андреевский издательский дом», 2005.- 166 с.

**УСТРОЙСТВА ДЛЯ УЛЬТРАЗВУКОВОЙ ОБРАБОТКИ  
ТВЕРДЫХ И ХРУПКИХ МАТЕРИАЛОВ**

**Петушко И.В.**

*Общество с ограниченной ответственностью  
«Ультразвуковые технологии и оборудование» (ООО «УЗТО»),  
г. Санкт-Петербург, Россия, E-mail: petushko51@yandex.ru*

Станки для ультразвуковой размерной обработки твердых и хрупких материалов предназначены для получения сквозных и глухих отверстий с сечением любой заданной конфигурации, объемных художественных изображений, гравировки, и клеймения посредством нанесения меток, цифр, букв и т.п. На них могут обрабатываться такие материалы, как керамика, стекло, фарфор, ферриты, металлы, искусственные и природные камни.

Ультразвуковые станки типа УЗОС применяются: в электронной и электротехнической промышленности, например, при изготовлении керамических подложек полупроводниковых приборов, магнитопроводов из ферритов; в ювелирной промышленности, например, при изготовлении бус, элементов шкатулок, подсвечников, брошей, кулонов и т.п.; в некоторых отраслях местных ремесел, например, при изготовлении деталей зеркал, деталей из стекла и хрусталя (подвески люстр и т.п.); в химической и медицинской промышленности, например, при изготовлении стеклянной и керамической посуды.

Они обладают рядом преимуществ по сравнению с традиционными методами и позволяют: производить объемную выборку материала сложных конфигураций с высокой чистотой поверхности, что невозможно выполнить другими способами; снизить себестоимость работы за счет отказа в применении дорогостоящих алмазных инструментов; организовать массовое производство изделий сложной конфигурации; снизить необходимый при изготовлении уровень квалификации работников.

Основные технические характеристики серийных станков для ультразвуковой обработки, разработанных в ООО «УЗТО» [1], представлены в таблице, а на рисунке 1 внешний вид ультразвукового станка УЗОС2-0,1/22.

Станки представляют собой комплект, состоящий из генератора, преобразователя с волноводом-концентратором и станины. Все оборудование имеет устройства АПЧ, индикаторы амплитуды механических колебаний обрабатываемого инструмента, а некоторые типы снабжены системой автоматической подстройки амплитуды и плавной регулировкой мощности, устройствами вертикальной подачи КС и автоматической подачи суспензии в зону обработки.

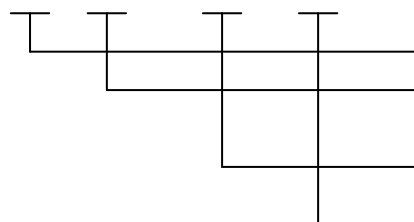
По желанию заказчика любой станок может быть дополнительно укомплектован дополнительными инструментами, штативом, системой перемещения излучателя или обрабатываемого изделия, системой автоматической подачи абразивной суспензии.

Станки рассчитаны для работы при температуре окружающего воздуха от +10 до +35°C и относительной влажности не более 80% при температуре +25°C в помещениях, не содержащих паров кислот, щелочей и токопроводящей пыли, вызывающих коррозию металлических частей и разрушающих электрическую изоляцию.

Условия безопасности работы станков должны быть обеспечены предприятием – потребителем в соответствии с «Правилами техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей».

СТРУКТУРА УСЛОВНОГО ОБОЗНАЧЕНИЯ

УЗОС XX — XX / XX



Ультразвуковой обрабатывающий станок  
Номер модификации

Выходная мощность, кВт

Основная рабочая частота, кГц

№	Тип ультразвукового станка	Тип генератора, преобразователя. Конструктивные особенности, исполнение	Максимальная обрабатываемая площадь, мм <sup>2</sup>	Мощность, кВт
1	УЗОС1-0,1/22	УЗГ13-0,1/22; АПЧ, АСА, ИА, ПРМ, П, ВПО	100	0,1
2	УЗОС2-0,1/22	УЗГ13-0,1/22; АПЧ, АСА, ИА, ПРМ, П, ВПО, МП	100	0,1
3	УЗОС3-0,1/22	УЗГ3-0,25/22; АПЧ, АСА, ИА, ПРМ, П, ВПО, ПС	100	0,1
4	УЗОС1-0,4/22	УЗГ5-1,0/22; АПЧ, ИА, СРМ, М, ВО	500	0,4
5	УЗОС1-1,0/22	УЗГ5-1,0/22; АПЧ, ИА, СРМ, М, ВО	1000	1,0
6	УЗОС1-1,6/22	УЗГ17-2,0/22; АПЧ, ИА, СРМ, М, ВО	1500	1,6
7	УЗОС1-2,0/22	УЗГ17-2,0/22; АПЧ, ИА, СРМ, М, ВО	2000	2,0
8	УЗОС1-4,0/22(18)	УЗГ6-4,0/22; АПЧ, ИА, СРМ, М, ВО	6000	4,0
9	УЗОС1-4,0/22(18)	УЗГ5-4,0/22 (цифровой); АПЧ, ИА, ПРМ, М, ВО	6000	4,0

АПЧ – автоматическая подстройка частоты; АСА – автоматическая стабилизация амплитуды; ИА – индикатор амплитуды; ПРМ – плавная регулировка мощности; СРМ – ступенчатая регулировка мощности; ВО – водяное охлаждение; ВПО – воздушное принудительное охлаждение; П – пьезокерамический преобразователь; М – магнитострикционный преобразователь; МП – механизм подачи. ПС – переносная станина.



Рисунок 1 – Внешний вид ультразвукового станка типа УЗОС2-0,1/22

По вопросам разработки технологии и приобретения устройств для ультразвуковой обработки твердых и хрупких материалов обращаться по адресу:  
192289, Россия, г. Санкт-Петербург, Софийская улица, дом 66, лит А;  
телефон/факс: +7(812) 309-20-41, ООО «УЗТО». E-mail: petushko51@yandex.ru,  
www.petsonic.ru.

**Список литературы:**

1. Петушко И.В. Оборудование для ультразвуковой обработки -СПб: «Андреевский издательский дом», 2005.- 166 с.

## ОСОБЕННОСТИ РЕАЛИЗАЦИИ БАРОКРИОДЕФОРМИРОВАНИЯ МЕТАЛЛОВ

<sup>1</sup>Хаймович П.А., <sup>2</sup>Черняева Е.В., <sup>1</sup>Шульгин Н.А.<sup>1</sup>ННЦ «Харьковский физико-технический институт»,  
г. Харьков, Украина<sup>2</sup>Санкт-Петербургский государственный университет,  
г. Санкт-Петербург, Россия, E-mail: pavel.41@bk.ru

В настоящее время остается постоянным интерес к поиску тех или иных методов пластического деформирования монолитного металла с целью повышения дисперсности его структуры, наноструктурирования структуры, если следовать современной терминологии. Все более усложняются разработанные в последние годы способы, разрабатываются новые. В предлагаемом ниже материале описывается другой подход. В качестве основополагающих рассматриваются не технологические приемы или новшества в геометрии приложения деформирующих напряжений, а те условия, в которых усилия прикладываются к деформируемому объекту. На ряде металлов и сплавов показана важнейшая роль наличия одновременно сил всестороннего сжатия высокого уровня и глубокого охлаждения деформируемого объекта, что позволяет достичь столь высокого уровня диспергирования структуры, который в других условиях достичь, как правило, не удается.

В качестве ставшего классическим примера можно привести структуру поликристаллической меди, претерпевшей квазигидроэкструдирование в диапазоне температур 300 – 20,4 К (рис. 1) [1].

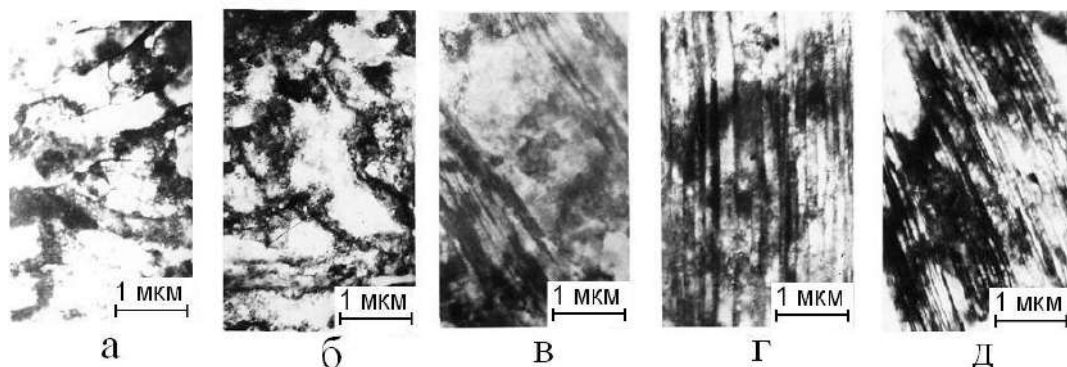


Рисунок 1 – Структура поликристаллической меди, квазигидроэкструдированной при 300 (а), 190 (б), 125 (в), 77 (г) и 20,4 К (д)

Необычные механические характеристики наблюдаемой после криодеформирования (г, д) структуры, обнаруживающие возможность материала упруго деформироваться до напряжений, существенно превышающих те, при которых затем материал разрушается, заставляют задаваться вопросом – является ли наблюдаемая структура непосредственно итогом процесса деформирования, или это результат, как факта деформации, так и последующего нагрева до комнатной температуры. Ведь нельзя забывать, что криодеформирование вообще и БКД в частности отличает та особенность, что испытывавший деформацию объект затем неминуемо проходит стадию нагрева от температуры деформирования (77 К либо иной криогенной) до комнатной температуры. То есть при анализе тех или иных экспериментов, оценивая роль процесса деформации при криогенной температуре, надо отдавать отчет, что наблюдаемая нами информация, полученная какими-либо структурными методами либо по измерениям механических свойств, показывает нам ту картину, которая имеет место в материале, испытывавшем существенный нагрев после низкотемпературной деформации.

В отличие от исследования материалов, деформированных в привычных условиях (при комнатной или повышенных температурах), получать информацию о структуре или каких-то свойствах непосредственно в процессе деформации либо при гарантированной консервации информации для случаев криодеформирования - очень

проблематично. Тем не менее, для приведенных выше регулярных структур барокриодеформированной меди такие попытки имели место.

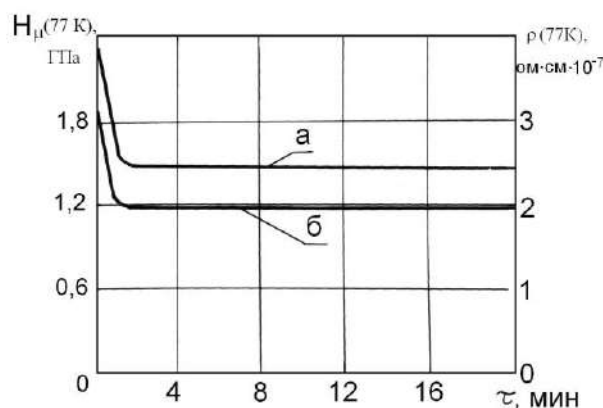


Рисунок 2 – Зависимость удельного электросопротивления  $\rho$  (кривая а) и микротвердости  $H_{\mu}$  (кривая б) меди, экструдированной при 77 К на 60%, от времени пребывания при 300 К ( $T_{\text{изм}} = 77\text{ К}$ )

Специально изготовленная оснастка позволила как измерять электросопротивление экструдированной меди без отепления, сообщая затем дозированно кратковременные нагревы и контролируя их воздействие, так и обеспечить подобный процесс при измерении микротвердости, которое осуществлялось при 77 К. Именно эти эксперименты показали, что отогрев до комнатной температуры, который неминуемо имеет место после криодеформирования, вносит существенные коррективы в наблюдаемые характеристики металла.

Необходимо остановиться на том, что описанные выше эксперименты, в силу существенной сложности их выполнения, нельзя рассматривать как некоторую универсальную возможность контроля свойств криодеформированных объектов. В то же время желательность получения такой информации существует, причем для самых различных объектов, претерпевающих как БКД, так и иные виды криодеформирования. Именно в качестве такого аппарата исследований могли бы стать измерения акустической эмиссии, эффективность которых уже удалось проверить на ряде объектов, подвергнутых БКД – меди, титановом сплаве ВТ1-0, стали 0Х18Н10Т [2-6].

Следует иметь в виду, что, несмотря на кажущуюся экзотичность реализации пластической деформации металла при криогенных температурах в условиях всестороннего сжатия, осуществление этого вида воздействия на металлы ощутимо проще многих других способов, при возможности получения зачастую уникальных результатов. Одним из примеров может служить изготовление с применением БКД экструзионной оснастки с очень высокими характеристиками из стандартной стали 0Х18Н10Т [7]. Вывод статьи гласит, что «пластическое деформирование стали 0Х18Н10Т в экстремальных условиях одновременного действия больших сил всестороннего сжатия и криогенных температур позволяет достигать высокое устойчивое ее упрочнение, позволяющее заменять ею специальные сплавы как при повышенных, так и при криогенных температурах».

Картина была бы неполной, если бы не обозначить еще один очень важный аспект, связанный с осуществлением пластической деформации металла при криогенных температурах в условиях всестороннего сжатия. В отличие от таких методов как гидроэкструзия, применяемых при комнатной температуре, требующих больших конструктивных и материальных затрат для предупреждения представляющих опасность неконтролируемых утечек жидкости высокого давления, барокриодеформирование (БКД), использующее в качестве рабочей среды твердое тело, представляет собой безопасную технологию.

**Список литературы:**

1. П.А.Хаймович. На пути к барокриодеформированию. В кн. Перспективные материалы, т.3., ТГУ, МИСиС, 2009. -С. 363-406.
2. Черняева Е.В., Полянский А.М., Полянский В.А., Хаймович П.А., Яковлев Ю.А., Мерсон Д.Л. «Естественный» водород и акустическая эмиссия в стали Х18Н10Т после барокриодеформирования // Журнал технической физики, 2010. – Т.80, вып. 7. – С.143-146
3. Черняева Е.В., Хаймович П.А., Полянский А.М., Полянский В.А., Мерсон Д.Л., Замлер Е.Г., Яковлев Ю.А. Влияние барокриодерформирования на содержание водорода и акустическую эмиссию в техническом титане ВТ1-0. ЖТФ. – 2011. – Т.81, выпуск 4. -С.131-134
4. Е.В.Черняева, А.М.Полянский, В.А.Полянский, П.А.Хаймович, Ю.А.Яковлев Влияние режима барокриодеформирования на свойства сплава ВТ1-0. ЖТФ. – 2013. – Т.83, выпуск 12. -С.144-148.
5. Черняева Е.В., Хаймович П.А., Шульгин Н.А.Акустическая эмиссия в сплаве ВТ1-0 после барокриодеформирования. ФММ. – 2014. –Т.115, № 10. -С. 1-5.
6. П.А.Хаймович, Е.В.Черняева, Н.А.Шульгин. Влияние приложения сил всестороннего сжатия при криогенных температурах на свойства сплава ВТ1-0. ВАНТ. - 2015. -№5(99). – С.105-108.
7. Хаймович П.А. О практическом применении барокриодеформированной стали Х18Н10Т. ФТВД. – 2016. - Т.26, №3-4. -С.95-100.

## ФОРМИРОВАНИЕ ГРАДИЕНТА СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОРИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ ПОРОШКА ТИТАНА ПРИ ИМПУЛЬСНОМ ЛАЗЕРНОМ ВОЗДЕЙСТВИИ

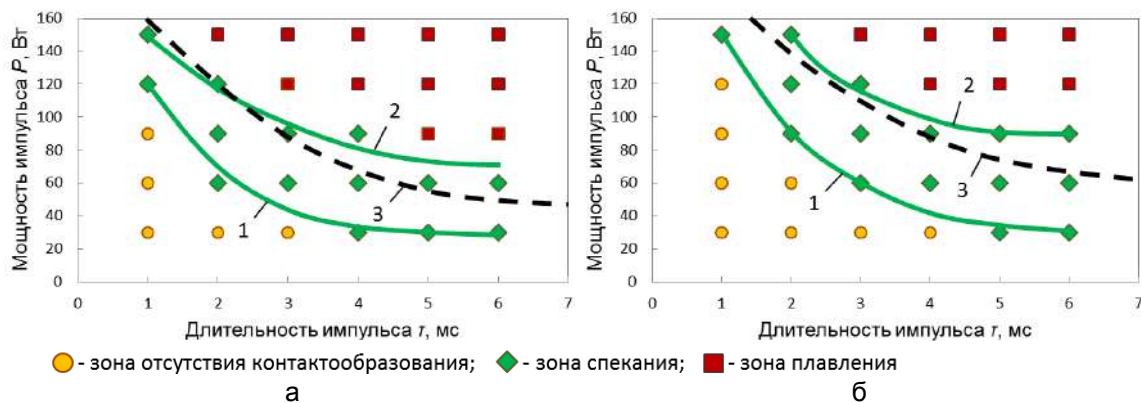
Минько Д.В., Белявин К.Е., Шелег В.К.

Белорусский национальный технический университет,  
г. Минск, Беларусь, E-mail: dminko@tut.by

Возможность применения селективного лазерного спекания (СЛС) для получения пористых порошковых материалов базируется на идее использования энергии лазерного излучения для поверхностного оплавления частиц порошка при сохранении твердого ядра, что приводит к образованию межчастичных контактов в присутствии жидкой фазы [1]. Применение импульсного лазерного воздействия позволяет за счет более точного дозирования тепловой энергии импульса управлять структурными характеристиками и свойствами изделий, сохраняя микроструктуру и фазовый состав исходных материалов. Особенно перспективно использование импульсного лазерного воздействия при получении градиентных материалов из порошков с крупным размером частиц (100-1000 мкм). Метод позволяет обеспечить внутрислойное и межслойное спекание порошков разного химического и фракционного состава при минимальных нарушениях исходной геометрии и микроструктуры частиц.

Исследования процесса получения градиентных материалов проводили на установке порошковой лазерной стереолитографии УПЛС-1 [2]. Для проведения исследований использовали порошок титана марки ВТ1-0 с частицами сферической формы двух фракционных составов: (-0,315+0,2) мм и (-0,4+0,315) мм, а также титановый лист марки ВТ1-0 толщиной 2 мм.

Экспериментально установлены зоны устойчивого контактообразования частиц исследуемых фракционных составов порошка титана ВТ1-0 при различных технологических режимах импульсного лазерного воздействия (рис. 1).



1 – граница зоны отсутствия контактообразования; 2 – граница зоны расплавления;  
3 – теоретическая кривая критической мощности лазерного излучения

Рисунок 1 – Диаграммы состояния монослоя сферических частиц порошка ВТ1-0 фракционного состава (-0,315+0,2) мм (а) и (-0,4+0,315) мм (б) в зависимости от мощности и длительности одиночного импульса лазерного излучения с диаметром пятна 1 мм

Выявлен существенный эффект влияния скорости сканирования лазерного луча и частоты следования импульсов лазерного излучения на процесс формирования градиента структуры и свойств. Фактически частота следования импульсов определяет количество импульсов излучения, приходящихся на единицу площади порошкового слоя при заданной скорости сканирования лазерного луча, т.е. определяет количество подведенной энергии в порошковый слой. Скорость сканирования лазерного луча в совокупности с частотой следования импульсов определяет величину коэффициента перекрытия лазерных пятен на поверхности порошкового слоя. Эксперименты показали, что увеличение скорости сканирования с 1 до 5 мм/с при частоте следования импульсов 10 Гц приводит к уменьшению глубины расплавленного слоя на поверхности образца в 2,5 раза. При этом ширина трека на поверхности порошкового



слоя уменьшается в 1,6 раза. Таким образом, изменяя скорость сканирования лазерного луча, можно эффективно управлять структурой и свойствами получаемого порошкового материала.

Анализ процесса СЛС позволил выделить из набора технологических параметров несколько основных, наиболее сильно влияющих на структуру и свойства получаемого порошкового градиентного материала [3]. В качестве основных управляющих параметров процесса лучше использовать среднюю мощность одиночного импульса и скорость сканирования лазерного луча, а изменение длительности и частоты следования импульсов применять в качестве дополнительного. Важным параметром является глубина проникновения лазерного излучения, которая, в отличие от основных параметров, не является легко регулируемой, поскольку зависит от способов подготовки порошка перед обработкой. Тем не менее, учет этого параметра необходим при задании основных технологических параметров импульсного лазерного воздействия.

Полученные зависимости относительной пористости образцов от средней мощности импульса лазерного излучения при разных значениях скорости сканирования и от скорости сканирования лазерного луча при разных значениях средней мощности импульса лазерного излучения позволили определить диапазоны регулирования основных параметров процесса спекания с целью получения требуемого градиента относительной пористости.

Исследование механических свойств позволило установить зависимости предела прочности на сжатие пористых образцов от мощности импульса лазерного излучения и скорости сканирования лазерного луча.

Изучение прочности сцепления порошкового слоя с компактной подложкой после импульсного лазерного воздействия позволило установить, что применяемые для получения пористых образцов технологические параметры не могут быть использованы для надежного закрепления порошкового слоя на компактной подложке. Прочность контактов между частицами порошка первого слоя и компактной подложкой оказалась значительно меньше, чем между частицами порошка лежащих выше слоев, что можно объяснить недостаточным образованием жидкой фазы из-за быстрого отвода тепловой энергии лазерного излучения с поверхности вглубь подложки.

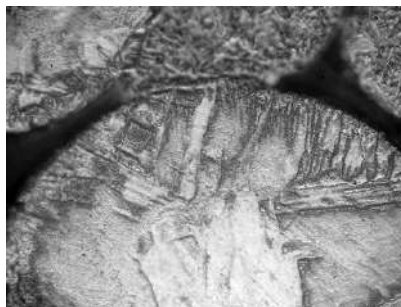
Попытки усиления интенсивности процесса тепловыделения путем изменения оптических свойств поверхности подложки, создания макро- и микронеровностей не дали положительного результата. Повысить прочность сцепления порошкового слоя с компактной подложкой удалось путем сканирования первого слоя частиц лазерным лучом с уменьшенным в два раза диаметром фокусного пятна [4].

Отмечена повышенная прочность сцепления с подложкой более мелких частиц порошка, что объясняется увеличенным относительным количеством жидкой фазы, образующимся в результате импульсного лазерного воздействия с одной и той же удельной энергией импульса. Эту закономерность можно использовать при создании слоистых пористых материалов на компактной подложке путем последовательного нанесения слоев с все более крупным размером частиц по мере удаления от ее поверхности.

Проведенный металлографический анализ образцов пористого и компактно-пористого материала показал, что в результате импульсного лазерного воздействия большинство частиц порошка сохраняют свою сферическую форму и соединены друг с другом контактными шейками, образованными при поверхностном оплавлении. Механизм такого образования контактов между частицами подтверждается сравнительными исследованиями микроструктуры исходных порошков и пористых образцов. В отличие от микроструктуры сферических частиц исходного порошка титана ВТ1-0, состоящей из тонких первичных зерен  $\alpha$ -фазы, заключенных в матрице из мартенситных зерен  $\beta$ -фазы, микроструктура поверхности частиц пористых образцов состоит из более грубых первичных зерен  $\alpha$ -фазы игольчатой формы. Большая часть зерен  $\beta$ -фазы в центре частиц сохраняется, а часть, на поверхности, трансформируется через мартенситное превращение в  $\alpha'$ -фазу. Эта, так называемая видманштеттова микроструктура, соответствует охлаждению с высокой скоростью в области температур полиморфного превращения (рис. 2).



а, x200



б, x500

Рисунок 2 – Микроструктура сферической частицы порошка титана ВТ1-0 (а) и изменение микроструктуры поверхности частицы после импульсного лазерного воздействия (б)

Проведенные исследования показали, что высокие градиенты температуры, вызванные импульсным лазерным воздействием, малая длительность процесса нагревания-охлаждения, совмещение технологических операций формования и спекания позволяют управлять структурной неоднородностью порошковых материалов, что открывает возможность регулирования неоднородности их физических свойств.

**Список литературы:**

1. Yasuda, H. Fabrication of Metallic Porous Media by Semisolid Processing Using Laser Irradiation / H.Yasuda, I.Ohnako, H.Kaziura, Y.Nishivaki // *Materials Transactios.* - 2001. -V.42. -№2. -P.309-315.
2. Белявин, К.Е. Установка порошковой лазерной стереолитографии и области ее применения / К.Е.Белявин, Д.В.Минько, Ю.А.Чивель, В.К.Павленко // *Порошковая металлургия: республиканский межведомственный сборник научных трудов.* –Минск: НАН Беларуси, 2007. -Вып.30. –С.35-43.
3. Белявин, К.Е. Селективное лазерное спекание пористых материалов и покрытий из порошков титана с частицами сферической формы / К.Е.Белявин, Д.В.Минько, Р.П.Быков // *Порошковая металлургия: республиканский межведомственный сборник научных трудов.* -Минск: НАН Беларуси, 2008. -Вып.31. – С.200-205.
4. Белявин, К.Е. О припекании сферических порошков титана под воздействием твердотельного лазера / К.Е.Белявин, Д.В.Минько, О.О.Кузнечик, Р.П.Быков, Д.А.Затягин. *Порошковая металлургия.* - 2008. -№7/8. -С.155-160.

**ВЛИЯНИЕ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СПЛАВОВ Cu-Al-Ni С ЭФФЕКТОМ ПАМЯТИ ФОРМЫ**

**Свирид А.Э., Куранова Н.Н., Лукьянов А.В., Пушин В.Г., Уксусников А.Н.**

*Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, г. Екатеринбург, Россия, E-mail: svirid2491@rambler.ru*

Показана возможность устранения дендритной субструктуры и предотвращения охрупчивающего распада, присущего тройным сплавам системы Cu-Al-Ni в литом состоянии, за счет определенных механотермических воздействий с использованием процессов контролируемой рекристаллизации в аустенитном состоянии и последующей закалки. Установлены особенности улучшения механических свойств, зеренной структуры  $\beta$ -аустенита, а также микроструктуры  $\beta'_1$  и  $\gamma'_1$  мартенситов в зависимости от химического состава сплавов и термомеханической обработки. Показано, что для мелкозернистых сплавов с 9.2 и 9.5%Al величина относительного удлинения сохранялась на хорошем уровне (>10%).

Целью данной работы являлось установить влияние легирования алюминием в количестве от 9 до 14 масс.% и высокотемпературной термомеханической обработки на структурно-фазовые превращения в тройных сплавах Cu-Al-Ni с памятью формы.

Были комплексно исследованы тройные сплавы Cu-Al-3 масс.%Ni с прецизионно изменяемым химическим составом в пределах от 9 до 14 масс.%Al (соответственно, меди от 88 до 83 масс.%). Тройная диаграмма состояния выбранного вертикального разреза системы Cu-Al-Ni достаточно хорошо исследована. Структуру и мартенситные превращения изучали с помощью методов рентгеновского структурно-фазового анализа (РСФА), оптической металлографии и электронной микроскопии, трансмиссионной (ТЭМ) и сканирующей (СЭМ).

Сплавы были получены электродуговой плавкой из высокочистых Cu, Al и Ni (99,99%) в атмосфере очищенного гелия. Для гомогенизации отобранные по химическому составу сплавы подвергали трехкратным переплавам с последующим длительным отжигом в аргоне при 1173 К. Оказалось, что в исходном литом состоянии сплавы, испытав при охлаждении эвтектоидные фазовые превращения имели фазовый состав  $\alpha + \beta_2 + \gamma_2$ , где  $\alpha$  - ГЦК(A1) твердый раствор, обогащенный медью (период решетки  $a_\alpha$  близок 0.361 нм),  $\beta_2$  – ОЦК(B2) на основе Ni-Al (период решетки  $a_{B2}$  близок 0.289 нм),  $\gamma_2$  – твердый раствор на основе интерметаллида кубического типа  $Cu_9Al_4(D8_3)$  с широкой областью гомогенности, легированный также никелем (период решетки  $a_{\gamma_2}$  близок 0.870 нм).

Закалка в воде от 1273 К после гомогенизирующей процедуры, предотвратив распад, по данным СЭМ не устранила до конца эффект ликвации химического состава сплавов при кристаллизации (см. табл. 1 и рис. 1 а). Поэтому затем проводили термомеханическую обработку (ТМО) при 1173-1273 К, которая включала два этапа: горячую ковку в прутки сечением 20x20 мм, с закалкой в воде и последующий рекристаллизационный отжиг в том же интервале температур с закалкой в воде. Это обеспечило в сплавах как однородное распределение зерен по размеру и химическому составу, так и в значительной степени исключило эффект ликвации после выплавки. Однако, размер зерна в зависимости от химического состава сплавов изменялся весьма заметно: от мелкозернистого, порядка 100 мкм, при концентрации алюминия 9.2-9.5%, до крупнозернистого, порядка 1 мм, при концентрации алюминия 14%. Тем не менее, в результате рекристаллизации и закалки сплавы были получены практически в однофазном состоянии  $\beta(DO_3)$ -аустенита, который при охлаждении до критических температур, различных для сплавов разного состава, испытал ТМП (см. рис. 2, 3).

Таблица 1 – Результаты проб химического анализа закаленного сплава Cu-Al-3%Ni

Элемент	Интегральный состав, масс.%	Дендриты, масс.%	Матрица, масс.%
Алюминий	13.95	14.49	10.92
Никель	3.05	5.45	3.90
Медь	83.00	80.06	85.18

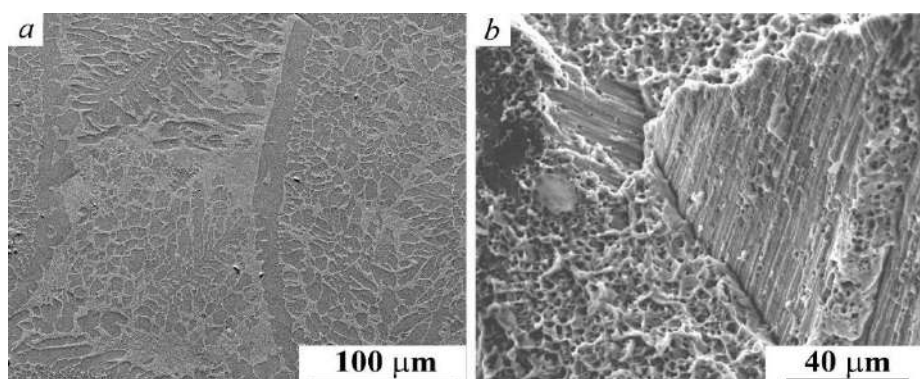


Рисунок 1 – СЭМ литого сплава Cu-14%Al-3% Ni после закалки 1123 К, 30 мин (а) и фратография с вязкохрупким изломом сплава Cu-14%Al-3%Ni, подвергнутого ТМО и закалке (b)

По данным РСФА при комнатной температуре в сплавах были выявлены две мартенситные фазы  $\beta'_1$  (параметры длиннопериодной моноклинной решетки  $18R$  с пространственной группой  $C2/m$  близки  $a=0.4430$  нм,  $b=0.5330$  нм,  $c=3.8190$  нм,  $\beta=89.0-89.5^\circ$ ) и  $\gamma'_1$  (параметры орторомбической решетки с пространственной группой  $Pmmm$  близки  $a=0.4390$  нм,  $b=0.5340$  нм,  $c=0.4220$  нм). Полученные рентгенодифрактометрические данные согласуются с исследованиями, выполненными в работе методами оптической металлографии, СЭМ и РЭМ.

Микроструктурный анализ исследуемых сплавов показал, что типичной особенностью их мартенситной структуры является преимущественно пакетная морфология попарно-двойникованных мартенситных кристаллов (рис. 2, 3). При уменьшении содержания меди и, соответственно, повышении содержания алюминия, в сплавах наряду с тонкодвойникованным  $\beta'_1$ -мартенситом постепенно начинает увеличиваться количество  $\gamma'_1$ -мартенсита, внутри пластинчатой попарно-двойникованной пакетной субструктуры которого присутствуют тонкие вторичные нанодвойники (см. рис. 3, b). При этом доминирует пакетная морфология мартенсита, основными кристаллоструктурными характеристиками которого являются плоские границы первичных двойниково-ориентированных кристаллов, наличие их кристаллографических габитусов, близких  $\{110\}_\beta$ , и ориентационные соотношения по типу Бейновских. Наблюдаемая микроструктура мартенсита являлась в целом типичной и для мартенсита в монокристаллических сплавах тех же составов.

Результаты механических испытаний на растяжение образцов изученных нами поликристаллических сплавов при комнатной температуре приведены в таблице 2.

Таким образом, исходя из сопоставления полученных данных для сплавов в зависимости от легирования медью и алюминием и размеров зерен, сделан вывод, что все их механические свойства по мере легирования алюминием и роста размеров зерна снижаются, в том числе предел прочности  $\sigma_B$ , предел фазовой текучести  $\sigma_S$ , относительное удлинение  $\delta$ .

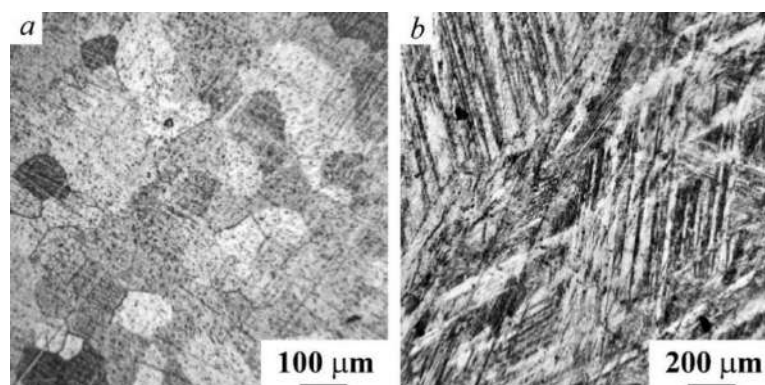


Рисунок 2 – Оптическая металлография сплавов Cu-9.5%Al-3%Ni (a) и Cu-14%Al-3%Ni (b) после ТМО и закалки

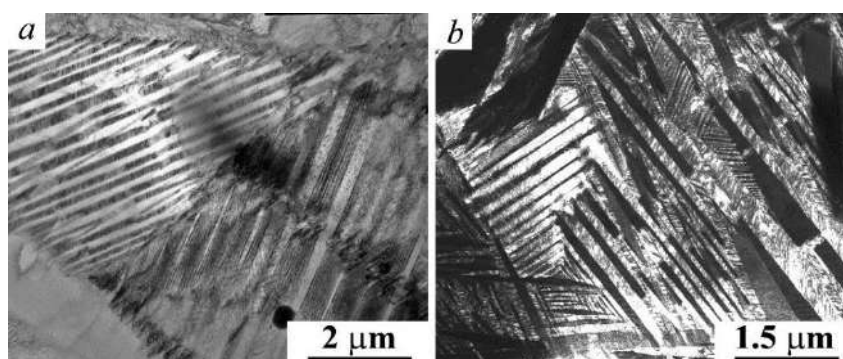


Рисунок 3 – ПЭМ светло- (а) и темнопольное (b) изображения сплавов Cu-9.5Al-3Ni (a) и Cu-14Al-3Ni (b)

Таблица 2 – Зависимость механических свойств от химического состава сплавов Cu-Al(x, масс.%)–Ni(3 масс.%)

x, масс %	$\sigma_B$ , МПа	$\sigma_S$ , МПа	$\delta$ , %	$\psi$ , %
9.2	780	280	14.5	0.5
9.5	600	270	10.0	0.5
10.0	520	260	5.0	0.5
10.5	500	250	4.0	0.5
11.0	490	260	5.0	0.5
11.5	460	260	4.0	0.5
12.0	450	260	4.0	0.5
12.5	420	240	5.0	0.5
13.0	390	200	5.0	0.5
13.5	330	150	5.0	0.5
14.0	250	120	3.5	0.5

Вместе с тем, для мелкозернистых сплавов с 9.2 и 9.5%Al величина относительного удлинения сохранялась на хорошем уровне (>10%). При этом изменялся и характер разрушения образцов сплавов при растяжении от хрупкого интеркристаллитного к вязкохрупкому, а затем вязкому при уменьшении содержания Al (см. рис. 1 b).

Работа выполнена при поддержке проекта Российского научного фонда (проект №15-12-10014).

**ПЕРСПЕКТИВНЫЕ ВЫСОКОПРОЧНЫЕ МАТЕРИАЛЫ С ЭФФЕКТОМ ПАМЯТИ ФОРМЫ, ИХ ХАРАКТЕРИСТИКА И ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ**

**Пушин В.Г., Куранова Н.Н.**

*Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, г. Екатеринбург, Россия, E-mail: pushin@imp.uran.ru*

Разработка перспективных конструкционных и функциональных материалов и прорывных технологий их создания с заданными физическими, механическими, химическими и эксплуатационными характеристиками является одной из важнейших приоритетных проблем современного материаловедения.

Как известно, сплавы с термоупругими мартенситными превращениями (ТМП) и обусловленными ими эффектами памяти формы (ЭПФ) обладают необычными и подчас уникальными физико-механическими свойствами, особенно в монокристаллическом состоянии. Но лишь бинарные поликристаллические сплавы на основе никелида титана с ЭПФ находят широкое практическое использование, и, прежде всего, в ответственных устройствах и изделиях для техники и медицины. Однако даже и эти сплавы в обычном поликристаллическом литом состоянии и после тех или иных традиционных термических (ТО) и термомеханических обработок (ТМО) далеко не всегда обеспечивают требуемые на практике эксплуатационные характеристики. Для сплавов на основе TiNi требуется повышение предела текучести в 1,5-2 раза при сохранении ЭПФ и пластичности, что особенно важно для повышения величины обратимого формоизменения. Исследования показывают, что ресурсы улучшения физико-механических свойств данных сплавов с ТМП традиционными технологиями в значительной степени исчерпаны. Существенным недостатком других цветных сплавов с ЭПФ является их хрупкость, что не позволяет обеспечить свойства, присущие их монокристаллам. Данное обстоятельство стимулирует разработку методов получения новых материалов с ЭПФ с повышенными физико-механическими и эксплуатационными свойствами, которые, на наш взгляд, могут быть обеспечены созданием в сплавах мелкозернистых (МЗ) и ультрамелкозернистых (УМЗ) состояний исходной аустенитной фазы.

В настоящей работе представлен обзор современного состояния и ключевых проблем, ограничивающих и сдерживающих разработку, ресурсные возможности и широкое практическое использование интеллектуальных сплавов с термоупругими мартенситными превращениями (ТМП). Анализируются присущие им необычные эффекты: ярко выраженные предмартенситные явления, размягчение упругих модулей и вариабельность их анизотропии, уникальные эффекты памяти формы (ЭПФ), в зависимости от температуры, давления, магнитного поля, эффекты сверхупругости и деформации превращения под нагрузкой (при прямом превращении) и ее снятии (при обратном превращении).

Предложена классификация практически важных сплавов, обсуждаются термодинамика и кинетика ТМП, природа и структурные механизмы формирования предпереходных явлений и их роль в реализации ТМП. Анализируются принципы многокомпонентного легирования, особенности структуры, методы получения и физико-механические свойства сплавов, включая прочностные и, особенно, пластические характеристики. Приведены примеры фазовых диаграмм магнитных и мартенситных превращений в ряде практически важных бинарных и многокомпонентных сплавов, синтезированных по разным схемам.

Рассмотрено как метод эффективной модификации структурно-фазового состояния влияние сверхбыстрой закалки, пластической деформации и термических обработок на субструктуру и измельчение зерна сплавов (вплоть до аморфизации в ряде сплавов на основе никелида титана). Обнаружено деформационно индуцированное атомное разупорядочение с образованием нанокристаллической структуры и аморфизация, а также последующее восстановление дальнего порядка при низкотемпературном отжиге в условиях сохранения наноструктурного состояния аустенита и его свойств. На ряде примеров показано, что сплавы с ЭПФ в МЗ и УМЗ состоянии испытывают, как правило, практически те же ТМП, что и крупнозернистые прототипы. Установлено, что при этом по мере измельчения зерен могут быть

реализованы полипакетные, монопакетные двойникованные или монокристаллические структуры мартенсита в зависимости от размера зерен.

На рисунке 1 приведены типичная структура пакетного B19'-мартенсита и механические свойства сплавов квазибинарной системы  $Ti_{50}Ni_{50-x}Cu_x$  ( $x \leq 25$  ат.%), которые предварительно были подвергнуты специальной термо-механической обработке, обеспечившей за счет высокотемпературной рекристаллизации формирование в сплавах МЗ структуры (размер зерна менее 50 мкм) и, как следствие, повышение их пластичности по сравнению с исходным нерекристаллизованным состоянием.

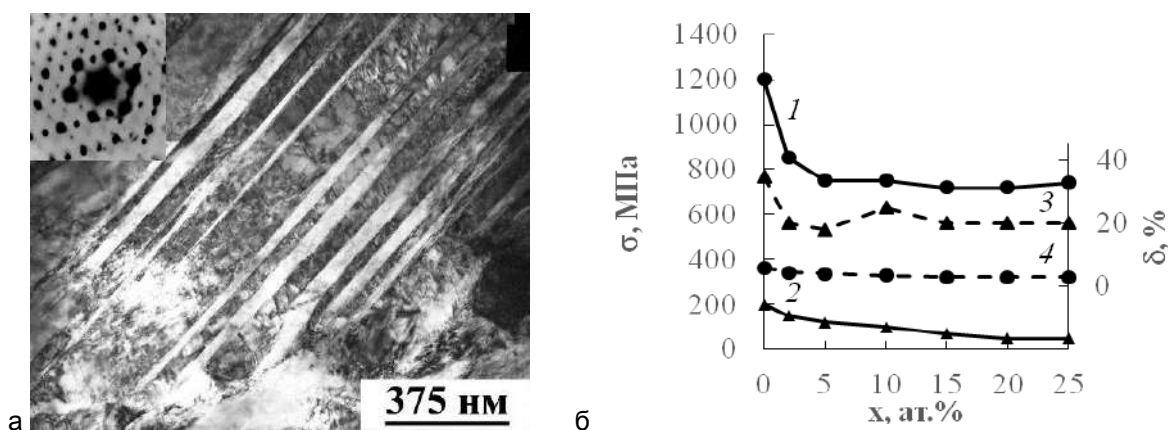


Рисунок 1 – Типичная микроструктура пакетного B19'-мартенсита (а) и механические свойства (б) МЗ сплавов  $Ti_{50}Ni_{50-x}Cu_x$  ( $x \leq 25$  ат.%) (кривая 1 –  $\sigma_B$ , кривая 2 –  $\sigma_M$ , кривая 3 –  $\delta$ , кривая 4 –  $\epsilon_{rev}$ )

Прочные и пластичные объемные УМЗ сплавы с ЭПФ позволяет получить и метод мегапластической деформации равноканальным угловым прессованием (РКУП) по разным режимам (рис. 2). Для получения высокопрочных тонкомерных протяженных УМЗ лент со средне- и высокотемпературными ЭПФ на основе многокомпонентных, легированных Cu, Hf и Zr сплавов никелида титана эффективной является быстрая закалка спиннингованием струи расплава (БЗР).

По сравнению с МЗ прототипами (средний размер зерна менее 30-50 мкм в зависимости от методов синтеза) объемные (после РКУП) и длинномерные (после БЗР) УМЗ-сплавы никелида титана (рис. 3) имеют существенные преимущества: более высокие прочностные свойства в широком интервале температур, комплекс достаточно узкогистерезисных ЭПФ и сверхэластичности (СЭ). Все МЗ и УМЗ сплавы никелида титана отличает удовлетворительная пластичность (удлинение до 10-15 %, сужение до 50-70 %).

В ряде важных технически и социально значимых направлений нитинол необходим в виде прутков, полос, проволоки, ленты различных типоразмеров. Поэтому как способ дальнейшего улучшения механических характеристик УМЗ-сплавов TiNi с ЭПФ были разработаны сочетанные способы обработки, комбинирующие деформационно-термические воздействия, в том числе и формообразующие, например многопроходную холодную или теплую прокатку или волочение.

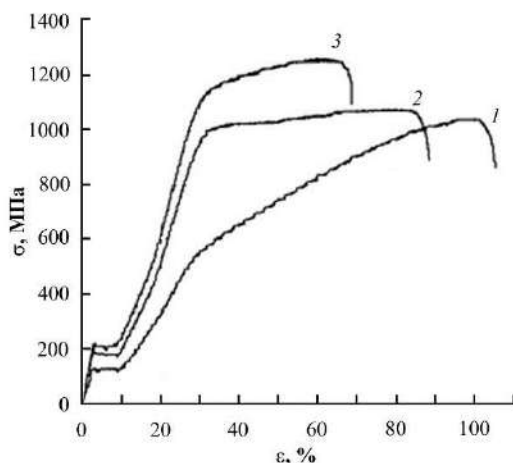


Рисунок 2 – Инженерные кривые напряжение-деформация при растяжении МЗ и УМЗ сплава TiNi (кривая 1 – закаленное МЗ состояние, 2, 3 – РКУП – состояние (2 – продольное направление, 3 – поперечное направление)

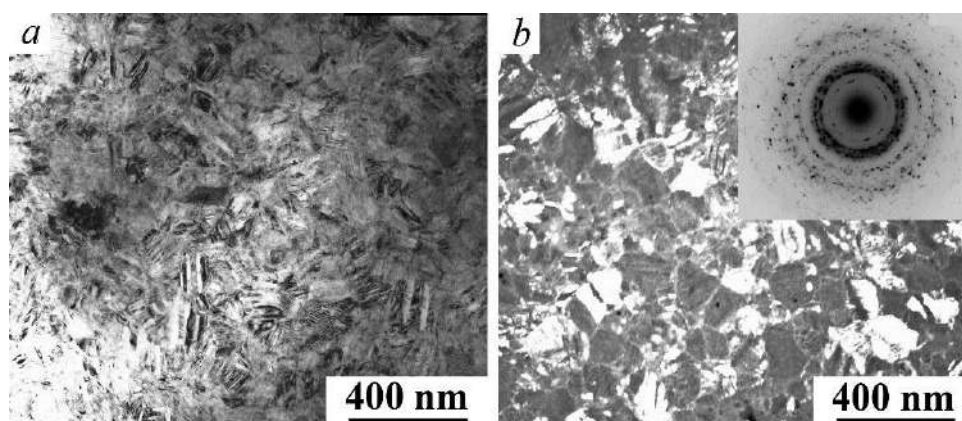


Рисунок 3 – Светло- (a) и темнопольные (b) ПЭМ изображения и микроэлектроннограмма (на вставке) сплава  $Ni_{50}Ti_{32}Hf_{18}$  после отжига 823 K, 10 мин (a, b)

Подчеркивается важное влияние размера зерна на критические температуры ТМП и, как следствие, на обусловленные ими ЭПФ, а также прочность и, особенно, пластичность сплавов. Обращено внимание на природу хрупкости и критическую роль конкурирующих с ТМП фазовых превращений при синтезе сплавов (выплавке и последующем термическом или термомеханическом переделе слитков). Сделан вывод о возможности существенного пластифицирования интерметаллических сплавов с ТМП за счет оптимизации химического состава, мелкой и ультрамелкой зеренно-субзеренной структуры.

Исследование выполнено за счет гранта РФФИ №15-12-10014.



**УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТЫЕ СПЛАВЫ С ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫМ ЭФФЕКТОМ ПАМЯТИ ФОРМЫ НА ОСНОВЕ Ti-Ni-Cu и Ni-Ti-Hf**

**Пушин А.В., Куранова Н.Н., Пушин В.Г.**

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук  
г. Екатеринбург, Россия, E-mail: avpushin@rambler.ru*

Среди материалов с эффектом памяти формы (ЭПФ) лишь сплавы на основе никелида титана находят широкое практическое применение. Вместе с тем, в обычном поликристаллическом состоянии и эти сплавы часто не обеспечивают комплекса требуемых физико-механических и эксплуатационных характеристик изделий, что ограничивает возможности их использования. Те же сплавы в наноструктурном состоянии характеризуются существенно более высокими пределами текучести, прочности, но при значительно меньшей пластичности. При этом резко снижаются уровни функциональных характеристик ЭПФ. Нами были получены и комплексно исследованы бинарный и различные тройные квазибинарные сплавы на основе TiNi как в исходном (в литом, гомогенизированном после механо-термической обработки состоянии или после быстрой закалки расплава (БЗР)), так и в отожженном состояниях. В результате были получены высокопрочные и пластичные мелко- (МЗ) или ультрамелкозернистые (УМЗ) сплавы с ЭПФ, были существенно расширены интервалы химических составов, пригодных для их практического применения. При этом во всех изученных сплавах возникающие структурно-фазовые состояния зависят от скорости охлаждения, предшествующей и последующей термообработки (ПТО), содержания титана, никеля и легирующих элементов (меди, гафния и циркония).

Исходно литые сплавы были подвергнуты механо-термической обработке, обеспечивающей их гомогенизацию при одновременной рекристаллизации с образованием МЗ структуры. БЗР методом спиннингования в отличие от бинарного TiNi позволило получить его тройные сплавы с Cu, Hf и Zr в аморфном состоянии. При этом ПТО в зависимости от режима приводила к их УМЗ-кристаллизации. В работе был выполнен сравнительный анализ влияния условий БЗР (скорости охлаждения в пределах  $10^5$ - $10^6$  К/с) и легирования на формирование структуры, фазовые превращения и возможность аморфизации, а также ПТО. Были исследованы бинарный стехиометрический и тройные сплавы никелида титана ( $Ti_{50}Ni_{50-x}Cu_x$  с содержанием  $Cu \leq 40$  ат.%,  $Ni_{50}Ti_{50-y}Hf_y$  с содержанием  $Hf \leq 20$  ат.% и  $Ni_{50}Ti_{50-z}Zr_z$  с содержанием  $Zr \leq 30$  ат.%) методами электронной микроскопии, рентгенодифрактометрии, а также измерений физико-механических свойств и ЭПФ.

При измерениях температурно-концентрационных зависимостей электросопротивления  $\rho(T)$  в термоциклах «охлаждение – нагрев – охлаждение» для всех изучаемых сплавов были получены температурные «петли»  $\rho(T)$ , соответствующие температурным гистерезисам термоупругих мартенситных превращений (ТМП) в исследованных сплавах (на рис. 1 приведены их отдельные примеры). Фазовый состав сплавов был определен рентгенографически. Полученные данные позволили определить температурно-концентрационные зависимости критических температур ТМП и построить их диаграммы (рис. 2).

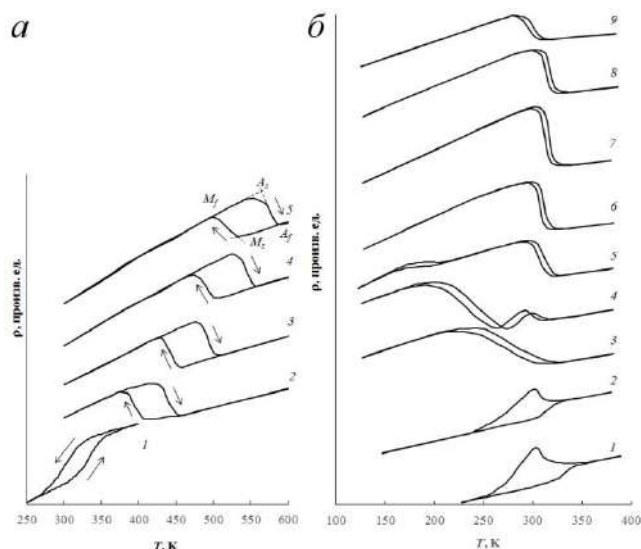


Рисунок 1 – Температурные зависимости электросопротивления литых сплавов  $Ni_{50}Ti_{50-y}Hf_y$  (а) (кривые 1 – 0% Hf, 2 – 12% Hf, 3 – 15% Hf, 4 – 18% Hf, 5 – 20% Hf) или БЗР сплавов  $Ti_{50}Ni_{50-x}Cu_x$  (б) (кривая 1 – 2% Cu; 2 – 2% Cu; 3 – 5% Cu; 4 – 10% Cu; 5 – 15% Cu; 6 – 20% Cu; 7 – 25% Cu; 8 – 28% Cu; 9 – 34% Cu)

Рентгеноструктурные исследования показали, что изученные тройные сплавы после БЗР со скоростью  $10^6$  К/с являлись аморфными. Структурные и сверхструктурные брэгговские пики, обычно наблюдаемые в дифракционных исследованиях кристаллических сплавов на основе никелида титана, отсутствовали. Микроэлектроннограммы содержали убывающие по интенсивности концентрические диффузные кольца вблизи ожидаемых расчетных положений В2-структурных отражений  $\{100\}$ ,  $\{110\}$ ,  $\{200\}$ ,  $\{211\}$  с уширенным центральным пятном.

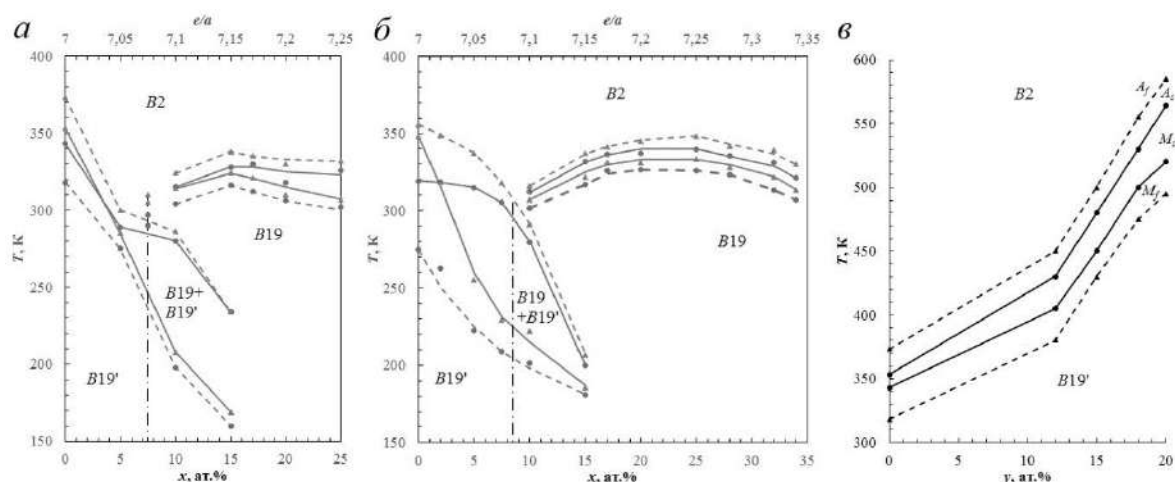


Рисунок 2 – Диаграммы ТМП систем  $Ti_{50}Ni_{50-x}Cu_x$  (а – МЗ сплавы, б – УМЗ сплавы),  $Ni_{50}Ti_{50-y}Hf_y$  (в, МЗ-сплавы)

Электронномикроскопические снимки имели типичный для аморфного состояния слабо выраженный контраст типа «соль-перец» и содержали изображения отдельных редких включений-сферолитов кристаллических фаз (рис. 3а). Однако, на темнопольных изображениях в первом сильном гало всегда обнаруживается "светящийся" контраст от наноструктурных областей размером до 2-4 нм (рис. 3б).

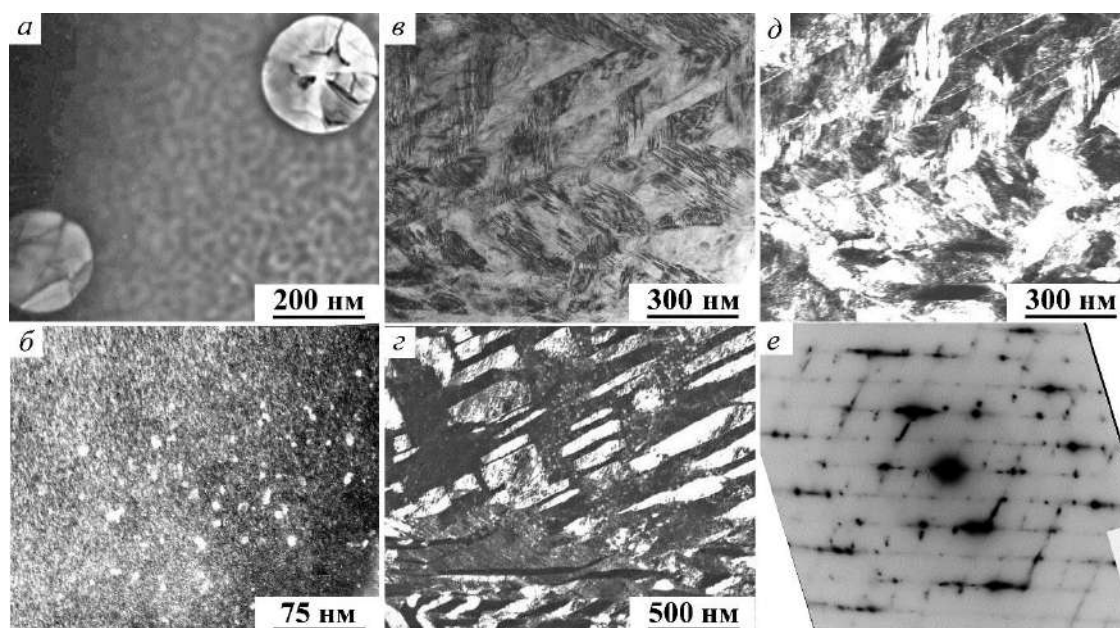


Рисунок 3 – Светло- (а, в) и темнопольные (б, д, г) ПЭМ изображения и соответствующая микроэлектронграмма (е) сплавов в аморфизированном (а, б) и мартенситном (в-е) состоянии

ПТО аморфных БЗР сплавов привела к их кристаллизации, начиная от температуры 450°C (для Ti-Ni-Cu) или 470°C (для сплавов с Hf или Zr). Затем происходила тотальная нанокристаллизация с образованием однородного нанокристаллического или бимодального нано- и субмикроструктурного УМЗ состояния в зависимости от температуры и длительности ПТО, а также степени легирования сплава по отношению к стехиометрическому бинарному.

Данные сплавы испытывали высокотемпературные ТМП  $B2 \leftrightarrow B19 \leftrightarrow B19'$  (в сплавах, содержащих Cu) или  $B2 \leftrightarrow B19'$  (в сплавах бинарном или содержащих Hf или Zr) и демонстрировали соответствующие ЭПФ в экспериментах на изгиб как в МЗ состоянии после ВТМО, так и в УМЗ после БЗР и ПТО (см. рис. 3в-е).

Измерения показали, что МЗ деформируемые сплавы TiNi-TiCu, легированные Cu от 2 до 25 ат.%, имеют высокие механические свойства:  $\sigma_B$  – 850-740 МПа,  $\sigma_M$  – 50-150 МПа,  $\delta$  – 25-20%,  $\epsilon$  – 4,5-3,0 %. Важно, что по сравнению со сплавом  $Ti_{50}Ni_{50}$  их температурный гистерезис уменьшается вдвое (от 40 до 20 К) и остается несколько выше комнатной температуры при его слабой зависимости от концентрации Cu.

Синтез высокопрочных УМЗ сплавов с ЭПФ в виде тонкомерных лент для нестехиометрических сплавов типа  $Ti_{50+x}Ni_{25-x}Cu_{25}$  ( $x \leq \pm 1$  ат.%),  $Ni_{49,6}Ti_{50,4-y}Hf_z$  ( $12 \leq y \leq 20$  ат.%),  $Ni_{49,5}Ti_{50,5-z}Zr_z$  ( $18 \leq z \leq 30$  ат.%) обеспечивает следующие механические свойства. Для УМЗ сплавов, легированных Cu, они варьируют в пределах:  $\sigma_B$  – 850-1550 МПа,  $\sigma_{0,2}$  – 620-1200 МПа,  $\sigma_M$  – 100-50 МПа,  $\sigma_p$  – 620-1110 МПа,  $\delta$  – 9-12 %,  $\epsilon$  – 3-5 %. Механические свойства УМЗ сплавов, легированных Hf или Zr, варьируют в пределах:  $\sigma_B$  – 600-1100 МПа,  $\sigma_M$  – 200-450 МПа,  $\delta$  – 8-14 %,  $\epsilon$  – 4-5 %.

Исследование выполнено за счет гранта РФ №15-12-10014.

**ВЛИЯНИЕ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ КРУЧЕНИЕМ НА СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ В СПЛАВАХ CU-AL-NI С ЭФФЕКТОМ ПАМЯТИ ФОРМЫ**

**Лукиянов А.В., Свирид А.Э., Пушин В.Г., Уксусников А.Н.**

*Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, г. Екатеринбург, Россия, E-mail: alexlukjanov@yandex.ru*

Одной из важных задач современного материаловедения является создание высокопрочных и пластичных сплавов с эффектами памяти формы (ЭПФ), которые, как известно, реализуются в основном в цветных сплавах с термоупругими мартенситными превращениями (ТМП) и инновационно привлекательны для использования их в различных отраслях науки, техники, медицины, социальной сферы. Однако, большинство цветных сплавов с ЭПФ на основе меди в поликристаллическом состоянии отличается пониженной прочностью и пластичностью, низкой циклической прочностью и долговечностью. Вместе с тем, данные сплавы, такие как Cu-Al-Ni, Cu-Zn-Al, Cu-Zn-Sn и др., имеют превосходные характеристики ЭПФ в монокристаллическом состоянии.

Многие из вышеперечисленных проблем могут быть решены в результате измельчения зеренной структуры данных материалов до микро- (МК), субмикро- (СМК) или нанокристаллического (НК) состояния. К наиболее эффективным способам измельчения структуры до ультрамелкозернистой (УМЗ) и нанокристаллической (НК) относятся методы интенсивных пластических деформаций (ИПД). Можно предположить, что формирование УМЗ состояний в сплавах Cu-Al-Ni позволит дополнительно повысить физико-механические характеристики, включая прочность, пластичность и ЭПФ.

В настоящей работе образцы горячекованного сплава Cu-14Al-3Ni (% вес.) были подвергнуты закалке при 1000°C, а затем деформированы кручением под большим квазигидростатическим давлением (КВД) на 10 оборотов при P=6 ГПа при T=20°C. Структурные исследования проводили методом оптической микроскопии (ОМ), растровой электронной микроскопии (РЭМ) на микроскопе Quanta-200 при 30 кВ и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) на микроскопе PhilipsCM30 при ускоряющем напряжении 200 кВ в ЦКП ИФМ РАН. Тонкие фольги для ПЭМ были изготовлены из дисков Ø3 мм с использованием двусторонней струйной электрополировки на установке Struers «TenuPol-5» в 30% растворе азотной кислоты при напряжении от 8В.

Микроструктура исходного горячекованного сплава Cu-14Al-3Ni представлена наличием полиэдрических зерен крупнозернистой морфологии размером от 0,5 до 1,5 мм (рис.1,а). Химический микроанализ сплава показал, что различные по контрасту области отличались по элементному составу: матрица сплава имела повышенное содержание Cu, в то время как области выделенные по контрасту (более темные на ОМ-изображениях), были обогащены Al и Ni. С целью устранения возможной структурно-фазовой неоднородности для получения гомогенного твердого раствора проводили нагрев сплава до температуры 1000°C с выдержкой в течение 30 мин в однофазной  $\beta$  – области и последующую закалку в воде. Изображения микроструктуры закаленного сплава, полученные методом РЭМ, представлены на рисунке 1б. Химический анализ показал, что закалка, во-первых, эффективно устранила химическую и фазовую неоднородность сплава, а во-вторых, привела к заметному измельчению зеренной структуры.

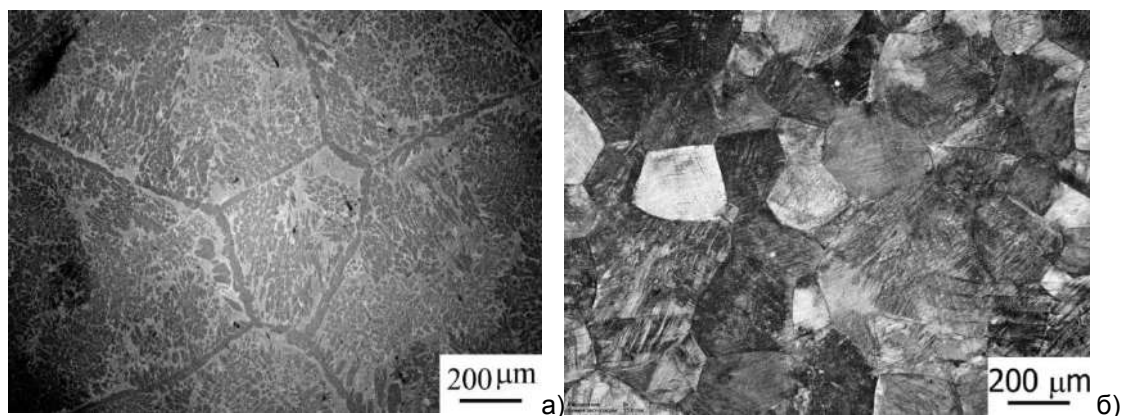


Рисунок 1 – ОМ изображения микроструктуры литого сплава Cu-14Al-3Ni после горячейковки (а) и после закалки от 1000°C (б)

В результате КВД на 10 оборотов в сплаве Cu-14Al-3Ni была получена ультрамелкозернистая (УМЗ) микроструктура. ПЭМ-изображение и картина микродифракции сплава после КВД представлены на рисунке 2а. Данные ПЭМ показывают, что в результате деформации в сплаве Cu-14Al-3Ni была получена нанокристаллическая зеренно-субзеренная структура от 10 до 80 нм.

С целью формирования более равновесной зеренной структуры был проведен кратковременный нагрев сплава после КВД до 800°C в течение 10 сек с последующей закалкой в воде. Кратковременность отжига позволила при рекристаллизации сохранить в сплаве достаточно мелкозернистую структуру. В результате чего образовалась мелкозернистая структура с бимодальным характером распределения зерен по размеру с двумя максимумами при  $d=1$  мкм и  $D=8$  мкм (рис. 2,б). Во-вторых, закалка от температуры 800°C после нагрева обеспечила подавление процесса распада твердого раствора при охлаждении. Элементный химический микроанализ показал, что как крупные, так и мелкие зерна имели одинаковый химический состав.

Механические испытания на растяжение показали, что литой и закаленный сплав имеют невысокие прочностные характеристики и величину относительного удлинения до разрушения - порядка 5%. В наноструктурированном после КВД (10 оборотов) сплаве величина относительного удлинения несколько возрастает, однако разрушение также происходит хрупко. Иное механическое поведение проявляет сплав после кратковременного отжига в однофазную  $\beta$  – область при температуре 800C, 10 сек. В частности, сплав испытывает относительно высокую пластическую деформацию как за счет фазовой текучести (до 4%), так и за счет деформационного упрочнения, достигая предела текучести 900 МПа. После чего наступает локализация деформации и образование шейки, что указывает на пластичное поведение сплава вплоть до разрушения.

Исследования изломов образцов после растяжения показали, что в исходном горячекованном сплаве разрушение происходило преимущественно, как и в случае закаленного сплава, по границам зерен. Формирование нанозеренной структуры в результате КВД 10 оборотов изменило вид излома и характер разрушения образцов. Разрушение происходило с образованием множества центров локализации при появлении мелких плоских ямок и соответственно невысоких гребней отрыва на поверхности разрушения, что характерно для вязкого разрушения, но с низкой энергией. Однако, средний диаметр ямок составил в среднем 1-3 мкм, что значительно больше нанокристаллического размера зеренно-субзеренной структуры после КВД и указывает на межкристаллитный механизм разрушения.

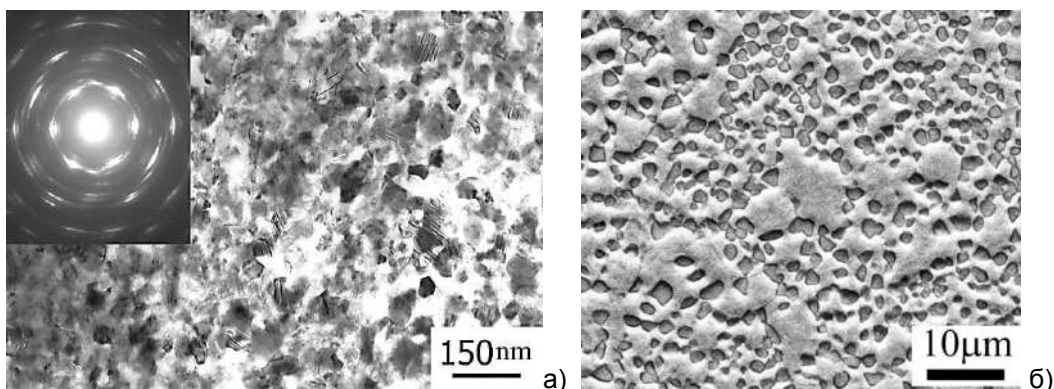


Рисунок 2 – ПЭМ изображение микроструктуры с соответствующей картиной микродифракции сплава Cu-14Al-3Ni после КВД на 10 оборотов (а) и РЭМ изображение структуры сплава Cu-14Al-3Ni после КВД и отжига 800°C, 10 сек (б)

Таким образом, в работе были установлены следующие основные закономерности структурных и фазовых изменений, происходящих в сплаве при различных деформационно-термических обработках:

1) Микроструктура сплава в горячекованном состоянии неоднородна и представлена полиэдрическими зёрнами величиной до 1,5 мм и обширными областями с переменным химическим и фазовым составом как внутри, так и по их границам, что является результатом ликвации, от которой не удалось избавиться и при горячей ковке при 1000°C.

2) Последующий после горячейковки нагрев сплава до температуры 1000°C в однофазную  $\beta$  - область и последующая закалка устраняет структурно-фазовую неоднородность, а в результате фазовой перекристаллизации удалось уменьшить средний размер зёрен до 250 мкм.

3) Пластическая деформация кручением на большие степени под высоким давлением позволяет эффективно измельчить структуру сплава и сформировать зерно с размером < 100 нм. Последующий кратковременный отжиг в гомогенную  $\beta$  - область с целью повторной рекристаллизации позволил сформировать мелкозернистую структуру без изменения химического состава.

4) Измельчение зеренной структуры изменили деформационное поведение сплава. От хрупкого разрушения по границам бывших аустенитных зёрен и/или границам пакетов мартенсита в горячекованном или закаленном состоянии до преимущественно квазихрупкого межкристаллитного разрушения с проявлением значительной предварительной пластической деформации.

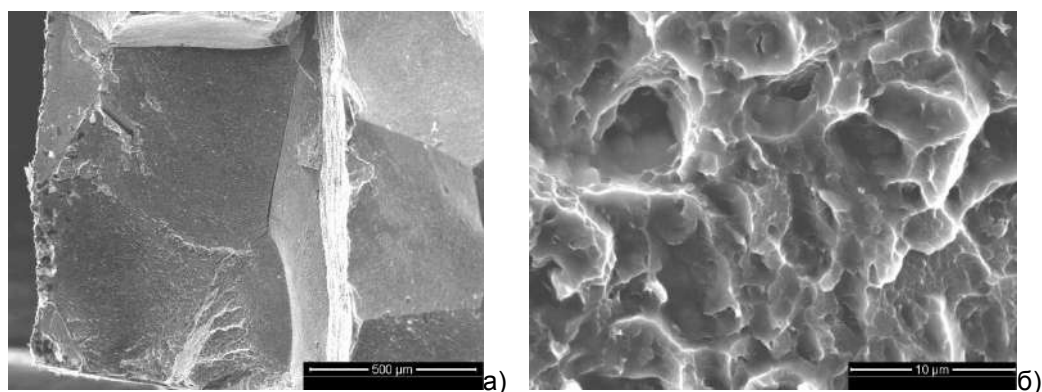


Рисунок 3 – РЭМ-изображения изломов сплава Cu-14Al-3,0Ni после различных деформационно – термических обработок: а) Закалка с 1000°C; б) КВД 10 оборотов

Работа выполнена при поддержке проекта РФФ №15-12-10014

**ФОРМИРОВАНИЕ ПОКРЫТИЙ ДЕФОРМАЦИОННЫМ ПЛАКИРОВАНИЕМ С ПОДАЧЕЙ ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО НАПРЯЖЕНИЯ**

<sup>1</sup>Леванцевич М.А., <sup>1</sup>Максимченко Н.Н., <sup>2</sup>Шелег В.К., <sup>2</sup>Пилипчук Е.В.,  
<sup>2</sup>Юреть Е.Л., <sup>3</sup>Дема Р.Р.

<sup>1</sup>Объединенный институт машиностроения НАН Беларуси,  
г. Минск, Беларусь, E-mail: levancev@mail.ru

<sup>2</sup>Белорусский национальный технический университет, Минск, Беларусь

<sup>3</sup>ФГБОУ ВПО «Магнитогорский технический университет им. Г.И. Носова»,  
г. Магнитогорск, Россия

**Введение**

Технологию обработки деталей вращающимися металлическими щетками (ВМЩ) достаточно давно и широко используют в машиностроительном производстве как при выполнении отделочно-зачистных операций, связанных с удалением заусенцев с лопаток турбин, снятием грата и облоя с отливок, зачисткой сварных и паяных швов и т.п. [1–3], так и для нанесения функциональных покрытий [4–7].

Для повышения эффективности отделочно-зачистных операций к ворсу ВМЩ и обрабатываемой детали подводят электрическое напряжение, осуществляя таким образом комбинированную обработку [8]. При подобной обработке одна ветвь от источника тока подается на проволочный ворс ВМЩ, вторая – на обрабатываемую деталь, что приводит к возникновению режима электродугового разряда в контактной зоне, сопровождаемого потоком искр. При таком режиме поверхностный слой детали одновременно подвержен нескольким видам воздействий: фрикционно-механическому – от проволочного ворса ВМЩ; электроэрозионному – от импульсов тока, формируемых в межэлектродном зазоре; электрохимическому – в результате анодного растворения металла при наложении электрического поля.

Аналогичные процессы происходят и при формировании покрытий деформационным плакированием ВМЩ с подачей электрического напряжения. В сравнении с традиционным способом плакирования ВМЩ без подачи напряжения, электрическое поле, создаваемое источником постоянного тока напряжением 40 В и силой тока 50А, способствует увеличению толщины слоя латунного покрытия примерно в 2 раза, при снижении его микротвердости в 1,6...1,8 раза [9]. Однако, как показывает анализ литературных данных, процесс нанесения покрытий методом плакирования ВМЩ с подачей электрического напряжения представляется значительно более сложным и, судя по наличию небольшого количества публикаций, недостаточно изученным.

Стоит отметить, что к настоящему времени в открытых источниках научно-технической информации, касающейся вопросов плакирования ВМЩ с подачей электрического напряжения, приведены, в основном, на уровне идеи, общие схемы плакирования с подачей напряжения без соответствующей экспериментальной проверки. Отсутствуют и какие-либо рекомендации по выбору как варианта подачи электрического напряжения, так и режимов плакирования, что препятствует принятию решения о целесообразности практического применения подобного способа и обуславливает необходимость проведения дополнительных исследований.

Цель исследований заключалась в экспериментальной проверке вариантов схем формирования покрытий способом деформационного плакирования ВМЩ с подачей электрического напряжения.

Методика исследований. Для проведения испытаний использовали устройство для формирования покрытий способом деформационного плакирования ВМЩ с подачей электрического напряжения, описанное в работе [10] (рис. 1).

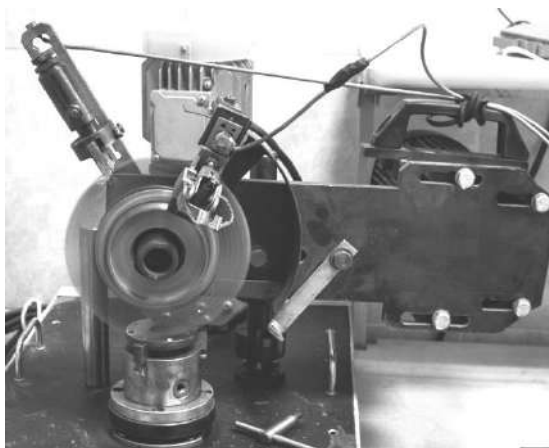


Рисунок 1 – Фото устройства для формирования покрытий способом деформационного плакирования с подачей электрического напряжения

Формирование покрытий осуществляли на поверхности образцов пластин из стали 08 кп сплошной цилиндрической щеткой диаметром 190 мм и шириной 15 мм.

Диаметр и вылет ворса щетки составляли, соответственно, 0,25 мм и 40 мм. Линейная скорость вращения варьировалась от 15 до 30 м/с. Величины подаваемого от источника постоянного тока напряжения и силы тока также варьировались, соответственно, от 4 до 16 В и от 15 до 30А. В качестве материалов покрытий (доноров) использовали литые цветные металлы на основе алюминия и меди, а также спеченные материалы из порошков хрома и меди, полученные методами порошковой металлургии. Величина натяга щетки не превышала 1,5...2,0 мм, число проходов – 5. Толщина формируемых слоев покрытий находилась в пределах 5...12 мкм.

В ходе испытаний отработывались два варианта способа формирования покрытий деформационным плакированием. В первом варианте подачу электрического напряжения осуществляли на ворс ВМЩ и материал-донор, во втором – на ворс ВМЩ, материал-донор и обрабатываемую деталь.

Результаты и обсуждение. Анализ полученных данных исследований показал, что вариант формирования покрытий способом деформационного плакирования с подачей электрического напряжения на ворс ВМЩ, материал-донор и обрабатываемую деталь не пригоден к применению. Это объясняется тем, что при подобной схеме плакирования электродуговые разряды, возникающие в зоне контакта ворса щетки с поверхностью детали, и интенсивное искрообразование являются главной причиной формирования слоя покрытия, отличающегося наличием дефектов в виде несплошностей, почерневших раковин и борозд со следами пригара (рис. 2, б).

Вариант формирования покрытий деформационным плакированием с подачей электрического напряжения на ворс ВМЩ и материал-донор является наиболее предпочтительным. При этой схеме плакирования формируемый слой покрытия отличается повышенной сплошностью и отсутствием поверхностных дефектов в виде раковин, борозд, отслоений и др. (рис.2, г, д, е). В отличие от покрытий, полученных при традиционной схеме плакирования ВМЩ без подачи электрического напряжения (рис. 2, в), покрытие, сформированное с подачей электрического напряжения, например, из материала-донора на основе хрома, не содержит на поверхности мелких фрагментов из микрочастиц хрома, переносимых ворсом щетки, и имеет плотный, чешуйчато-размытый вид (рис.2, е).

Для медных покрытий, сформированных способом плакирования ВМЩ с подачей электрического напряжения из материалов-доноров в виде литой меди (рис. 2, д) и спеченной порошковой меди с легирующей добавкой нитрида бора (рис. 2, е), характерно отсутствие чешуйчатости.



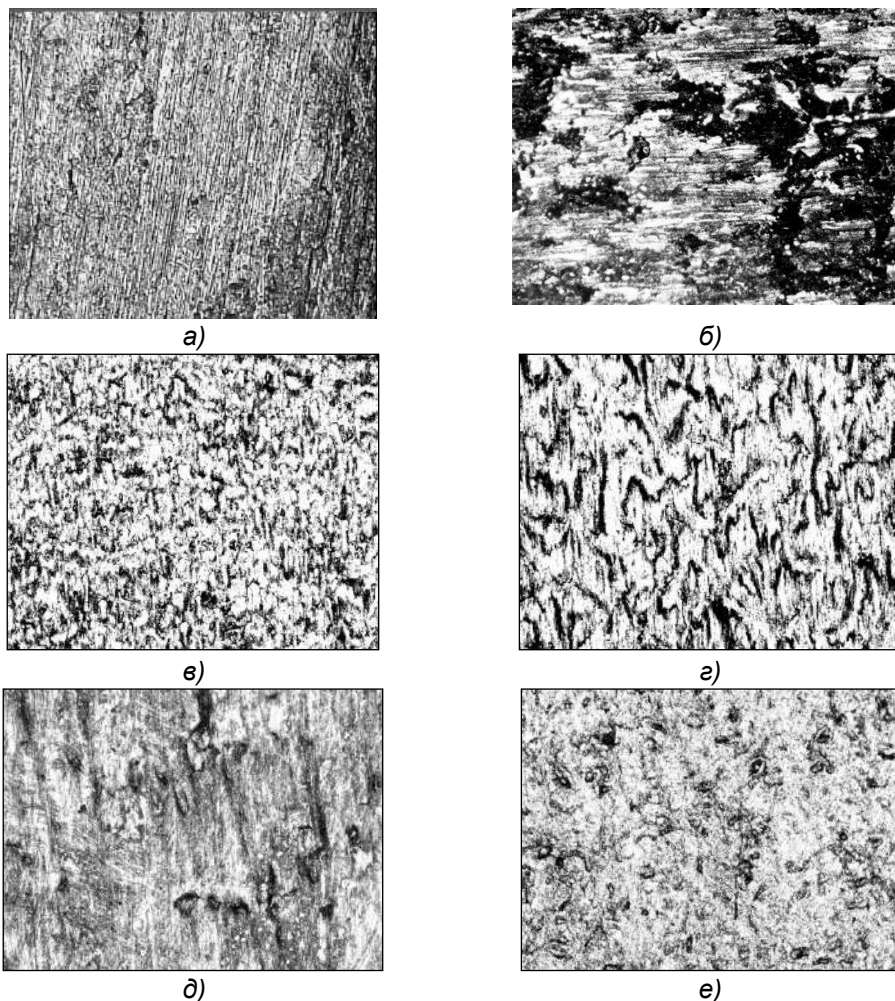


Рисунок 2 – Фото рельефа поверхности образцов с покрытиями, сформированными деформационным плакированием ВМЩ с подачей электрического напряжения ( $\times 100$ ):

- а) – образец без покрытия; б) - алюминиевое покрытие на поверхности алюминиевого образца из сплава АК5М, сформированное с подачей электрического напряжения на материал-донор, ВМЩ и обрабатываемую деталь; в) – хромовое покрытие на поверхности стального образца, сформированное без подачи электрического напряжения; г) – хромовое покрытие на поверхности стального образца, сформированное с подачей электрического напряжения на ВМЩ и материал-донор; д), е) – медные покрытия на поверхности стальных образцов, сформированные, соответственно, из литой и спеченной порошковой меди с легирующей добавкой нитрида бора, с подачей электрического напряжения на ВМЩ и материал-донор

### Заключение

Результаты выполненных исследований показывают, что для формирования качественных бездефектных покрытий целесообразно использовать вариант деформационного плакирования, при котором подачу электрического напряжения осуществляют на ворс ВМЩ и материал-донор. Вариант плакирования, при котором подачу напряжения осуществляют на ворс ВМЩ, материал-донор и обрабатываемую деталь, не пригоден к применению.

### Список литературы:

1. Серебренник, Ю.Б. Обработка деталей вращающимися металлическими щетками / Ю.Б. Серебренник. – Пермь: ЦБТИ Пермского совнархоза, 1960. – 59 с.
2. Перепичка, Е.В. Очистно-упрочняющая обработка изделий щетками / Е.В. Перепичка. – М. : Машиностроение, 1989. – 135 с.
3. Папшев, Д.Д. Упрочнение закаленных поверхностей вращающимися металлическими щетками / Д.Д. Папшев, Ю.И. Кургузов // Обработка высокопрочных

сталей и сплавов инструментами из сверхтвердых синтетических материалов: Межвуз. тематич. сб. на-учн. тр. – Куйбышев: КАИ, 1978. – С. 131–137.

4. Белевский, Л.С. Пластическое деформирование поверхностного слоя и формирование покрытия при нанесении гибким инструментом / Л.С. Белевский. – Магнитогорск: Изд-во Магнитогор. лица РАН, 1996. – 230 с.

5. Анцупов, В.П. Теория и практика плакирования изделий гибким инструментом / В.П. Анцупов. – Магнитогорск : МГТУ им. Г.И. Носова, 1999. – 241 с.

6. Витязь, П.А. Работоспособность изделий, плакированных композиционными покрытиями / П.А. Витязь, М.А.Леванцевич // Перспективные материалы и технологии. Под ред. В.В. Клубовича. – Витебск: Изд-во УО «ВГТУ». – 2013. – С. 275–301.

7. Леванцевич, М.А. Улучшение эксплуатационных характеристик деталей поверхностным модифицированием методом плакирования гибким инструментом / М.А. Леванцевич, Н.Н. Максимченко // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2015. – № 10. – С. 16–20.

8. Кириллов, О.Н. Разработка оборудования для скоростной обработки непрофилированным электродом-щеткой / О.Н. Кириллов // Вестник Воронежского государственного технического университета. – 2010. – Т. 6. – № 1.

9. Белевский, Л.С. Фрикционный и электрофрикционный способы нанесения покрытий / Л.С. Белевский, И.В. Белевская // Обработка сплошных и слоистых материалов. – 2012. – Вып. № 38. – С. 158–163.

10. Метрологическое обеспечение процесса формирования покрытий способом деформационного плакирования с наложением электрического поля / М.А. Леванцевич [ и др.] // Порошковая металлургия: инженерия поверхности, новые порошковые композиционные материалы, сварка: сб. докл. 10-го Междунар. симп. (Минск, 5-7 апр. 2017 г.). В 2 ч. Ч.2 / Нац. акад. наук Беларуси [и др.]; редкол.: А.Ф. Ильющенко (гл.ред) [и др.]. – Минск : Беларуская навука, 2017. – С. 161–169.

ОПТИЧЕСКИЕ НЕОДНОРОДНОСТИ В КРИСТАЛЛАХ  $\text{CaMoO}_4$ 

Козлова Н.С., Бузанов О.А., Гореева Ж.А., Забелина Е.В., Козлова А.П.,  
Спасский Д.А., Черных А.Г.

НИТУ «МИСус», г. Москва, Россия, E-mail: kozlova\_nina@mail.ru

Монокристаллический молибдат кальция – материал, давно и достаточно хорошо исследован. Монокристаллы молибдата кальция, легированные редкими землями, используются в качестве активной среды квантовых генераторов. Генерация на кристалле  $\text{CaMoO}_4:\text{Nd}^{3+}$  была получена еще в 1963 г. [1]. Эти кристаллы перспективны для создания перестраиваемых акустооптических фильтров, основанных на коллинеарном акустооптическом (АО) взаимодействии света и звука для видимого диапазона длин волн [2], так же рассматриваются в качестве ВКР-сред [3]. Очевидным преимуществом этого кристалла является его технологичность.

Несмотря на наличие внушительного списка кандидатов в перспективные сцинтилляторы, долгое время широко использовались только кристаллы йодида цезия с таллием и натрием  $\text{CsI-Tl}$ ,  $\text{CsI-Na}$  и фторид кальция, активированный ионами европия. В последующем для регистрации больших энергий частиц стали применять вольфраматы и молибдаты [4].

Полезным свойством молибдатов является наличие у них внутрицентральной люминесценции. Несмотря на то, что люминесцентные свойства их были изучены более полувека назад [5], в последнее десятилетие этот класс монокристаллов снова привлекает к себе внимание в связи с возможностью использования его в качестве материала для сцинтилляционного криогенного детектора, предназначенного для регистрации безнейтринного двойного бета-распада ( $0\nu 2\beta$ ) при использовании в качестве детектора изотопнообогащенного молибдата кальция  $^{40}\text{Ca}^{100}\text{MoO}_4$ . Для некоторых соединений молибдатов существует возможность использования их для поиска темной материи, а именно гипотетических слабовзаимодействующих массивных частиц (WIMP). В частности, возник интерес к молибдату кальция, обогащенному изотопом  $^{100}\text{Mo}$ , в связи с возможностью использования его как для поиска темной материи, так и для наблюдения процесса двойного безнейтринного бета-распада.

Требования к оптическому совершенству кристаллов, используемых в качестве ВКР, лазерных и сцинтилляционных сред исключительно высоки. Например, для использования монокристаллов в качестве ВКР-активных материалов необходимо, чтобы оптические потери, как излучения накачки, так и ВКР - излучения в кристаллах были низкие, то есть кристаллы должны быть оптически однородными, не содержать дефектов структуры, а также иметь широкое спектральное «окно» прозрачности [6].

Для успешного выполнения задачи по поиску безнейтринного бета-распада требуется большая чувствительная масса детектора, рабочие элементы которого обладали бы высокими оптическими качествами и необходимыми сцинтилляционными свойствами. Показатель ослабления при максимуме высвечивания на длине волны 520 нм должен быть не более  $0,01 \text{ см}^{-1}$ , световыход сцинтиллятора должен быть более 10000 фотонов на МэВ при криогенных температурах, а содержание примеси радиоактивных изотопов, принадлежащих к U-238 и Th-232 рядам, было бы на уровне  $10^{-11}$  гр/гр. Саму низкофоновую установку размещают глубоко под землей для снижения радиационного фона от космического излучения и тщательно экранируют с использованием радиационно-чистых материалов [6,7].

Одним из недостатков молибдата кальция является приобретение им в процессе выращивания синей окраски. Для применения  $^{40}\text{Ca}^{100}\text{MoO}_4$  в качестве материала детектора окраска его в видимом диапазоне длин волн (350–700) нм крайне нежелательна. Было показано [2], что причиной окрашивания кристаллов является образование в ходе роста центров окраски. Данный тип дефектов возникает в кристалле вследствие отклонения состава расплава от стехиометрического, что происходит из-за высокой летучести  $\text{MoO}_3$  при температуре выше  $650^\circ\text{C}$ . Обедненный по  $\text{Mo}^{6+}$  кристалл уменьшает свою свободную энергию образованием вакансий молибдена и кислорода ( $V_{\text{Mo}}^{6-}$  и  $(V_{\text{O}})^{2+}$ ) [8]:  $\text{CaMoO}_4 \rightarrow \text{CaMo}_{1-y}\text{O}_{4-3y} + y\text{MoO}_3\uparrow$ . Образование вакансий представляется как  $\text{Mo}_{\text{Mo}}^{6+} + 3\text{O}_{\text{O}}^{2-} \leftrightarrow (V_{\text{Mo}})^{6-} + 3(V_{\text{O}})^{2+} + \text{MoO}_3\uparrow$ .

Анализ литературных данных [2,9,10] свидетельствует, что снижения интенсивности окраски кристаллов  $^{40}\text{Ca}^{100}\text{MoO}_4$  и получения кристаллов необходимого оптического качества можно достичь, используя следующие технологические приемы:

- легирование элементами с валентностью V (например,  $\text{Nb}^{5+}$ ) [2, 0];
- добавление избыточного  $\text{MoO}_3$  для компенсации летучести компонентов при выращивании [0];
- оптимизация режима окислительных отжигов: изменение температуры процесса, давления паров и т.д. [2, 0].

Использование первого способа нежелательно из-за негативного влияния легирующих добавок на световых выходы при криогенных температурах, второго из-за высоких требований по сохранению сверхнизких концентраций U-238 и Th-232 в кристалле.

Детальных исследований сверхпрозрачных кристаллов молибдата кальция в зависимости от режимов отжигов ранее не проводилось. В России монокристаллы  $^{40}\text{Ca}^{100}\text{MoO}_4$  для рабочих элементов таких детекторов выращивают только в компании ОАО «Фомос – Материалс».

В работе изучались монокристаллы молибдата кальция, выращенные методом Чохральского на установках типа «Кристалл-3М» в платиновом тигле с использованием высокочастотного способа нагрева из шихты стехиометрического состава высокой степени чистоты. Были исследованы образцы из кристаллов:  $\text{CaMoO}_4$  «asgrown»;  $^{40}\text{Ca}^{100}\text{MoO}_4$ , обогащенные  $^{100}\text{Mo}$  и  $^{40}\text{Ca}$ , прошедшие несколько стадий многочасового изотермического окислительного отжига. Оптическое качество монокристаллов исследовалось на спектрофотометре Cary 5000 с приставкой «УМА» в оптическом диапазоне длин волн (350-700 нм).

Спектрофотометрическими методами на образцах в виде кубиков были проведены исследования влияния изотермических окислительных отжигов на оптические характеристики. В процессе исследования спектральных зависимостей показателя ослабления был обнаружен дихроизм полос ослабления в случае прохождения естественного частично поляризованного света перпендикулярно оптической оси и при дополнительном повороте образцов на  $90^\circ$  вокруг оси падения пучка (в данной работе ось z) (рис. 1).

По формуле (1) была рассчитана степень дихроизма и получена ее зависимость от длины волны (правая шкала на рис.1).

$$\Delta = \frac{D_{\max} - D_{\min}}{D_{\max} + D_{\min}} \quad (1)$$

Кроме спектральных зависимостей показателей ослабления были исследованы спектральные зависимости коэффициента  $90^\circ$ -градусного рассеяния света и диффузного отражения.

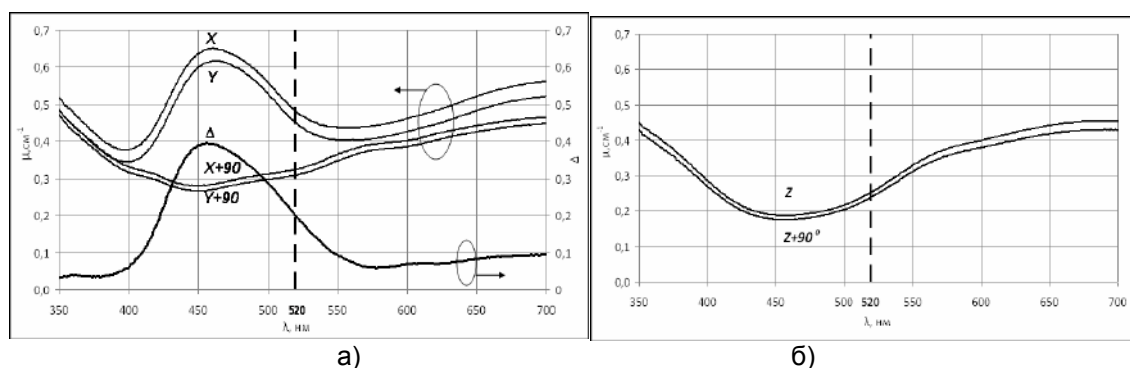


Рисунок 1 – Спектральная зависимость  $\mu(\lambda)$  монокристаллов  $\text{CaMoO}_4$  «asgrown» и степень дихроизма  $\Delta$ : а – перпендикулярно оптической оси; б – вдоль оптической оси[11]

На цилиндрических образцах получены индикатрисы рассеяния света в диапазоне длин волн 240 – 700 нм. Это позволило оценить размер рассеивающих центров (рис.2).

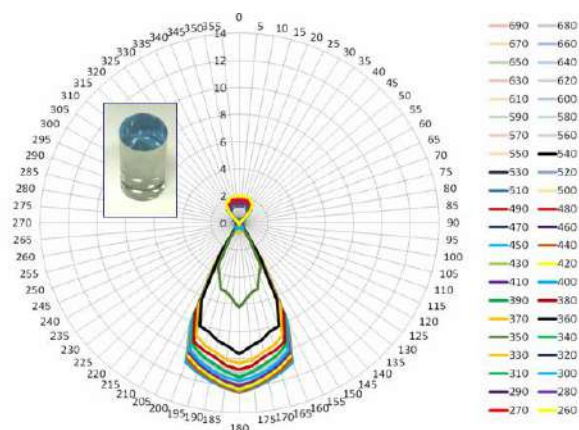


Рисунок 2 – Индикатрисы рассеяния света образца «asgrown»

Для оценки оптического качества монокристалла молибдата кальция были проведены исследования образцов «asgrown» и при различном времени изотермического отжига аномального двулучепреломления методом Малляра, показателей преломления методом призмы. Получены спектры люминесценции таких кристаллов.

#### Список литературы:

1. Johnson L. F. // Journal of Applied Physics. – 1963. – Т. 34. – №. 4. – С. 897-909.
2. Блистанов А.А. Кристаллы квантовой и нелинейной оптики. - М.: МИСиС, 2007.
3. Блистанов А. А., Галаган Б.И., Денкер Б.И. и др. // Квантовая электроника. – 1989. – Т. 16, №. 6. – С. 1152-1154.
4. Шендрик. Р.Ю. Введение в физику сцинтилляторов. Иркутск: Изд-во ИГУ, 2013.
5. Kroger. F. A. Some Aspects of the Luminescence of Solids. New York City: Elsevier Publishing Company, Inc, 1948.
6. Khanbekov N.D. // Physics of Atomic Nuclei. – 2013. – Т. 76, №. 9. – С. 1086-1089.
7. Busanov O.A., Etezov R.A., Gavriljuk Yu.M. e.a. // EPJ Web of Conferences. EDP Sciences 2014. - 2014. – Т. 65. – С. 03002.
8. Petrov A., Kofstad P. // J. of Solid State Chem. 1979. -V. 30. -P.83-88.
9. Flournoy P.A., Brixner L.H. // Journal of The Electrochemical Society. – 1965. - Т. 112, №. 8. -С. 779-781.
10. Влияние структурных дефектов на физические свойства вольфраматов / Под ред. М. В. Пашковского; «Вицашкола». – Львов, 1978.
11. Nina S. Kozlova, Oleg A. Buzanov, Evgeniya V. Zabelina, e.a. // Modern Electronic Materials. – 2016. – № 2. – С.41–44.

## НОВЫЙ ПЕРСПЕКТИВНЫЙ СПОСОБ ПРОИЗВОДСТВА ДЛИННОМЕРНЫХ ВИНТОВЫХ ПРОФИЛЕЙ

<sup>1</sup>Чинокалов Е.В., <sup>2</sup>Фастыковский А.Р.

<sup>1</sup>АО «ЕВРАЗ ЗСМК», г. Новокузнецк, Россия

<sup>2</sup>ФГБОУ ВО «СибГИУ», г. Новокузнецк, Россия

В настоящее время в Российской Федерации и за рубежом активно разрабатываются способы получения длинномерных винтовых профилей. Наиболее известны в этой области работы Каргина В.Р, Паршина С.В. и других ученых, в которых заложены технологические основы новых способов. Аналитический обзор работ позволил классифицировать известные способы получения длинномерных винтовых профилей и выявить наиболее перспективные направления исследований. Перспективность исследования и развития способов получения длинномерных винтовых профилей обусловлена, с одной стороны, широкими возможностями применения и высоким ожидаемым эффектом, с другой стороны, малой изученностью вопроса в практическом и теоретическом плане. Обзор способов получения длинномерных винтовых профилей показал, что в настоящее время они находятся на начальном этапе разработки и далеко не все возможности в техническом и технологическом плане исследованы и применены на практике.

Анализ состояния и перспектив рынка металлопроката позволил установить, что большие перспективы имеет способ получения длинномерных винтовых профилей волочением, но промышленное использование его сдерживается малой изученностью в теоретическом плане и большими техническими сложностями при волочении в бунтах.

Для получения длинномерных винтовых профилей волочением разработана и создана принципиально новая конструкция самовращающейся волоки, формирующая многозаходную винтовую поверхность, защищенная патентом [1]. Разработанная конструкция волоки показана на рисунке 1.

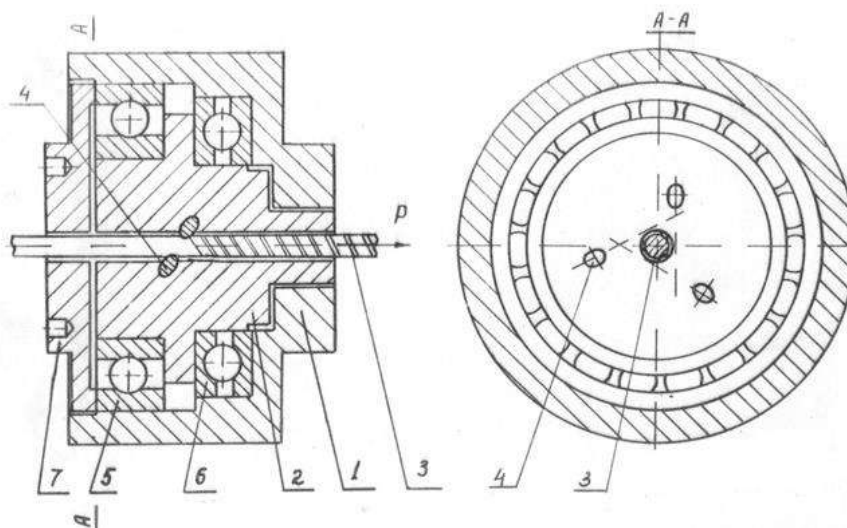


Рисунок 1 – Конструкция неприводной вращающейся волоки

Волока состоит из корпуса 1, в котором вращается тело волоки 2, имеющее осевой цилиндрический канал, через который протягивается заготовка 3. Элементами, образующими калибр волоки, являются ролики 4, помещенные в гнезда в теле волоки под углом  $\varphi$  к заготовке 3. Удержание и центровка тела волоки в корпусе осуществляется с помощью радиального 5 и упорного 6 подшипников. Крышка 7 крепится к корпусу 1 при помощи резьбового соединения и обеспечивает устранение попадания грязи в подшипники и ролики.

Формирование винтовой поверхности в разработанной конструкции волоки реализуется следующим образом [2]. Под действием продольной силы, приложенной к заготовке 3, благодаря расположению роликов под углом  $\varphi$ , создается крутящий

момент, вращающий тело волокни 2, установленной в подшипниках 5 и 6. При этом ролики 4, помещенные в тело волокни, обкатывают заготовку 3. Совместное воздействие поступательного и вращательного движений при протягивании заготовки образует на ней винтовую поверхность с определенным шагом. Количество роликов может меняться, определяя число заходов винтовой поверхности.

Проведены аналитические исследования, применительно к условиям производства АО «ЕВРАЗ ЗСМК», по сравнению затрат энергии на формирование винтовой поверхности предлагаемым способом и известным, сочетающим операции волочения и дополнительного скручивания. Результаты анализа представлены на рисунке 2, согласно которому, при прочих равных условиях, операция скручивания при получении длинномерных винтовых профилей приводит к дополнительным затратам мощности, величина которой зависит от диаметра заготовки и числа заходов винтовой поверхности.

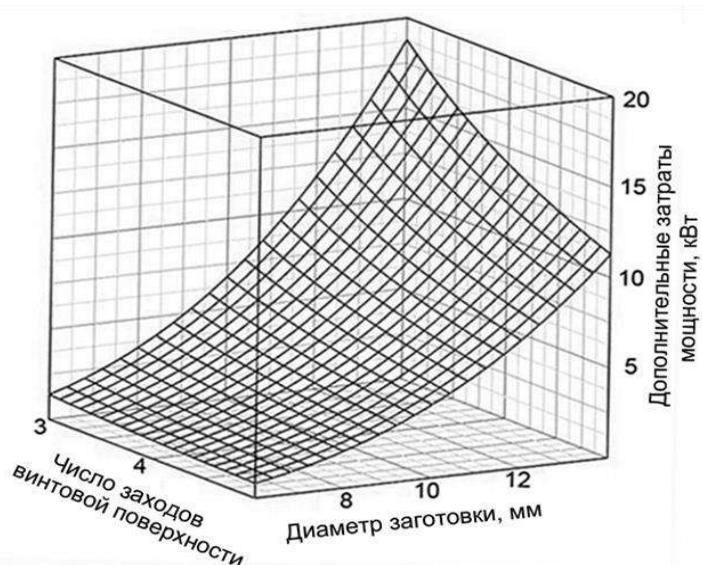


Рисунок 2 – Зависимости необходимой для волочения с последующим скручиванием дополнительной мощности от числа заходов винтовой поверхности и диаметра заготовки

Было проведено опробование нового способа получения длинномерных винтовых профилей в условиях метизного производства АО «ЕВРАЗ ЗСМК». По разработанной технологии формирование винтового профиля осуществлялось в сборной волоке, установленной на место штатной. Для лучшей адаптации к действующему производству габаритные размеры предлагаемой волокни приняли соразмерными с посадочным местом на волочильном стане.

При получении длинномерных винтовых профилей производили подготовительные операции, заключающиеся в удалении с поверхности проволоки окарины. После удаления окарины проволока подвергается волочению на том же оборудовании, что и проволока класса Вр-1 только на заключительном этапе вместо рифленых роликов использовалась разработанная сборная волока. Полученный таким способом арматурный профиль с разным числом заходов винтовой поверхности показан на рисунке 3.



Рисунок 3 – Арматурный профиль (а – пятизаходный; б – трехзаходный)

При получении винтовых гвоздей по действующей технологии на стандартном оборудовании формируется нужное сечение проволоки и на заключительной стадии

наносится винтовой профиль. Полученные винтовые гвозди из опытной партии показаны на рисунке 4.



Рисунок 4 – Винтовые гвозди

### Выводы:

1. Обзор рынка металлопроката показал, что перспективным является производство длинномерных винтовых профилей волочением. Промышленное производство таких профилей сдерживается малой изученностью в теоретическом плане и большими техническими сложностями при волочении в бунтах.

2. На основании полученных знаний по формированию винтовой поверхности волочением без скручивания разработана, применительно к условиям метизного производства АО ЕВРАЗ ЗСМК, новая конструкция волоки и технология производства винтовой арматуры и винтовых гвоздей.

3. Опытное-промышленное опробование технических и технологических решений по получению винтовых профилей в условиях производства показало их возможность и эффективность. Ожидаемый экономический эффект составляет 11,6 млн. рублей.

### Список литературы:

1. Пат. 143099 Российская Федерация, МПК В21С 3/08. Роликовая волока / А.Р. Фастыковский, Е.В. Чинокалов [и др.]; заявитель и патентообладатель Фастыковский А.Р. - №2014107320/02; заявл. 25.02.2014; опубл. 10.07.2014, Бюл. №19.

2. Пат. 143099 Российская Федерация, МПК В21С 1/22 Способ получения винтовых профилей / А.Р. Фастыковский, Е.В. Чинокалов [и др.]; заявитель и патентообладатель Фастыковский А.Р. - №2553728; заявл. 25.02.2014; опубл. 22.05.2015, Бюл. №17.



**ВЛИЯНИЕ ВАКУУМНОГО ОТЖИГА НА СТРУКТУРУ И ФУНКЦИОНАЛЬНЫЙ СОСТАВ ПОВЕРХНОСТИ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ АЛМАЗОВ ДЕТОНАЦИОННОГО СИНТЕЗА**

**Гусаков Г.А., Луговский А.А., Самцов М.П., Азарко И.И., Пархоменко В.А.**

*Учреждение БГУ «Республиканский центр проблем человека»,  
г. Минск, Беларусь, E-mail: lugovski@bsu.by*

Ультрадисперсные алмазы детонационного синтеза (УДА) являются одними из углеродных материалов, которые привлекают огромный интерес с точки зрения перспектив их применения в различных нанотехнологиях. Большая активная поверхность частиц УДА и потенциальная возможность управления ее функциональным составом делают этот материал весьма привлекательным для задач гетерогенного катализа, а также в качестве платформы для исследований клеточных процессов в биологии, диагностики и лечения болезней в современной медицине. Вместе с тем, существующая в настоящее время технология получения УДА не обеспечивает необходимую однородность состава и воспроизводимость характеристик данного материала. Основной проблемой практического использования алмазов детонационного синтеза является полифункциональность поверхности, приводящая к неселективности протекающих на ней реакций. В этой связи, актуальной является задача разработки методов получения наноалмазов, поверхностный слой которых содержит функциональные группы преимущественно одного типа. Целью данной работы является изучение влияния вакуумного отжига при различных температурах на структуру и функциональный состав поверхности УДА.

В настоящей работе исследовался порошок марки УДА-СП производства НП ЗАО «Синта» (г. Минск). Очистка шихты УДА от неалмазных примесей производилась в два этапа. Первый заключался в длительной обработке алмазной шихты азотной кислотой в критическом состоянии. На втором этапе проводилась дополнительная кислотно-щелочная обработка порошка ( $\text{NaOH}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), многократная отмывка дистиллированной водой и сушка. Отжиг образцов УДА производился в вакууме (10-2 Па) в течение 1 часа при различных температурах в интервале от 460 до 1050 °С. Охлаждение образцов после отжига осуществлялось вместе с печью. Исходный материал и образцы после вакуумного отжига характеризовались с использованием комплекса методик, включающего методы комбинационного рассеяния света (КРС), ИК-спектроскопии, растровой электронной микроскопии/электронного микрозонда, рентгенодифракционного анализа и электронного парамагнитного резонанса (ЭПР).

На основании результатов исследований растровой электронной микроскопии исходного порошка УДА и порошков после вакуумного отжига при  $T=750$  и  $1050^\circ\text{C}$  установлено, что исходный материал состоит из довольно крупных агрегатов размером несколько микрометров, которые образованы более мелкими частицами размером 40 - 100 нм. Благодаря наличию на поверхности большого количества свободных радикалов, отдельные частицы УДА легко образуют прочные фрактальные кластерные структуры размером несколько десятков нанометров, из которых формируются более крупные вторичные агрегаты [1]. В результате отжига в вакууме при  $T=750^\circ\text{C}$  существенных изменений в структуре не происходит. При  $T=1050^\circ\text{C}$  происходит спекание мелких сферических кластеров в плотные частицы размером до 0,5 мкм. Согласно данным микрозондового анализа исходный образец УДА содержит примесь кислорода (4,5 вес.%), примесь железа (0,14 вес.%), а также следы серы, хлора и кальция. В результате отжига в вакууме с ростом температуры обработки наблюдается снижение содержания кислорода до 2,3 вес.%. Содержание остальных примесей изменяется незначительно.

На дифрактограммах исходного образца наблюдаются широкие симметричные, хорошо описываемые лоренцовскими контурами, дифракционные максимумы при углах  $2\theta=43.9$ ,  $75.3$  и  $91.6$  град., которые соответствуют (111)-, (220)- и (311)-отражениям от решетки типа алмаза с параметром  $a_0=3.568\pm 0.008$  Å. Средний размер наночастиц УДА, определенный по формуле Селякова–Шеррера по полуширине этих линий для всех трех дифракционных максимумов, оказался равным  $L=46\pm 2$  Å. Совпадение среднего размера частиц для разных дифракционных максимумов указывает на то, что уширение дифракционных максимумов связано не с внутренними

напряжениями, а с малым размером частиц. При термообработке порошков УДА в вакууме вплоть до  $T=750$  °С не происходит заметных изменений кристаллографической структуры образцов. Появляется лишь слабо выраженный максимум при  $2\theta=26.1$  град., положение которого хорошо соответствует дифракции на (002)-плоскостях графита. Отжиг при температуре 1050 °С приводит к небольшому снижению интенсивности и уширению соответствующих структуре алмаза дифракционных линий. Такое уширение дифракционных линий свидетельствует об уменьшении размеров частиц алмазного ядра. Линия графита заметно усиливается. Таким образом, температуру 1050 °С по данным рентгено-дифракционного анализа для исследованных порошков УДА можно принять за температуру начала графитизации.

Спектр КРС исходного порошка УДА регистрируется на фоне довольно сильной люминесценции, что характерно для наноструктурированных алмазов [1,2]. Основными особенностями на этом спектре являются: широкая асимметричная полоса с максимумом вблизи 1600 см<sup>-1</sup>, резкий асимметричный пик, центрированный около 1322 см<sup>-1</sup>, на низкочастотном крыле которого выделяется полоса 1230 см<sup>-1</sup>, а также широкая полоса в интервале 400...800 см<sup>-1</sup>. Согласно нашим данным полоса 400...800 см<sup>-1</sup> обусловлена наличием на поверхности частиц УДА адсорбированных молекул воды. Для исходного образца спектр КРС может быть представлен в виде суперпозиции четырех полос с максимумами 1230, 1322, 1420 и 1570 см<sup>-1</sup>. Линия 1322 см<sup>-1</sup> может быть отнесена к колебаниям атомов углерода в решетке алмаза. Сдвиг максимума линии по сравнению с линией 1332 см<sup>-1</sup> алмаза связывается с малым размером алмазных кристаллитов в порошках УДА. Согласно модели фононного конфинмента [2] подобные величины уширения и сдвига линий соответствуют размеру кристаллитов 4-5 нм, что совпадает с данными рентгено-дифракционного анализа. Полоса с максимумом вблизи 1570 см<sup>-1</sup> связана с присутствием в образцах sp<sup>2</sup>-связанного углерода (неалмазная фаза). Полоса 1230 см<sup>-1</sup> имеет неоднозначную интерпретацию, поскольку ее положение совпадает с максимумом функций в плотности состояний как для sp<sup>2</sup>-, так и для sp<sup>3</sup>-связанного углерода. Полоса 1420 см<sup>-1</sup> может быть связана с присутствием в образце нанокристаллического графита. При температуре отжига  $T=470$  °С пик 1322 см<sup>-1</sup>, соответствующий нанокристаллическому алмазу, не претерпевает заметных изменений. Наблюдается лишь незначительное увеличение интенсивности полос 1420 и 1570 см<sup>-1</sup>. Увеличение температуры отжига приводит к монотонному снижению интенсивности пика 1322 см<sup>-1</sup>. При этом положение максимума пика не изменяется. Интенсивности полос 1420 и 1570 см<sup>-1</sup> продолжают увеличиваться. Широкая полоса с максимумом вблизи 1230 см<sup>-1</sup> по-прежнему присутствует в спектре. Эта тенденция сохраняется вплоть до  $T=935$  °С. При более высокой температуре отжига пик, соответствующий нанокристаллическому алмазу, полностью исчезает. Исчезает также и полоса 1230 см<sup>-1</sup>. В спектре начинают доминировать две полосы с максимумами при 1330 и 1585 см<sup>-1</sup>.

Особый интерес представляет изменение эффективности фотолюминесценции УДА в результате вакуумного отжига. В интервале температур 470–750 °С наблюдается усиление люминесценции с ростом температуры отжига. Спектры люминесценции при возбуждении на  $\lambda=532$  нм исходного образца и образца, отожженного при  $T=750$  °С, представляют собой полосу с максимумом ~ 620 нм, положение которой не претерпевает изменений в процессе отжига. В результате вакуумного отжига при  $T=750$  °С происходит усиление люминесценции ~ в 2 раза. При более высоких температурах интенсивность люминесценции начинает снижаться и при  $T=1050$  °С полностью отсутствует.

Следует отметить, что полученный нами спектр люминесценции УДА хорошо совпадает по форме с приведенным в [3] спектром люминесценции аморфной гидrogenизированной углеродной пленки. В работе [4] сделано предположение, что люминесценция возникает в результате излучательной рекомбинации электронно-дырочных пар на локализованных состояниях внутри sp<sup>2</sup>-связанных кластеров. Данное предположение согласуется с наблюдаемым нами в указанном температурном интервале ростом интенсивности полосы 1420 см<sup>-1</sup> в спектрах КРС.

В спектрах ЭПР исходного образца УДА при комнатной температуре измерения регистрируется одиночный сигнал с  $g$ -фактором 2,0019, форма линии которого хорошо описывается уравнением Лоренца. Ширина линии составляет  $\sim 7,7$  Гс. Данная линия характерна для углеродных материалов и соответствует оборванным связям атомов углерода. В результате вакуумного отжига в интервале температур 470–1050 °С не происходит изменения  $g$ -фактора. Вплоть до  $T=750$  °С концентрация парамагнитных центров несколько увеличивается, а ширина линии уменьшается. При более высоких температурах отжига происходит падение концентрации парамагнитных центров, что связано с пассивацией оборванных связей и/или с уменьшением их количества за счет спекания отдельных частиц. Ширина линии сигнала при этом увеличивается вплоть до 10,4 Гс при  $T=1050$  °С, что может являться следствием образования дефектов при спекании частиц.

На основании приведенных выше экспериментальных результатов можно сделать следующие выводы. Вакуумный отжиг при  $T \leq 750$  °С не влияет на структуру алмазных наночастиц порошка марки УДА-СП. При более высоких температурах отжига на поверхности частиц начинается активное образование аморфного  $sp^2$ -связанного углерода. При  $T=1050$  °С наблюдается полная графитизация поверхности УДА. В температурном интервале 650-750 °С по данным ИК-спектроскопии на поверхности УДА наблюдается минимальное количество функциональных групп. Таким образом, с точки зрения очистки поверхности исследованного УДА путем термообработки в вакууме оптимальным представляется температурный интервал 700-750 °С.

#### Список литературы:

1. В.Ю. Долматов. Детонационные наноалмазы. Санкт-Петербург: НПО Профессионал, 2011. - 534 с.
2. А.Е. Алексенский, М.В. Байдакова, А.Я. Вуль и др. Фазовый переход алмаз-графит в кластерах ультрадисперсного алмаза // ФТТ . -1997. - Т.39. - С.1125-1134.
3. V. Goncharov, G. Gusakov, M. Puzyrev, M. Samtsov. Pulsed laser deposition of diamond-like amorphous carbon films from different carbon targets // Publ. Astron. Obs. Belgrade (2010) N89. - P.125-129.
4. J. Robertson. Recombination and photoluminescence mechanism in hydrogenated amorphous carbon // Phys. Rev. B (1996). - V. 53. - P.16302-16305.

**ОСОБЕННОСТИ СИГНАЛОВ ОДНОИМПУЛЬСНОГО СПИНОВОГО ЭХА ЯДЕР  $^{55}\text{Mn}$  ПРИ НАЛИЧИИ ДВУХ СОСТАВЛЯЮЩИХ ФЕРРОМАГНИТНОЙ МЕТАЛЛИЧЕСКОЙ ФАЗЫ В МАНГАНИТАХ**

Колесенко В.М., Русецкий Г.А.

ГО «НПЦ НАН Беларуси по материаловедению»,  
г. Минск, Беларусь, E-mail: koles@physics.by

Интерес к легированным манганитам  $\text{Ln}_{1-x}\text{M}_x\text{MnO}_3$ , где Ln – трехвалентный катион из группы лантаноидов, а M – двухвалентный щелочноземельный металл, например, Ca, Ba или Sr, связан с их интригующими магнитными и электронными свойствами. Благодаря сильной конкуренции между двойными обменными, сверхобменными взаимодействиями ионов  $\text{Mn}^{4+}$ ,  $\text{Mn}^{3+}$  и электрон-фононными взаимодействиями (эффект Яна-Теллера в Mn) в манганитах может возникать большое разнообразие возможных типов магнитных фаз: парамагнитных, ферромагнитных, антиферромагнитных [1].

Эффективным способом исследования магнитных свойств манганитов является метод ядерного магнитного резонанса (ЯМР). В этих материалах были обнаружены линии ЯМР  $^{55}\text{Mn}$  от локализованных ионов  $\text{Mn}^{4+}$ ,  $\text{Mn}^{3+}$  и  $\text{Mn}^{2+}$ , которые соответствуют ферромагнитной изолирующей фазе, и обменная линия  $\text{Mn}^{4+}$ ,  $\text{Mn}^{3+}$ , связанная с ферромагнитной металлической фазой (ФМФ) [2, 3]. Кроме того, было установлено, что в областях с разными локальными характеристиками в большом температурном интервале наблюдается дополнительная фазовая сепарация ФМФ. В частности, эта сепарация проявляется в виде двух линий в спектре ЯМР с частотами 365 и 373,9 МГц и может объясняться изменением величины сверхтонкого взаимодействия и подвижности заряда в соответствующих областях ФМФ [4].

Для регистрации спектра ЯМР  $^{55}\text{Mn}$  образцов  $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_3$  в [4] был использован метод двухимпульсного спинового эха, спектр ЯМР можно также получить с помощью сигналов одноимпульсного эха (ОЭ), которые генерируются в сигнале свободной прецессии (СП) после воздействия одного радиочастотного (РЧ) импульса [5]. Более того, ОЭ позволяет разделить во времени сигналы от двух неоднородно уширенных ядерных подсистем [6]. Следует ожидать, что при наличии сепарации ФМФ в манганитах сигналы ОЭ от двух ядерных подсистем также будут разделяться. В настоящее время свойства сигналов ОЭ, генерирующихся в неоднородно уширенных ядерных двухуровневых системах, хорошо изучены [7]. Однако, особенности сигналов ОЭ при наличии взаимодействия данных подсистем пока не выяснены. Решению этой задачи посвящена настоящая работа.

В рамках изинговского взаимодействия опишем две неоднородно уширенные двухуровневые ядерные подсистемы с центральными частотами переходов  $\omega_{01}, \omega_{02}$  ( $\omega_{01} < \omega_{02}$ ), которые возбуждаются импульсным переменным электромагнитным полем несущей частоты  $\omega$ . Тогда в представлении эффективного спина гамильтониан задачи имеет вид:

$$\hat{H} = \hat{H}_1 + \hat{H}_2 + \hat{H}_{ix}$$

$$\hat{H}_j = \omega_{0j} \hat{S}_{zj} + \frac{\eta_j \omega_1}{2} (\hat{S}_{+j} e^{-i\omega t} + \hat{S}_{-j} e^{i\omega t}) \quad (j=1, 2), \quad \hat{H}_{ex} = k (\hat{S}_{z1} \cdot \hat{S}_{z2}), \quad (1)$$

где  $\omega_1 = \gamma B_1$  – частота Раби;  $\gamma$  – гиромагнитное отношение;  $B_1$  – амплитуда РЧ импульса;  $\eta_{1,2}$  – коэффициенты усиления РЧ поля на ядрах в областях ФМФ;  $k$  – коэффициент, характеризующий величину изинговского взаимодействия;  $\hat{H}_1, \hat{H}_2, \hat{H}_{ix}$  – гамильтонианы первой, второй ядерных подсистем, соответственно, и гамильтониан, описывающий взаимодействие этих подсистем;  $\hat{S}_{zj}, \hat{S}_{+j}, \hat{S}_{-j} \quad j=1, 2$  – операторы эффективного спина.

Используя (1), запишем уравнение движения для операторов эффективных спинов  $\hat{\rho}$ , пренебрегая действием релаксационных процессов:

$$i \frac{\partial \hat{\rho}}{\partial t} = [\hat{\rho}, \hat{H}] \quad (2)$$

Тогда раскрывая коммутаторы (2) и заменяя операторы эффективных спинов соответствующими их средними значениями, получим в первом приближении уравнения для значений эффективных спинов в лабораторной системе координат. Затем, переходя во вращающуюся систему координат, находим уравнения для компонент магнитных дипольных моментов:

$$\begin{aligned} \dot{u}_j &= -\nu_j(\delta_j + \Delta_j + (k\nu_f)/2), \\ \dot{v}_j &= -\omega_1 \eta_j w_j + u_j(\delta_j + \Delta_j + (k\nu_f)/2), \\ \dot{w}_j &= \omega_1 \eta_j v_j, \end{aligned} \quad (3)$$

где  $\delta_j = \omega_{0j} - \omega$ ;  $\Delta_j = \omega_{ni} - \omega_{0i}$ ;  $\omega_{nj}$  – частота прецессии отдельного спинового пакета неоднородно уширенного спектроскопического перехода ЯМР  $j$  – ой области ФМФ;  $f = j - (-1)^j$ ;  $j = 1, 2$ .

Решая численно систему из шести уравнений (3), находим  $u_1$  и  $u_2$  – сигналы ЯМР поглощения ядерных подсистем. Далее, усредняем эти сигналы по форм-факторам неоднородно уширенных линий и вычисляем сигнал СП в ФМФ манганитов  $\langle v(t) \rangle = \langle v_1(t) \rangle + \langle v_2(t) \rangle$  (рис. 1). Данный сигнал возбуждается РЧ импульсом, Спектр которого намного уже спектральных линий ядерных подсистем ( $\sigma t_1 \gg 1$ , где  $\sigma$  – полуширина неоднородного уширения ядерных подсистем,  $t_1$  – длительность РЧ импульса). Поскольку  $\delta_1 < \delta_2$ , то в 1 – ой подсистеме возбуждается большее число ядер, чем во 2-ой подсистеме. По этой причине амплитуда сигнала ОЭ от 1 – ой ядерной подсистемы, генерирующегося раньше по времени относительно другого сигнала ОЭ, больше по сравнению с амплитудой сигнала ОЭ от 2 – ой подсистемы (рис. 1а). Поведение, приведенного на рисунке 1а сигнала СП, рассчитанного при  $k=0$ , хорошо коррелирует с динамикой такого же сигнала, аналитически описанного [7] и экспериментально наблюдаемого на протонах в толуоле [8]. По мере увеличения взаимодействия между ядрами Mn 1-ой и 2-ой подсистем, усиливается влияние их колебаний друг на друга, приводящее к дополнительному сдвигу фазы этих осцилляций.

При этом более сильные колебания 1-ой подсистемы будут вызывать более сильный разброс фаз слабых осцилляций 2-ой подсистемы. Вследствие этого, с увеличением взаимодействия между ядерными подсистемами амплитуда более слабого из двух формирующихся сигналов ОЭ уменьшается быстрее до полного ее гашения (рис. 1с).

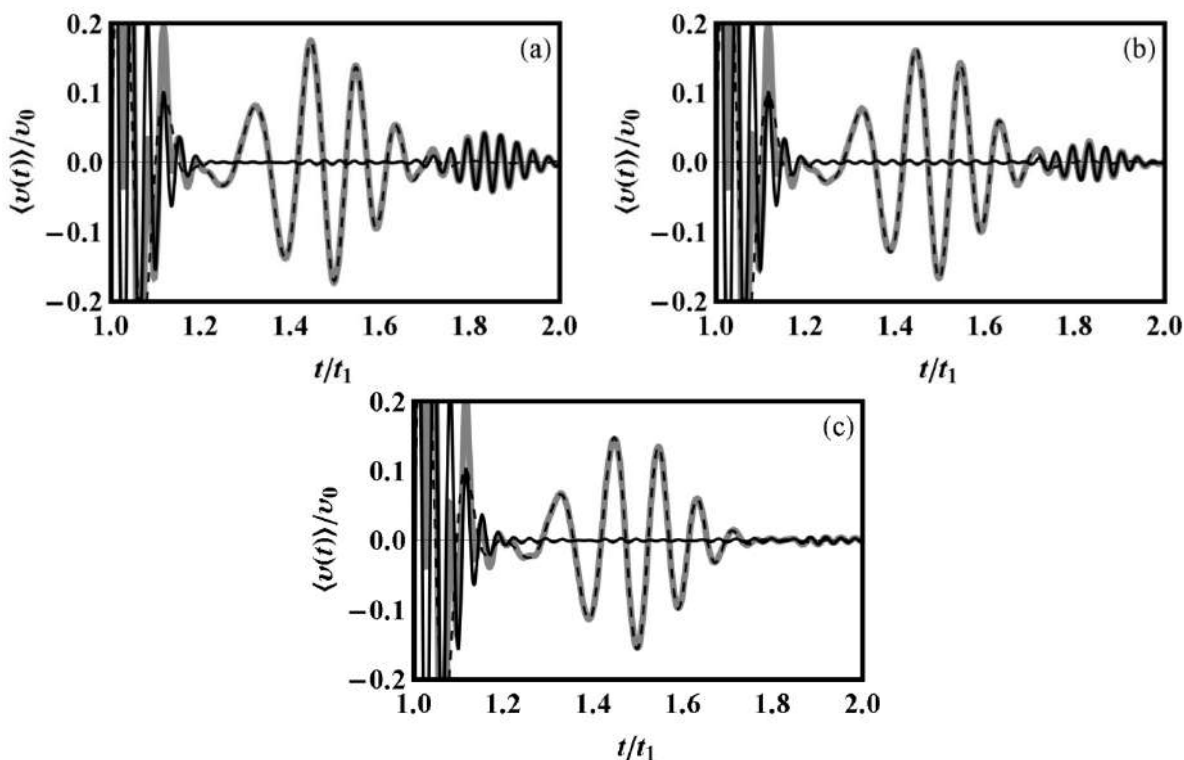


Рисунок 1— Сигнал свободной прецессии от двух ядерных систем (серая сплошная линия), от 1 – ой системы (сплошная черная линия) и от 2 – ой системы (пунктирная черная линия) в ФМФ в манганитах при  $\omega_1 \eta_{1,2} = 35\pi$ ;  $\delta_1 t_1 = 61$ ;  $\delta_2 t_1 = 174$ ;  $\sigma t_1 = 51$ ;  $k t_1 v_0 = 0$  (a); 4 (b); 8 (c), где  $v_0$  – равновесная результирующая намагниченность ядерных подсистем.

Таким образом, в манганитах с увеличением взаимодействия между ядерными подсистемами двух компонент ферромагнитной металлической фазы в сигнале свободной прецессии, генерирующегося после воздействия радиочастотного импульса, амплитуда более слабого из двух формирующихся сигналов одноимпульсного эха уменьшается быстрее до полного ее гашения.

Работа выполнена при финансовой поддержке Белорусского республиканского фонда фундаментальных исследований (проект Ф16МС-013). Авторы выражают благодарность за ценные советы при подготовке работы А.П. Сайко и Г.Г. Федоруку.

#### Список литературы:

1. С. Зенер. Phys. Rev. 82, 403 (1951).
2. G.J. Tomka, P.C. Riedi, Cz. Kapusta et al. J. Appl. Phys. 83, 7151 (1998).
3. М.М. Савоста, В.Д. Дорошев, В.И. Каменев и др. ЖЭТФ 124, 633 (2003).
4. А.С. Мазур. ФТТ 54, 2089 (2012).
5. В.С. Кузьмин, В.М. Колесенко ЖПС 79, 411 (2012).
6. В.С. Кузьмин, В.М. Колесенко. ЖПС 68, 367 (2001).
7. В.С. Кузьмин, И.З. Рутковский, А.П. Сайко, А.Д. Тарасевич, Г.Г. Федорук. ЖЭТФ 97, 880 (1990).
8. R. Kaiser. J. Magn. Res. 42, 103 (1981).

**ЭЛЕКТРОМАГНИТНАЯ ДИАГНОСТИКА ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ  
ПОСРЕДСТВОМ ИЗМЕРЕНИЯ ИНТЕНСИВНОСТИ  
ОТРАЖЕННОГО И ПРОХОДЯЩЕГО ИЗЛУЧЕНИЯ**

**Сердюк В.М., Титовицкий И.А.**

*Институт прикладных физических проблем имени А. Н. Севченко  
Белорусского государственного университета,  
г. Минск, Беларусь, E-mail: serdyukvm@bsu.by*

Электромагнитная диагностика представляет собой метод исследования и тестирования диэлектрических материалов по измерению их комплексной диэлектрической проницаемости. Последняя подвержена сильному влиянию многих физических параметров состояния вещества, например, концентрации различных компонент в его составе, плотности, наличию дефектов структуры и т.д., и эти параметры можно установить по известной комплексной проницаемости либо теоретическими методами, либо экспериментальным методом калибровки (см., напр., [1]). Одна из проблем электромагнитной диагностики состоит в том, что здесь диэлектрическая проницаемость, строго говоря, не измеряется непосредственно, а устанавливается косвенным образом по измерению параметров взаимодействующего электромагнитного излучения: интенсивности и фазы. Существуют различные методы определения комплексной диэлектрической проницаемости вещества, которые используют самые разные методики измерения параметров тестирующего поля [2], однако наиболее простой и универсальной схемой применения электромагнитного метода является обычная схема на просвет и отражение, когда тестируемый материал в виде плоского слоя помещается перед источником излучения, а искомые параметры материала определяются по измерениям интенсивности и фазы отраженного и (или) прошедшего пучков. Схему тестирования на просвет и отражение используют эллипсометрические методы определения диэлектрической проницаемости [3], которые относятся к числу наиболее точных и распространенных. Однако погрешность этих методов возрастает с уменьшением поглощения в тестируемой среде [4]; кроме того, они явно используют фазовую информацию об отраженном и преломленном поле. В связи с этим возникает вопрос о возможности определения диэлектрической проницаемости только по измерениям энергетических коэффициентов отражения и прохождения без использования какой-либо фазовой информации. Это позволило бы снизить требования по когерентности источников и расширить возможности электродинамического метода тестирования материалов. В данной работе теоретически обосновывается возможность определения комплексной диэлектрической проницаемости по измерениям интенсивности тестирующих полей.

Будем исходить из известных выражений для коэффициентов отражения и прохождения диэлектрического слоя для двух ортогональных поляризации электромагнитного поля  $H$  и  $E$ , электрический вектор которых соответственно ортогонален и параллелен плоскости падения пучка на слой [5]. Они могут быть записаны в виде:

$$R_{H,E} = -iP_{H,E}T_{H,E} \sin(k\gamma h) \quad T_{H,E} = [\cos(k\gamma h) - iQ_{H,E} \sin(k\gamma h)]^{-1} \quad (1)$$

где  $h$  – толщина среды,

$$P_{H,E} = (\varepsilon^{2\nu} \alpha^2 - \gamma^2) / (2 \varepsilon^\nu \alpha \gamma); \quad Q_{H,E} = (\varepsilon^{2\nu} \alpha^2 + \gamma^2) / (2 \varepsilon^\nu \alpha \gamma),$$

величина  $\nu$  считается равной нулю для  $H$ -поляризации распространяющегося поля и единице для  $E$ -поляризации,  $\varepsilon$  – комплексная диэлектрическая проницаемость,  $k$  – волновое число ( $k=2\pi/\lambda$ ,  $\lambda$  – длина волны излучения),  $\gamma=(\varepsilon-\beta^2)^{1/2}=(\varepsilon-1+\alpha^2)^{1/2}$  – параметр нормального распространения проходящего пучка внутри диэлектрического слоя,  $\alpha$  и  $\beta$  – параметры нормального и тангенциального распространения тестирующего пучка в окружающей среде (воздухе), причем  $\alpha=\cos\varphi$  и  $\beta=\sin\varphi$ , где  $\varphi$  – угол падения пучка на слой. Практика показывает, что формулы (1), как и формулы Френеля [5], на основе которых они получены, справедливы не только для когерентных

плоских волн, но и для пучков электромагнитного излучения с нешироким спектром временных и пространственных частот; только в этом случае в качестве параметров распространения волны нужно использовать соответствующие эффективные параметры пучка.

Пусть каким-либо образом измерены энергетические коэффициенты отражения  $|R_{H,E}|^2$  и прохождения  $|T_{H,E}|^2$  плоского диэлектрического слоя для двух ортогональных  $H$ - и  $E$ -поляризаций тестирующего пучка (квадраты модулей величин (1)). Угол падения пучка  $\varphi$  и его параметры распространения  $\alpha$  и  $\beta$ , считаются известными. Требуется определить вещественную и мнимую части комплексной диэлектрической проницаемости слоя  $\varepsilon$ . Кроме того, неизвестной может быть и его толщина  $h$ .

Удобнее рассматривать не сами коэффициенты  $|R_{H,E}|^2$  и  $|T_{H,E}|^2$ , а производные от них величины  $U_{H,E}=|R_{H,E}|^2|T_{H,E}|^2$  и  $V_{H,E}=|T_{H,E}|^{-2}$ , которые можно считать заданными. Из первого уравнения (1) следует, что  $U_E/U_H=|P_E|^2|P_H|^2$ , откуда получается приближенное выражение

$$\varepsilon_R = \beta^2 (\alpha^4 U_H - U_E)^{-1} (\alpha^2 U_H \pm \sqrt{U_H U_E}) \quad (2)$$

Оно определяет вещественную часть диэлектрической проницаемости  $\text{Re}\varepsilon \approx \varepsilon_R$  с точностью до членов порядка второй степени малости по ее мнимой части  $\text{Im}\varepsilon$  (при  $\text{Re}(R_E T_H / R_H T_E) > 0$  перед квадратным корнем в выражении (2) следует брать знак минус, а при  $\text{Re}(R_E T_H / R_H T_E) < 0$  – знак плюс; последний случай будет иметь место всегда для диэлектриков с  $\text{Re}\varepsilon > 1$ , если угол падения меньше  $45^\circ$ ). Для прозрачной среды ( $\text{Im}\varepsilon = 0$ ) формула (2) определяет точное значение диэлектрической проницаемости. В такой среде должны иметь место соотношения:  $1 + U_{H,E} - V_{H,E} = 0$ , которые представляют собой одну из форм записи закона сохранения энергии для каждой из двух поляризаций в слое без потерь. Если же эти соотношения не выполняются, то мнимая часть проницаемости  $\text{Im}\varepsilon$  отлична от нуля, и для ее определения необходимо привлекать дополнительные уравнения. В качестве таковых можно использовать соотношения для квадратов модулей коэффициентов прохождения  $T_{H,E}$  (1). Выполняя простые преобразования с этими уравнениями, можно вывести простые соотношения для определения мнимой части проницаемости и толщины тестируемого слоя. Эти соотношения получены в приближении до членов второго порядка малости по  $\text{Im}\varepsilon$  для двух случаев, когда данная толщина неизвестна и когда она заранее определена из независимых измерений. Они позволяют решить поставленную задачу.

Возможность применения данного метода на практике проверялась с помощью математического моделирования, когда в качестве измеряемых величин использовались результаты вычисления энергетических коэффициентов отражения и прохождения двух ортогональных  $H$ - и  $E$ -поляризаций с помощью формул (1) для заданных значений комплексной диэлектрической проницаемости. На рисунке 1 показаны результаты такого математического моделирования для слоя толщиной  $h = 1.75\lambda$ , когда угол падения составляет  $\varphi = 30^\circ$ . Здесь приведены относительные погрешности  $\Delta$  определения вещественной и мнимой частей комплексной диэлектрической проницаемости слоя, которые высчитывались по формуле:  $\Delta(f) = |(f_{\text{calc}}/f_{\text{ini}}) - 1|$ , где  $f_{\text{ini}}$  – исходное (заданное) значение  $\text{Re}\varepsilon$  или  $\text{Im}\varepsilon$ , а  $f_{\text{calc}}$  – вычисленное значение данной величины, которое определялось согласно предлагаемому методу.



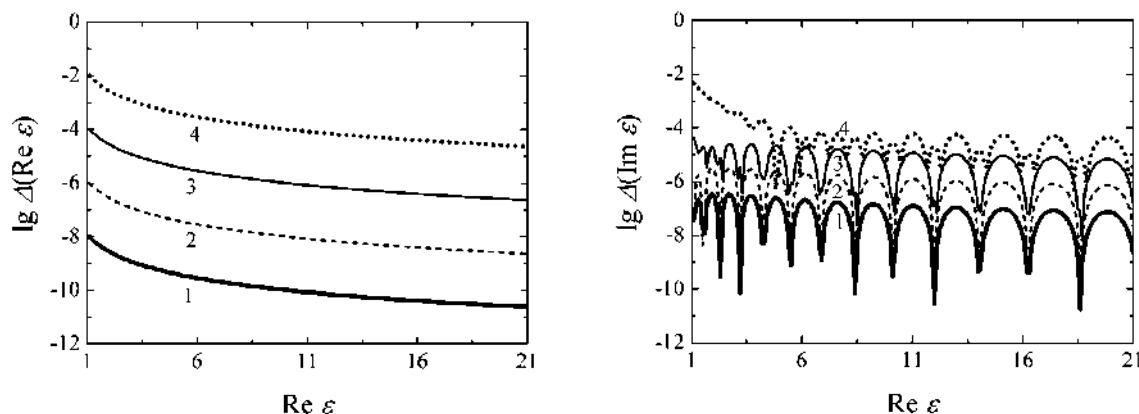


Рисунок 1 – Относительная погрешность определения вещественной (слева) и мнимой (справа) части комплексной диэлектрической проницаемости плоского слоя как функция задаваемой вещественной части  $\text{Re } \epsilon$  при различных значениях исходной мнимой части  $\text{Im } \epsilon = 10^{-4}$  (1);  $10^{-3}$  (2);  $10^{-2}$  (3);  $10^{-1}$  (4).

Оказалось, что точность определения мнимой части проницаемости при заданной толщине слоя (на рисунке) много выше, чем в случае, когда она неизвестна: в первом случае  $\text{Im } \epsilon$  вычисляется с точностью до 4 знаков и выше, а во втором случае надежно определяются только первые два-три знака. Точность определения самой толщины слоя оказывается еще ниже: в среднем всего два знака. В общем и целом результаты математического моделирования показывают, что предлагаемый алгоритм позволяет достичь высокой точности определения проницаемости, до пяти-шести знаков и более, при малых значениях ее мнимой части  $\text{Im } \epsilon$ , порядка  $10^{-4}$ – $10^{-3}$ , тогда как с увеличением потерь до  $\text{Im } \epsilon = 10^{-1}$  точность определения искомых величин падает до двух-трех знаков, а то и еще меньше. Этим предлагаемый метод отличается от эллипсометрического метода определения комплексной диэлектрической проницаемости, точность которого наоборот снижается с уменьшением величины потерь до нуля. Указанная точность зависит также и от вещественной части проницаемости  $\text{Re } \epsilon$ . Наименьшая ее величина наблюдается, когда  $\text{Re } \epsilon$  близко к единице, но с ростом данной величины до 20 единиц точность повышается на один-два порядка.

#### Список литературы:

1. Kupfer K. (ed.) *Electromagnetic Aquametry. Electromagnetic Wave Interaction with Water and Moist Substances*. – Berlin: Springer, 2005. – 530 pp.
2. Singh S. *Refractive index measurement and its applications // Physica Scripta*. – 2002. – Vol. 65, No. 2. – P. 167–180.
3. Аззам Р., Башара Н. *Эллипсометрия и поляризованный свет*. – М.: Мир, 1981. – 584 с.
4. Кизель В. А. *Отражение света*. – М.: Наука, 1973. – С. 262.
5. Борн М., Вольф Э. *Основы оптики*. – М.: Наука, 1973. – С. 54–78.

**ПЕРСПЕКТИВЫ РАБОТ В ОБЛАСТИ  
УЛЬТРАЗВУКОВОЙ СВАРКИ МЕТАЛЛОВ**

**Петушко И.В.**

*Общество с ограниченной ответственностью  
«Ультразвуковые технологии и оборудование» (ООО «УЗТО»),  
г. Санкт-Петербург, Россия, E-mail: petushko51@yandex.ru*

УЗ сварка металлов является экологически чистым высокопроизводительным и уникальным способом создания неразъемных соединений. При ультразвуковой сварке металлов сварочный наконечник совершает колебания, направленные вдоль свариваемых поверхностей. Сварочное усилие, создаваемое с помощью привода, например, пневматического, обеспечивает надёжный акустический контакт между верхней деталью и наконечником. Относительное перемещение деталей между собой под действием сварочного усилия приводит к возникновению силы трения. За счёт этой силы первоначально происходит смятие основных неровностей металлов в зоне контакта, образование узлов схватывания, в которых стираются поверхностные плёнки, и под действием температуры и больших давлений образуются металлические связи. УЗ сварка металлов относится к холодным экологически чистым сваркам. Возможности этого вида сварки по сравнению с традиционными методами, имеет ряд преимуществ, что позволяет осуществить точечную и шовную сварку как однородных, так и разнородных разнотолщинных черных и цветных металлов, без расплавления основного материала и предварительного снятия поверхностных окисных пленок. Сварка происходит при низких температурах, что обеспечивает экологическую чистоту процесса.

Её областями эффективного применения являются автомобильная, авиационная, электронная, электротехническая и др. отрасли промышленности, например, при изготовлении микросхем и других полупроводниковых приборов, электролитических конденсаторов, трансформаторов, реле, тепловых радиаторов, электрических предохранителей и т.д.

Ультразвуковая сварка металлов является перспективным направлением и в настоящее время, несмотря на ее особую чувствительность к дестабилизирующим факторам. Многие разработчики и производственники проявляют к ней повышенный интерес.

В последнее время появилась потребность в новых технологических процессах, таких как:

- герметичная заварка концов медных трубок холодильных агрегатов (рис.1);
- сварка выводов литий-ионных аккумуляторов. Выводы представляет собой пакет, состоящий из более чем 200 алюминиевых или медных фольг, которые необходимо сварить между собой точечной ультразвуковой сваркой. При этом площадь сварочного пятна должна быть максимальна для обеспечения малого сопротивления сварной точки.
- шовная сварка медных трубок с листами при производстве солнечных радиаторов;
- сварка многожильных проводов, например в автомобильной проводке, сварка плетеных кос из медных проводов малого сечения для конструкций мягких электрических заземлений.
- сварка алюминиевых или титановых сотопакетов из фольг для производства конструкционных панелей различного вида транспорта. Особенно это актуально для летательных аппаратов.



Рисунок 1 – Образцы медных трубок, герметично заваренных ультразвуковой сваркой

ООО «Ультразвуковые технологии и оборудование» постоянно совершенствует выпускаемое оборудование для ультразвуковой сварки и разрабатывает новое, ориентируясь на эти новые для этого вида сварки изделия.

На рисунке 2 представлен внешний вид машины с ручным приводом для сварки автомобильных предохранителей

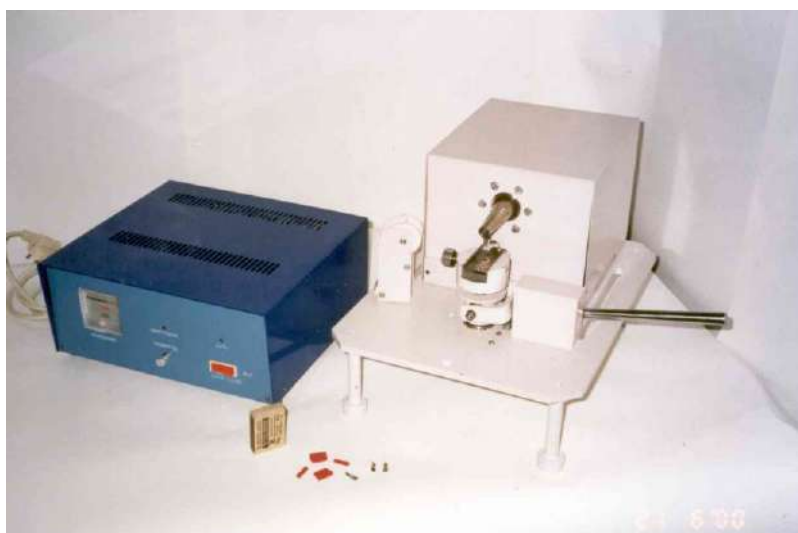


Рисунок 2 – Внешний вид ультразвуковой сварочной машины типа УЗСМ1-0,1/22

Машина включает в себя технологическое устройство с пьезоэлектрическим преобразователем и ультразвуковой генератор типа УЗГ 13-0,1/22 с плавной регулировкой мощности. Генератор имеет систему автоматической подстройки частоты вслед за изменяющейся частотой механического резонанса сварочной системы и систему автоматической стабилизации амплитуды механических колебаний сварочного инструмента.

Оборудование внедрено в производство изготовления автомобильных предохранителей для сварки металлических нитей.



Рисунок 3 – Внешний вид шовной ультразвуковой сварочной машины типа МШУ1-0,1/22

Машина шовная ультразвуковая МШУ1 – 0,1/22 состоит из технологического устройства и ультразвукового генератора УЗГ13-0,1/22 с плавной регулировкой выходной мощности.

Технологическое устройство служит для ввода ультразвуковых колебаний в зону сварки и обеспечения заданного режима сварки. Собственно технологическое устройство (рис. 3) состоит из стола, на котором сверху (на плите) размещены: вращающаяся сварочная головка, состоящая из преобразователя и рабочего инструмента. Ультразвуковой генератор расположен на боковой полке стола.

Под плитой находятся электродвигатель, механизмы, передающие движение прижимному ролику (вращение противоположное вращению волновода) и пневмопривод для прижима ролика к рабочей кромке инструмента. Свариваемые материалы устанавливаются на подставку между прижимным роликом и рабочим инструментом. Приборы управления расположены на лицевых панелях стола.

Машина имеет систему автоматической подстройки частоты вслед за изменяющейся частотой механического резонанса сварочной системы и систему автоматической стабилизации амплитуды механических колебаний сварочного инструмента.

По вопросам разработки технологии и приобретения ультразвукового оборудования обращаться по адресу: 192288, Санкт-Петербург, Софийская улица, д. 66, лит А; телефон/факс: +7 (812) 309-20-41, ООО «УЗТО». E-mail: petushko51@yandex.ru, www.petsonic.ru

**Список литературы:**

1. Петушко И.В. Оборудование для ультразвуковой сварки -СПб: «Андреевский издательский дом», 2007.- 166 с.

**О МОНОСЛОЙНОМ СОСТОЯНИИ ЗЕРНОГРАНИЧНЫХ СЕГРЕГАЦИЙ  
МОЛИБДЕНА В МЕДИ**

**Глущенко М.А., Соболев О.В., Зозуля Э.В., Зеленская Г.И., Зубков А.И.**  
*Национальный технический университет «Харьковский политехнический институт», г. Харьков, Украина, E-mail: maglushchenko@gmail.com*

Одним из факторов, влияющих на свойства металла, являются зернограничные сегрегации атомов легирующих элементов, примесей и модификаторов, которые могут оказывать сильное воздействие на процессы формирования структуры, прочностные, физико-химические свойства и термическую стабильность. Их структурно-фазовое состояние связано с процессами адсорбции на межфазных и межзеренных границах раздела, которые имеют общие закономерности со свободными поверхностями. Это направление исследований приобрело особую актуальность в связи с разработкой наноструктурных термически стабильных металлов, имеющих большую удельную площадь внутризеренных границ раздела.

Вместе с тем, в настоящее время имеется ограниченное количество работ, посвященных изучению состояния адсорбционных слоев на границах зерен матричных металлов. В этой связи целью данной работы явилось исследование влияния молибдена на процессы формирования структуры двухкомпонентных вакуумных конденсатов Cu-Mo.

Объектами исследований служили фольги толщиной до 50 мкм, отделенные от неориентирующих подложек полученные электронно-лучевым испарением из различных источников в вакууме с остаточным давлением  $\sim 10^{-3}$  Па. Варьировали температуру подложки, скорости осаждения меди и молибдена. Содержание молибдена в конденсатах изменяли в диапазоне от 0,1 до 1,7 ат. % и контролировали рентгеноспектральным методом.

Структуру изучали просвечивающей электронной микроскопией и рентгеновской дифрактометрией.

Особенностью системы Cu-Mo является отсутствие химических соединений и взаимной растворимости компонентов при равновесных условиях.

Обнаружено, что при содержании молибдена до  $\sim 0,5$  ат. % происходит снижение размера зерна медной матрицы более чем на порядок. Концентрационные зависимости  $L-f(C, \text{ ат. \% Mo})$  для разных технологических условий получения конденсатов имеют одинаковый характер [1]. Типичная зависимость представлена на рисунке 1, кривая 1.

На электронно-микроскопических изображениях структуры бинарных конденсатов Cu-Mo с концентрацией молибдена, соответствующей ниспадающей ветви зависимости размера зерна, не было обнаружено признаков второй фазы (рис. 2). Зеренная структура характерна для рекристаллизованного состояния. Период ГЦК решетки медной матрицы при таких концентрациях соответствует значению характерному для однокомпонентного конденсата меди (рис. 1, кривая 2). Таким образом, отсутствие второй фазы и твердого раствора дает основание полагать, что молибден сосредоточен в границах зерен, а снижение размера зерна связано с процессами адсорбции его атомов на поверхности зерен меди, тормозящих их рост при формировании конденсата.

Повышение концентрации Mo приводит к выходу кривой  $L-f(C, \text{ ат. \% Mo})$  на пологий участок и перераспределению его атомов между границами зерен, твердым раствором и частицами второй фазы, о чем свидетельствует увеличение периода решетки меди и появление дифракционных рефлексов на электронограммах и частиц молибдена на светло- и темнопольных электронно-микроскопических изображениях.

Подобные явления были обнаружены в двухкомпонентных системах Cu-Ta [2], Fe-W [3], Al-Fe [4].

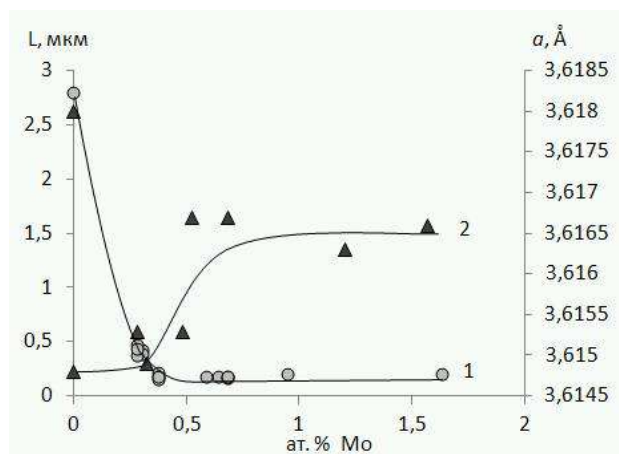


Рисунок 1 – Концентрационные зависимости размера зерна (1) и периода кристаллической решетки меди (2)

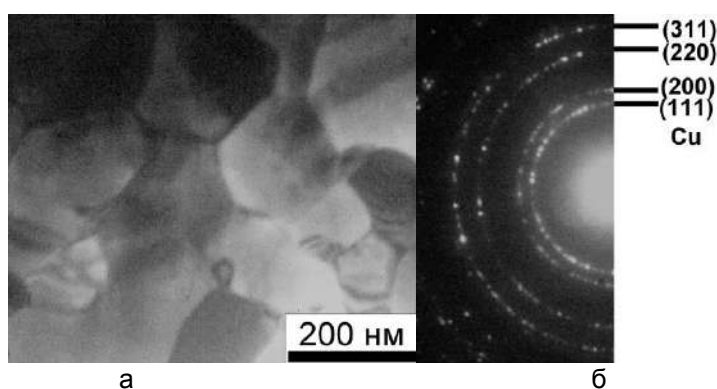


Рисунок 2 – Электронно-микроскопические изображения структуры вакуумных конденсатов Cu-0,28 ат. % Мо: а – светлопольное изображение, б – электронограмма

В работе были проведены оценки адсорбционной емкости границ зерен конденсатов, соответствующих ниспадающим ветвям зависимостей  $L-f(C, \text{ ат. \% Мо})$ , как по методике, приведенной в работе [3], так и с учетом площадей адсорбционных ячеек для плоскостей (110), которая составляет  $9,25 \cdot 10^{-2} \text{ нм}^2$  [2]. Полученные результаты незначительно различаются между собой (рис. 3).

Монослойные зернограницные сегрегации молибдена в меди являются причиной высоких прочностных свойств и термической стабильности нанокристаллического состояния конденсатов Cu-Mo [5].

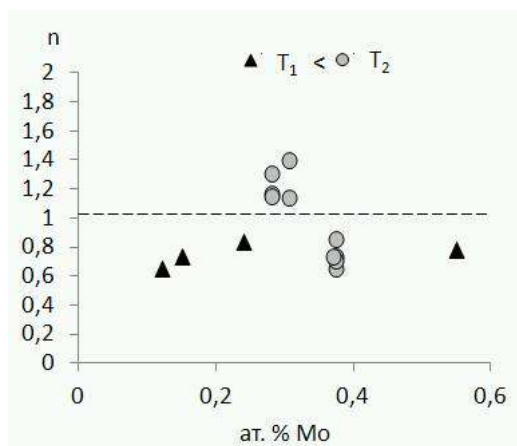


Рисунок 3 – Адсорбционная емкость границ зерен меди (n) для молибдена (в монослоях)

### Выводы

1. Обнаружено, что легирование конденсатов меди молибденом до ~ 0.5 ат.% приводит к снижению размера зерна более чем на порядок.

2. При конденсации паровой смеси атомов меди и молибдена происходит распределение атомов молибдена между адсорбционным слоем на поверхности растущих зерен меди, пересыщенным раствором и частицами второй фазы.

3. Совокупность экспериментальных данных и теоретических оценок позволяет объяснить модифицирующее действие молибдена на структуру конденсатов меди формированием атомами молибдена зернограничных сегрегаций в виде моноатомных слоев. Монослойный характер адсорбционных слоев, предполагающий сильные межатомные связи между атомами молибдена и меди, обуславливает высокую термическую стабильность исходной нанодисперсной структуры двухкомпонентных вакуумных конденсатов Cu-Mo.

### Список литературы:

1. Зубков А.И., Глуценко М.А. Структура вакуумных псевдосплавов Cu-Mo. Влияние концентрации молибдена и условий конденсации // Вестник НТУ «ХПИ». - 2012. -С. 186-189.

2. Зубков А.И., Зубарев Е.Н., Соболев О.В., Глуценко М.А., Луценко Е.В. Структура вакуумных конденсатов Cu-Ta // ФММ. -2017. -№2. -С. 1-7.

3. Бармин А.Е., Соболев О.В., Зубков А.И., Мальцева Л.А. Модифицирующее влияние вольфрама на вакуумные конденсаты железа // ФММ. -2015. -№4. -С. 70-86.

4. Луценко Е.В., Соболев О.В., Зубков А.И. О модифицирующем влиянии железа на вакуумные конденсаты алюминия // Журнал нано- и электронной физики. -2015.-Т. 7, № 3. -С. 03042(4pp).

5. Глуценко М.А., Луценко Е.В., Соболев О.В., Зубков А.И. Термическая стабильность структуры и свойства вакуумных псевдосплавов на основе меди и алюминия // Вестник Тамбовского университета. Сер.: Естественные и технические науки. -2016. -Т. 21, вып. 3. -С. 933-935.

## **О ВЕЛИЧИНЕ КОЭФФИЦИЕНТА ХОЛЛА-ПЕТЧА ДЛЯ ВАКУУМНЫХ КОНДЕНСАТОВ НА ОСНОВЕ МЕДИ**

**Глущенко М.А., Соболев О.В., Субботин А.В., Зеленская Г.И., Зубков А.И.**  
*Национальный технический университет «Харьковский политехнический институт», г. Харьков, Украина, E-mail: maglushchenko@gmail.com*

Достижимый уровень прочностных свойств металлических материалов обусловлен совместным влиянием нескольких упрочняющих факторов: твердорастворного, дисперсного, дислокационного, зернограничного. Последний из них играет особую роль для наноструктурного состояния.

Влияние размера зерна на прочность поликристаллических материалов описывается зависимостью Холла-Петча, на которую оказывают влияние величина зерна, технология получения металла, химическая чистота, состояние границ зерен и т.д. Вместе с тем, влиянию зернограничных сегрегаций, их строению, физико-химическим свойствам сегрегирующего вещества посвящены единичные исследования [12, 13]. В этой связи целью данной работы явилось изучение влияния зернограничных сегрегаций атомами кобальта, молибдена и тантала на структурное состояние, прочностные свойства и зависимости Холла-Петча для конденсатов на основе меди.

Объектами исследований являлись однокомпонентные конденсаты Cu и двухкомпонентные Cu-Co, Cu-Mo и Cu-Ta в виде фольг толщиной до 50 мкм, которые получали путем испарения компонентов из различных источников и последующей конденсацией смесей их паров на неориентирующих подложках в вакууме  $\sim 10^{-3}$  Па. Концентрацию легирующих элементов (С) варьировали в диапазоне от 0,1 до 2 ат. % и контролировали рентгеноспектральным методом. Структуру изучали рентгеновской дифрактометрией и просвечивающей электронной микроскопией. Прочностные свойства определяли в режиме активного растяжения.

Отметим, что молибден и тантал не имеют растворимости в меди ни в жидком, ни в твердом состояниях, кобальт ограниченно растворим в твердом и неограниченно - в расплаве меди. Во всех бинарных системах отсутствуют химические соединения.

На рисунке 1 представлены концентрационные зависимости физического предела текучести ( $\sigma_T$ ) изучаемых конденсатов бинарных систем Cu-Co, Cu-Mo, Cu-Ta. Как следует из представленных данных, на экспериментальных зависимостях для конденсатов Cu-Mo и Cu-Ta наблюдается два участка: до содержания легирующего элемента  $\sim 0,7$  и  $0,4$  ат. %, соответственно, наблюдается сильный рост предела текучести, при дальнейшем повышении концентрации зависимости выходят на насыщение. Видно, что максимальное упрочнение оказывает тантал, минимальное – кобальт.

Для объяснения полученных результатов были проведены исследования структуры этих объектов и получены концентрационные зависимости размера зерна ( $L$ ) (рис. 2). Из приведенных данных следует, что при концентрациях кобальта, молибдена и тантала до  $\sim 1,5$ ,  $0,55$  и  $0,4$  ат. %, соответственно, происходит резкое снижение величины зерна до субмикро- и нанометровой размерности с последующим выходом на пологий участок. При этом в образцах с концентрациями, соответствующими ниспадающим ветвям зависимостей  $L-f(C, \text{ ат. \%})$  не образуется вторая фаза (рис. 3), а период решетки соответствует периоду ГЦК кристаллической решетки меди.



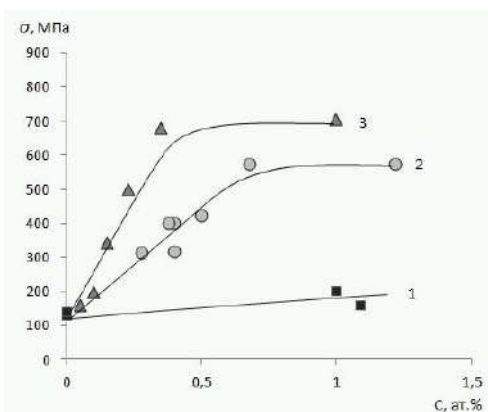


Рисунок 1 – Концентрационные зависимости предела текучести для вакуумных конденсатов Cu-Co (1), Cu-Mo (2), Cu-Ta (3)

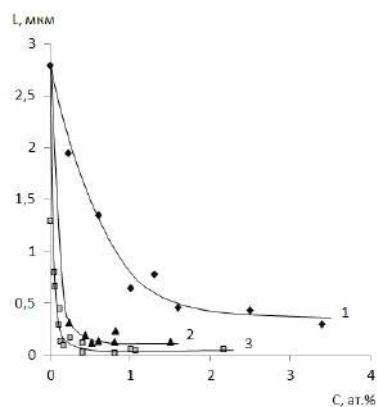


Рисунок 2 – Зависимости размера зерна медной матрицы от концентрации кобальта (1), молибдена (2), тантала (3)

Таким образом, основной прирост предела текучести происходит при тех концентрациях легирующих элементов, при которых наблюдается существенное снижение размер зерна.

Структура конденсатов с концентрацией легирующих элементов, соответствующих пологим участкам зависимостей  $L - f(C)$ , является двухфазной (рис. 4). Сначала на границах зерен, а затем по мере увеличения концентрации легирующих элементов и в объеме зерен меди появляются частицы кобальта, молибдена и тантала. При этом наблюдается также увеличение периода кристаллической решетки меди, что указывает на образование пересыщенных растворов кобальта, молибдена и тантала в меди.

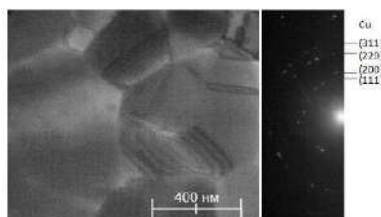


Рисунок 3 – Электронно-микроскопические изображения структуры конденсатов Cu-Mo, соответствующие ниспадающей ветви зависимости  $L - f(C)$

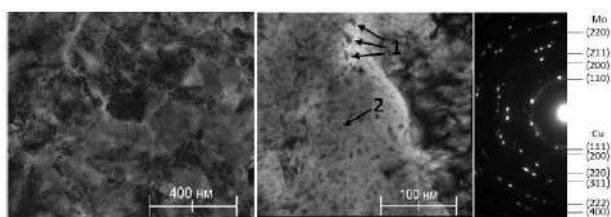


Рисунок 4 – Электронно-микроскопические изображения структуры конденсатов Cu-Mo, соответствующие горизонтальному участку зависимости  $L - f(C)$ : 1 – частицы Mo на границах зерен меди, 2 – в объеме зерна

На рисунке 5 представлены зависимости Холла-Петча для предела текучести ( $\sigma_T$ ) однокомпонентной меди и конденсатов Cu-Co, Cu-Mo и Cu-Ta. Для конденсатов меди величина коэффициента  $k$  составляет  $0,117 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$ , легирование конденсатов меди повышает значения этого параметра для Cu-Mo и Cu-Ta до значений  $0,21$  и  $0,37 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$  соответственно, а для Cu-Co эта величина составляет  $0,09 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$ . Необходимо отметить, что все образцы двухкомпонентных конденсатов получены в одинаковых технологических условиях, а размер зерна медной матрицы изменяли варьированием содержания легирующих элементов, находящихся в границах зерен.

Теоретические оценки адсорбционной емкости границ зерен для конденсатов Cu-Mo и Cu-Ta показали, что количество атомов легирующих элементов, содержащихся на границах, достаточно для покрытия границ зерен  $\sim 1$  монослоем. Для кобальта эта величина на порядок больше.

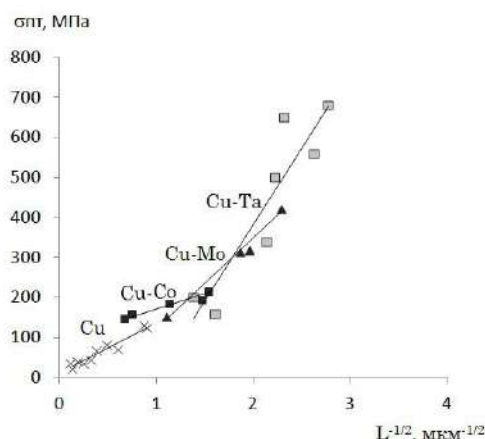


Рисунок 5 – Зависимости Холла-Петча для конденсатов Cu, Cu-Co, Cu-Mo, Cu-Ta

Полученные результаты являются экспериментальным подтверждением теоретических представлений [3], предсказывающих увеличение когезионной прочности границ зерен матричного металла с увеличением температуры плавления сегрегирующего вещества и разницы их атомных размеров с матричным металлом.

#### Выводы:

1. Установлено, что легирование конденсатов меди кобальтом, молибденом и танталом снижает величину зерна медной матрицы до субмикро- и нанометровой размерности. Эффективность диспергирования зеренной структуры конденсатов меди увеличивается по мере роста температуры плавления легирующего элемента.

2. Показано, что наклон зависимости Холла-Петча для конденсатов Cu-Mo и Cu-Ta повышается, а для Cu-Co остается неизменным по сравнению с аналогичной функцией для однокомпонентной меди.

3. Повышение коэффициента Холла-Петча для систем Cu-Ta и Cu-Mo объясняется монослойным характером сегрегаций атомов тантала и молибдена на границах зерен медной матрицы и, соответственно, образованием сильных связей между атомами меди и тантала или молибдена.

#### Список литературы:

1. T.D. Shen, R.B. Schwarz, S. Feng, J.G. Swadener, J.Y. Huang, M. Tang, Acta Mater 55, 5007 (2007).
2. T.D. Shen, S.W. Xin, B.R. Sun, Mat Sci Eng A-Struct 627, 139 (2015).
3. M.P. Sean, Acta Metall Mater 28 No7, 955 (1980).

**СТРУКТУРА ВАКУУМНЫХ КОНДЕНСАТОВ И ОТЛИВОК СПЛАВОВ Al-Fe**

<sup>1</sup>Луценко Е.В., <sup>2</sup>Крещенко В.А., <sup>3</sup>Рудь Н.Д., <sup>4</sup>Соболь О.В., <sup>4</sup>Глуценко М.А., <sup>4</sup>Зубков А.И.

<sup>1</sup>Национальный научный центр Харьковский физико-технический институт, г. Харьков, Украина

<sup>2</sup>Государственное предприятие Научно-производственный комплекс газотурбостроения «Зоря» – «Машпроект, г. Николаев, Украина

<sup>3</sup>АО «Мотор Сич», г. Запорожье, Украина

<sup>4</sup>Национальный технический университет «Харьковский политехнический институт», г. Харьков, Украина, E-mail: lutsenko@kipt.kharkov.ua

В связи с разработкой наноструктурных металлов обладающих большими удельными площадями внутренних границ раздела все большую роль приобретает концепция «полезных» и «вредных» примесей [1], заключающаяся в том, чтобы на границах зерен матричного металла сконцентрировать атомы определенных легирующих элементов в виде адсорбционных слоев, называемых обычно равновесными зернограничными сегрегациями [1]. Однако, атомные механизмы взаимодействия таких веществ с основным металлом и строение таких адсорбционных слоев являются дискуссионными [2]. Это связано со многими причинами, одной из которых является присутствие в расплавах многочисленных неконтролируемых примесей, которые в процессе конкурирующей адсорбции вуапируют физические механизмы взаимодействия веществ модификаторов на фронте кристаллизации основного металла и искажают строение адсорбционных слоев [3].

Объектами исследований являлись конденсаты и отливки алюминия, сплавов Al-Fe. Содержание железа в конденсатах варьировали в диапазоне от 0,1 до ~ 4 ат. %, в отливках концентрация железа составляла 0,1 - 0,33 ат. %.

Фольги конденсатов Al и Al-Fe получали PVD-технологией путем испарения составляющих компонентов из различных источников и последующей конденсацией смесей их паров на неориентирующих ситалловых подложках в одинаковых технологических условиях. Толщина фольг составляла ~ 50 мкм. Отливки кристаллизовали в керамических тиглях со скоростью охлаждения примерно 2 градуса в секунду. Давление остаточных паров вакуумной камере при получении конденсатов и отливок составляло ~  $10^{-3}$  Па.

Концентрацию легирующих элементов (С) контролировали рентгеноспектральным методом. Области когерентного рассеяния (ОКР) и период кристаллической решетки конденсатов измеряли с помощью рентгеновской дифрактометрии (ДРОН-3М), размер зерна алюминиевой матрицы методами световой (OptikaM) и просвечивающей электронной микроскопии (JEM-2100)

Характер распределения легирующих элементов в конденсатах определяли на просвечивающем электронном микроскопе JEM-2100 в режиме картирования по плоскости, в отливках – на растровом электронном микроскопе JSM – T300.

Как следует из представленных данных, период решетки нелегированного конденсата алюминия соответствует значению, характерному для чистого алюминия металлургического происхождения, и составляет 4,0488 Å. Обращает на себя внимание необычный характер концентрационной зависимости  $a - f(C)$  (рис.1, кривая 1). На экспериментальной зависимости  $a-f(C)$  наблюдаются два участка: до содержания железа примерно 2 ат. % не происходит заметного изменения величины  $a$ . Увеличение концентрации Fe приводит к существенному снижению периода ГЦК решетки алюминия, что свидетельствует об образовании пересыщенного твердого раствора. Влияние концентрации железа на размеры зерна и ОКР матричного металла – алюминия имеет противоположный характер (рис.1, кривая 3).

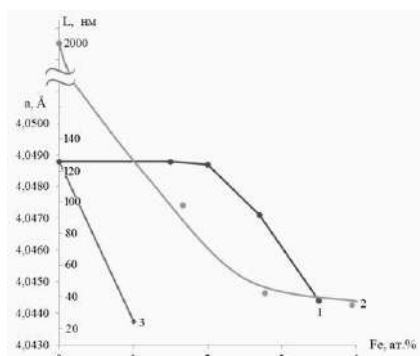


Рисунок 1– Влияние концентрации железа в конденсатах Al-Fe на период кристаллической решетки (1), размер зерна и ОКР (2) алюминиевой матрицы. 3 – прямая Вегарда

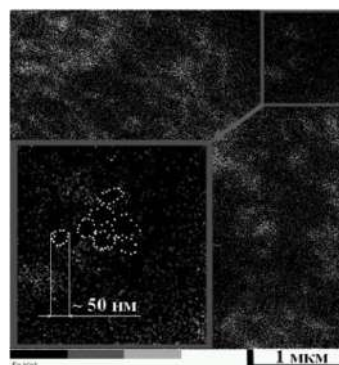


Рисунок 2 –Распределение атомов железа по площади фольги: Al-3,2 ат. % Fe. характеристическое излучение Fe<sub>Kα</sub>

До содержания железа примерно 2 ат. % происходит резкое снижение ОКР, при дальнейшем увеличении его концентрации эти величины изменяются незначительно.

Весьма показательными являются результаты исследования распределения атомов железа по плоскости фольги, проведенные в режиме картирования (рис. 2). На этих снимках наблюдается неоднородный характер распределения атомов Fe; видно, что области свободные от следов характеристического излучения Fe<sub>Kα</sub> имеют размер ~ 50 нм, что хорошо соответствует величине ОКР, определенной рентгеновским методом (рис. 1) и данными темнопольных электронно-микроскопических изображений.

Совокупность представленных данных и теоретические оценки, проведенные по методике, изложенной в работе [3], убедительно свидетельствуют, что области перегибов на зависимостях  $a-f(C, \text{ ат. \% Fe})$  и  $L-f(C, \text{ ат. \% Fe})$  (рис. 1) соответствуют той концентрации железа, которая необходима и достаточна для образования на границах зерен алюминиевой матрицы сегрегаций атомов железа в виде моноатомных адсорбционных слоев.

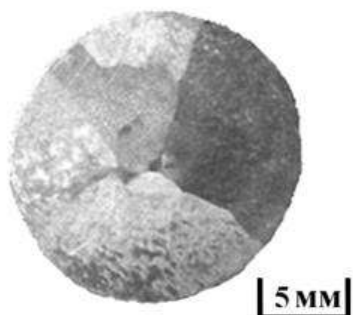


Рисунок 3– Металлографические изображения структуры отливок однокомпонентного Al.

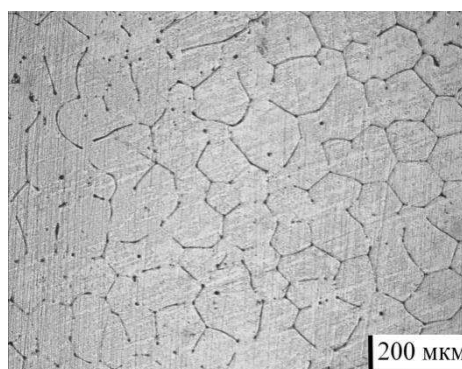


Рисунок 4– Металлографические изображения структуры отливок Al - 0,1 ат. % Fe.

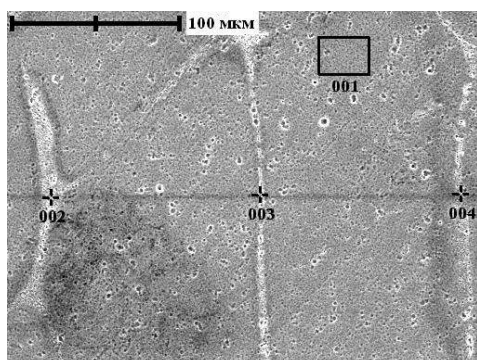


Рисунок 5– Распределение атомов железа по объему слитка

№ точки	Al	Fe
001	100,0	
002	98,32	1,68
003	99,95	0,05
004	96,55	3,45

На рисунках 3-5 представлены металлографические изображения отливок однокомпонентного алюминия и сплавов Al- 0,1 % ат. Fe. Как следует из приведенных изображений, формирование структуры отливок происходит по механизму ячеистого роста кристаллов. Средний размер зерна в однокомпонентном слитке алюминия составляет 7 мм, в отливках Al-0,1 ат.% Fe 220 мкм.

Важным результатом является то, что присутствие небольшого количества атомов железа на два порядка снижает размер зерна алюминиевой матрицы. Изучение характера распределения атомов железа по объему слитков свидетельствует о том, что этот элемент концентрируется на границах зерен, препятствуя их росту при кристаллизации из расплава.

#### **Выводы**

1. Установлено, что легирование конденсатов алюминия железом до ~ 3 ат. % приводит к снижению размера зерна от 2 мкм до 50 нм.

2. При конденсации паровой смеси атомов алюминия и железа сначала происходит формирование сегрегаций атомов железа на границах зерен алюминиевой матрицы в виде моноатомных слоев. По мере увеличения концентрации, атомы железа образуют пересыщенный раствор на основе ГЦК решетки алюминия и интерметаллиды на границах зерен матричного металла.

3. Показано, что модифицирование расплава алюминия, кристаллизующегося в определенных технологических условиях до концентраций ~ 0,1-0,2 ат.% приводит к снижению величины зерна алюминиевой матрицы примерно на два порядка. При этом структура слитка является ячеистой или равноосной.

4. Совокупность экспериментальных результатов и теоретических оценок позволяет объяснить модифицирующее действие железа на зеренную структуру конденсатов и отливок алюминия формированием атомами железа зернограницных сегрегаций.

#### **Список литературы:**

1. Гликман Е.Э., Брувер Р.Э. Равновесная сегрегация на границах зерен и интеркристаллитная хладноломкость твердых растворов

2. Я.Е. Гольштейн, В.Г. Мизин, Модифицирование и микролегирование чугуна и стали. Москва: Металлургия: 1986.

3. Луценко Е. В., Соболев, О. В., Зубков А. И. О модифицирующем влиянии железа на вакуумные конденсаты алюминия // Журнал нано- и электронной физики. -2015.-Т. 7, № 3. -С. 03042(4pp).

**ПЕРСПЕКТИВЫ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ ПОКРЫТИЙ ДЛЯ МЕДИЦИНСКИХ ИЗДЕЛИЙ ИЗ НИТИНОЛА**

<sup>1</sup>Савченко А.Л., <sup>2</sup>Латушкина С.Д., <sup>3</sup>Рубаник В.В., <sup>1</sup>Минченя В.Т.

<sup>1</sup>Белорусский национальный технический университет,

г. Минск, Беларусь, E-mail: andrewk@tut.by

<sup>2</sup>Физико-технический институт НАН Беларуси,

г. Минск, Беларусь, E-mail: phti@tut.by

<sup>3</sup>Институт технической акустики НАН Беларуси,

г. Витебск, Беларусь, E-mail

В настоящее время в Республике Беларусь имеется и все возрастает потребность в расходных материалах для сосудистой хирургии. Это связано с ростом сердечно-сосудистых патологий и появлением новых методик их лечения. Такие методики связаны с использованием специальных эндопротезов и других изделий, выполненных из нитинола – стентов, стентграфтов, клапан-содержащих стентов, фильтров-ловушек и др. Все эти изделия представляют достаточно сложные по форме пространственные структуры, получаемые из гибкой нитиноловой проволоки с использованием дополнительных операций сварки, соединения пластическим деформированием с помощью трубок. На настоящий момент такие изделия в Республике Беларусь практически не производятся, а иностранные образцы имеют крайне высокую стоимость, что делает операции с их использованием недоступными широким массам пациентов. Разработка технологии формообразования нитиноловых структур позволит внедрить их в производстве импортозамещающих аналогов медицинских изделий.

Внутрисосудистые эндопротезы работают в биологически активной среде, которой является кровь и другие биологические жидкости, и, следовательно, подвергаются ускоренной коррозии. Срок службы изделий внутри организма составляет не менее 20 лет. Несмотря на то, что по своей биологической инертности никелид титана превосходит все известные коррозионностойкие стали и сплавы, с учетом высоких требований надежности следует предусматривать дополнительную антикоррозионную защиту, так как выход ионов никеля из сплавов на основе NiTi – самая большая проблема, которая стоит при медицинском внедрении нитинола [1]. При этом необходимо обеспечить и высокую эластичность покрытия, так как изделие в процессе работы подвержено циклическим деформациям.

Для защиты изделий от коррозии используют либо гальванические покрытия, либо модификацию поверхностных слоев материала.

Примером гальванического покрытия может служить метод [2].

Изделие покрывают в растворе электролита специального состава с особыми электрическими режимами, что обеспечивает высокую прочность, эластичность и биологическую инертность. В методе [3] для аналогичных целей электролитическим методом наносится слой нитрида титана. Достоинство – малая толщина слоя. Аналогичный эффект достигается модифицированием поверхности нитинола ионами кремния в вакууме. При высокой коррозионной стойкости этот вариант имеет значительно большую прочность поверхностных слоев при циклических нагрузках [4].

В качестве основного способа нанесения покрытий из нитрида титана выбран способ осаждения из сепарированных многокомпонентных потоков с использованием модернизированной установки для вакуумно-дугового осаждения, оснащенной сепаратором макрочастиц [5].

Способ характеризуется рядом преимуществ, среди которых можно выделить основные:

- осаждение покрытий высокой плотности, низкой шероховатости и однородной структуры при обеспечении прочной адгезии в системе;

- непрерывное легирование конденсируемого покрытия по всему объему, что позволяет обеспечивать его уникальные физико-механические свойства за счет различных механизмов управления структурой;

- формирование наноструктурированных композиционных покрытий и обеспечение сохранения нанометрических размеров зерен за счет контроля

температуры конденсации покрытий.

Для получения покрытий распыляются катоды из титана и алюминия, или циркония, или меди в среде азота. Управление фазовым составом покрытий обеспечивается изменением тока дугового разряда на дополнительном катоде (алюминиевом, циркониевом, медном).

Для оценки возможности нанесения многокомпонентных покрытий на никелид титана были взяты образцы проволоки диаметром 0,2 мм, используемой для изготовления каркасов стент-графтов. На проволоку были нанесены покрытия из нитрида титана с использованием описанной выше методики. Анализ качества нанесенного покрытия выполнялся с использованием электронного микроскопа.

На рисунке 1 показаны фотографии поверхности исходного нитинола без покрытия (а) и образца с покрытием TiN, нанесенным с различными режимами работы установки (б).

На рисунке 2 показаны фотографии аналогичных поверхностей, подвергнутых анализу химического состава поверхностных участков.

По результатам анализа можно сделать следующие выводы.

1. Исходная поверхность нитиноловой проволоки имеет множество дефектов в виде пор и рисок. Распределение химического состава по поверхности практически равномерное.

2. На поверхности покрытия можно выделить участки, на которых покрытие отсутствует (1 и 2 на рис. 2, б) и участки с повышенным содержанием титана, преимущественно в местах дефектов исходной поверхности.

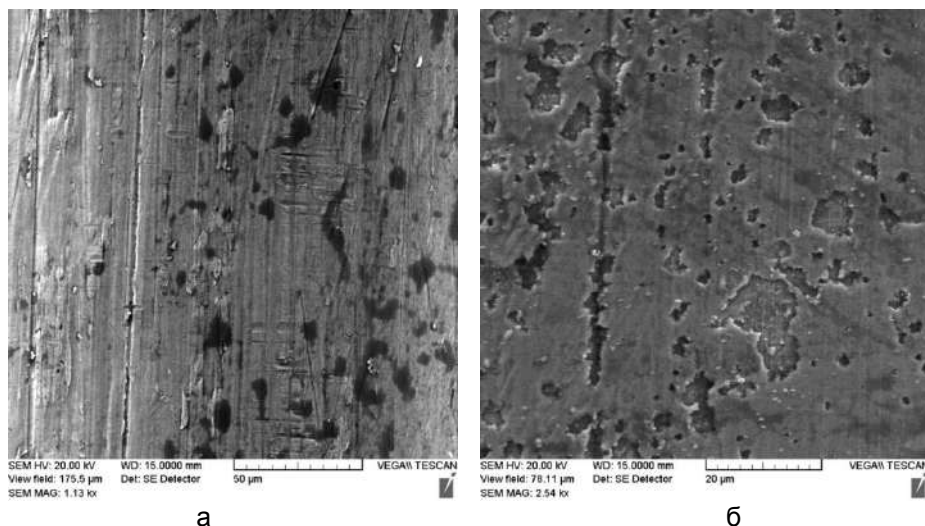
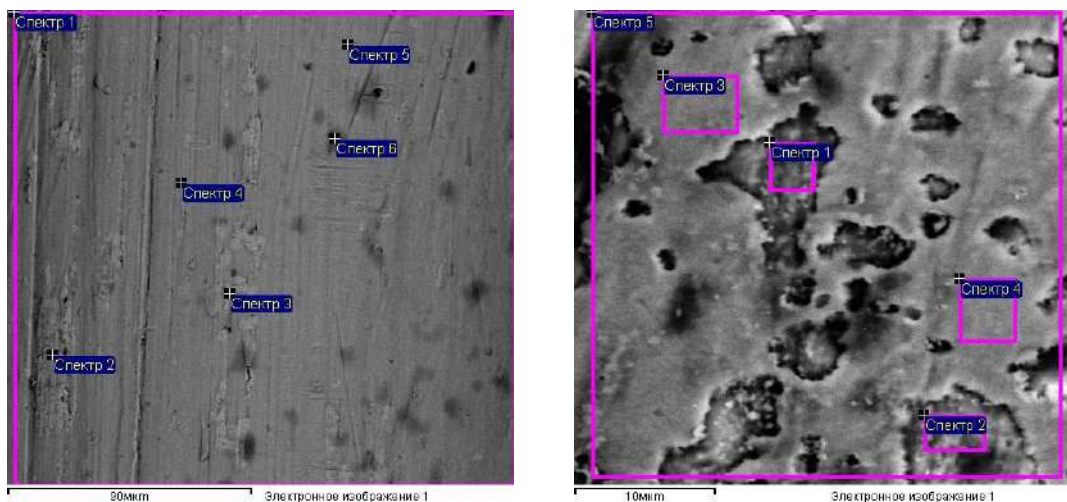


Рисунок 1 – Микрофотографии поверхности исходного нитинола (а) и с покрытием (б)



Спектр	В стат.	Ti	Ni	Спектр	В стат.	N	O	Ti	Ni
Спектр 1	Да	42.44	57.56	Спектр 1	Да		13.10	46.60	40.30
Спектр 2	Да	33.56	66.44	Спектр 2	Да		12.57	49.73	37.70
Спектр 3	Да	38.90	61.10	Спектр 3	Да	21.95		59.76	18.29
Спектр 4	Да	43.85	56.15	Спектр 4	Да	21.45		60.89	17.66
Спектр 5	Да	43.22	56.78	Спектр 5	Да	17.43		60.39	22.17
Спектр 6	Да	45.67	54.33						

а

б

Рисунок 2 – Поверхность исходного нитинола (а) и образца с покрытием (б)

Исходя из вышесказанного, направлением дальнейших исследований будет совершенствование режимов нанесения покрытий с целью исключения непокрытых участков, а также выбор метода подготовки исходной поверхности для уменьшения влияния дефектов на качество покрытия.

**Список литературы:**

1. Муслев С.А., Шумилина О.А. Медицинский нитинол: друг или враг? Ещё раз о биосовместимости никелида титана // *Фундаментальные исследования*. – 2007. – № 10. – С. 87-89.
2. Гнеденков С.В., Хрисанфова О.А., Синябрюхов С.Л., Пузь А. В. Способ получения защитных покрытий на изделиях из нитинола. Пат. 2319797 РФ, МПК С25D 1/26; заявитель Институт химии ДВО РАН – № 2006129478/02; заявл. 14.06.2006; опубл. 20.03.2008 //Бюл. №8.
3. Попова О.В., Марьева Е.А., Клиндухов В.Г.,Сербиновский М.Ю. Способ модифицирования поверхности титана и его сплавов. Пат. 2496924 РФ, МПК С25D 9/06, С25D 11/26; заявители Попова О.В., Марьева Е.А., Клиндухов В.Г.,Сербиновский М.Ю. – № 2012126723/02; заявл. 26.06.2012; опубл. 27.10.2013 //Бюл. №30.
4. С.Г. Псахье, А.И. Лотков, Л.Л. Мейснер, А.П. Ильин, П.В. Абрамова, А.В. Коршунов, В.П. Сергеев, А.Р. Сунгатулин. Влияние модифицирования ионами кремния поверхностных слоев никелида титана на его коррозионную стойкость в искусственных биологических средах / *Химия*. – 2012. – №10. – С. 21 – 27.
5. Вакуумно-дуговые нанокристаллические покрытия на основе нитрида титана / Латушкина С. Д. .[ и др.]. – *Перспективные материалы*, 2014 (6). - С. 49–55.



**ВЛИЯНИЕ ИЗОМЕРНОЙ ЧИСТОТЫ C<sub>60</sub> НА ФОРМУ  
САМООРГАНИЗАЦИИ ФУЛЛЕРЕНОВ И ФУЛЛЕРЕНОЛОВ**

<sup>1</sup>Баранец И.В., <sup>2</sup>Герасимов В.И.

<sup>1</sup>ФГУП НИИСК, 198035, г. Санкт-Петербург, Россия, E-mail:baranets@mail.ru

<sup>2</sup>Санкт-Петербургский Государственный Политехнический Университет им. Петра Великого, 195251, г. Санкт-Петербург, Россия, E-mail:viger53@rambler.ru

Фуллерены – как новый объект химической физики, характеризуется необычными свойствами [1]. Молекулы C<sub>60</sub> очень прочное образование: разрушение молекулы C<sub>60</sub> требует энергии 7,4 эв (714 Кдж/моль) в расчете на один атом. Фуллерен C<sub>60</sub> содержит 20 правильных шестиугольников и 12 пятиугольных граней. В изолированной молекуле бакминстерфуллерена, в которой каждый из пентагонов контактирует лишь с шестиугольными гранями, все 60 атомов углерода эквивалентны и расположены на поверхности сферы, имеется 15 осей C<sub>2</sub>, 10 осей C<sub>3</sub> и 6 осей C<sub>5</sub>. Энергетические барьеры, разделяющие различные положения молекулы бакминстерфуллерена в пространстве, достаточно низки: 0,2-0,3 эв [2], что позволяет молекулам C<sub>60</sub> при крутильных колебаниях легко преодолевать энергетический барьер и менять свое положение в пространстве. Молекула C<sub>60</sub> благодаря наличию пятиугольных граней содержит электронно-дефицитные C-C связи на стыках пятиугольников и шестиугольников и электронно насыщенные π-связи в шестиугольниках. Фуллерен C<sub>60</sub> может проявлять себя и как электрофил, и как акцептор электрона, что является предпосылкой для процессов самоорганизации. Сродство C<sub>60</sub> к электрону высокое – 2,69 эв [3,4]. Для взаимного положения соседних молекул C<sub>60</sub>, как указано в литературе, существует две наиболее энергетически выгодные взаимные ориентации: H- ориентация, при которой двойные связи C=C располагаются напротив шестиугольных граней (угол наклона связи = 159°) и P- ориентация, при которой π-ребра расположены почти параллельно (179°) плоскостям пятиугольников напротив их центров. Разность в энергиях между H- и P- ориентациями мала (11,9 эв) при высоте разделяющего их барьера около 300 эв [5].

Строение фуллерена C<sub>60</sub> с изолированными пентагонами не является единственным. Расчетное число фуллеренов C<sub>60</sub>, составленных из пяти- и шестиугольников, но различающихся их взаимным расположением, достигает 1812 [6]. Экспериментально подтверждено существование пяти устойчивых изомеров C<sub>60</sub> [7,8,9]. Межатомные расстояния в молекулах C<sub>60</sub> зависят от положения пентагонов: для бакминстрефуллерена длина связи варьируется от 1,373 ангстрем (5-6) до 1,449 ангстрем (6-6) (диапазон равен 0,076 ангстрем), для изомеров с двумя парами из трех соседних пентагонов – от 1,331 ангстрем (5-6) до 1,512 ангстрем (5-5) (диапазон равен 0,181 ангстрем) [9]. Понятно, что изменение длин связей между атомами углерода влечет отклонение от сферической формы молекул C<sub>60</sub> (рис. 1) [7]. Очевидным следствием варьирования взаимного положения пентагонов в молекуле C<sub>60</sub> является изменение конфигурации анизотропии электронной плотности.

Нами синтезированы и охарактеризованы комбинацией методов (жидкостная хроматография и масс- спектрометрия [10]) фуллерены C<sub>60</sub> чистотой от 91 до 99%, изомер C<sub>60</sub> с чистотой 97% и фуллеренолы C<sub>60</sub>(OH)<sub>42</sub> из фуллеренов с исходной чистотой 95% и 98%. Исследование морфологии частиц порошков проведено с помощью аналитического комплекса на базе исследовательского оптического микроскопа марки LeicaDM-2500, цветной цифровой камеры марки LeicaDFC-420 с охлаждением Пельтье и специализированной компьютерной станции. Захват, архивирование и количественная обработка изображений осуществлена с помощью программного обеспечения LeicaLas. Исследовано взаимодействие электромагнитного излучения в диапазоне длин волн от 200 нм до 1200 нм с фуллеритами напросвет в режимах светлого поля, фазового контраста и скрещенных николей.

Установлено, что форма фуллеритов, образующихся в процессе самоорганизации изолированных частиц фуллеренов и фуллеренолов определяется геометрическим строением исходных элементов. Ниже представлены изображения фрактальных кристаллов, образованных бакминстерфуллереном C<sub>60</sub> с чистотой 99% (рис. 2), изомером C<sub>60</sub> с чистотой 97% (рис. 3), фуллеренолами с исходной чистотой

фуллеренов равной 98% (рис. 4) и исходной чистотой 95% (рис. 5). Следует подчеркнуть, что растворимость в воде фуллеритов, представленных на рис 4 и 5, является 100%, что указывает на физическую природу взаимодействий, формирующих представленные конструкции. Первичные агрегаты частиц фуллерена C<sub>60</sub> (фуллеренола C<sub>60</sub>(ОН)<sub>42</sub>) имеют сферическую (или близкую к сферической) форму. Диапазоны размеров первичных агрегатов зависят от природы индивидуальных частиц: для бакминстерфуллерена C<sub>60</sub> обнаружены сферы с диаметром от 294 нм до 5201 нм (включающие сотни и тысячи наночастиц C<sub>60</sub>) и от 182 нм до 798 нм в составе более крупных образований, для изомера C<sub>60</sub> диаметры варьируются от 140 нм до 819 нм, для фуллеренола – диаметры от 382 нм до 1034 нм в составе объемных структур, от 224 нм до 875 нм в спиральных и от 920 нм до 1130 нм для не объединенных между собой сфер. Далее, первичные агрегаты объединяются в строго очерченные формы, определяемые геометрическим строением изомеров, благодаря различиям в конфигурациях анизотропии электронной плотности. Бакминстерфуллерен C<sub>60</sub> формирует из первичных агрегатов слоистые объемные конструкции высотой от 7175 нм до 9796 нм между гранями в форме правильных шестиугольников (рис. 2). Размеры образований такой формы варьируются: обнаружены гексагоны с длиной стороны от 14277 нм до 63997 нм. Иная форма внешних граней обнаружена для фуллерита изомера C<sub>60</sub> (рис. 3) – форма объемной конструкции повторяет геометрическое строение наночастицы изомера C<sub>60</sub> (рис. 1, рис. 3б). В режиме скрещенных николей на торцевых гранях различимы первичные агрегаты, составляющие фуллерит (рис. 3а), в режиме фазового контраста отчетливо видны первичные агрегаты на поверхности фуллерита (рис. 3б). Пустоты между ними указывают на последовательное и послойное включение первичных агрегатов в кристаллическое поле фуллерита.

Послойное расположение в фуллерите сферических агрегатов характерно также для фуллерита, образованного фуллеренолом C<sub>60</sub>(ОН)<sub>42</sub> с чистотой 98% (рис. 4), высота ступенек-слоев по торцу фуллерита варьируется от 731 нм до 1378 нм. Однако, фуллериты с четкой геометрической формой здесь не обнаружены. Повышение разнообразия форм наночастиц фуллеренолов за счет снижения исходной изомерной чистоты C<sub>60</sub> до 95% привело к образованию фуллеритов в виде трубок, наряду с округлыми структурами (рис. 5). Ширина трубок может варьироваться от 799 нм до 2627 нм, длина – от 2,1 мкм до 22,7 мкм. На рисунке 5 а, б различимы этапы формирования трубки: выстраивание цепочек из первичных агрегатов фуллеренолов, присоединение сфер по торцам уже сформированных трубок, объединение двух трубок в одну. Обращает на себя внимание спиральная форма многих трубок. Шаг спирали различен: от 163 нм до 698 нм. Исследование в режиме скрещенных николей показало интенсивное двулучепреломление, указывающее на высокую степень упорядоченности молекул фуллеренолов внутри сфер и анизодиаметричных структур с размерами от 183 нм до 818 нм, формирующих сферические, эллиптические и трубчатые образования фуллерита (рис. 5в).

Таким образом, взаимная ориентация соседних наночастиц фуллеренов и фуллеренолов определяется конфигурацией анизотропии электронной плотности наночастиц, зависящей от их геометрического строения. Это закладывает основу повторяющихся многократно взаимодействий, решающим образом проявляющихся в геометрическом строении фуллерита из ансамбля многих тысяч наночастиц. В результате морфология фуллерита макроскопических размеров отражает геометрическое строение составляющих его элементов.

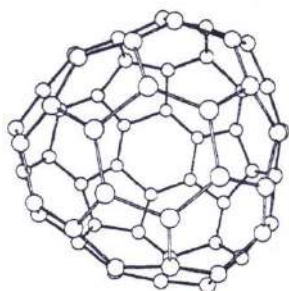


Рисунок 1 – Строение частицы изомера C60 с двумя парами из трех соседних пентагонов [7]

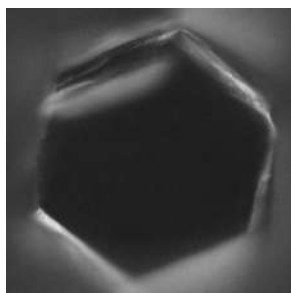


Рисунок 2 – Микрофотография фуллерита C60 с чистотой 99%, 88x88 мкм, скрещенные николи

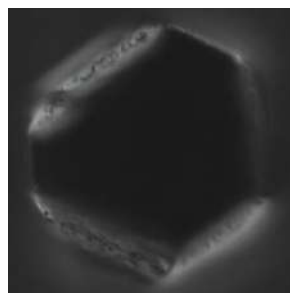


Рисунок 3 – Микрофотография фуллерита изомера C60 с чистотой 97%, размер: 50x50 мкм, режимы: скрещенные николи (а), фазовый контраст (б)

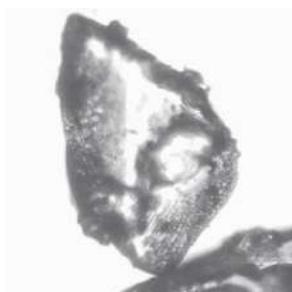
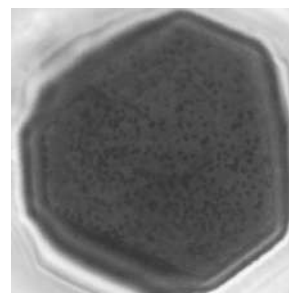


Рисунок 4 – Фуллерит C60(OH)42, Исх. чистота C60=98%, 200x200 мкм, светлое поле

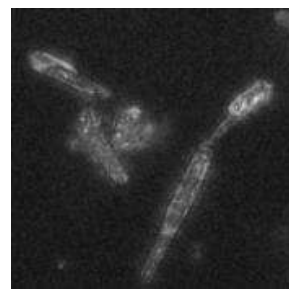
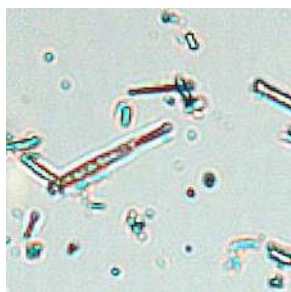


Рисунок 5 – Микрофотографии фуллеритов C60(OH)42, исходная чистота C60=95%, 50x50 мкм, светлое поле (а,б); 25x25 мкм, скрещенные николи (в)

#### Список литературы:

1. В.Н.Безмельницин, А.В.Елецкий, М.В. Окунь, Успехи физических наук, том 168, №11, 1195-1221 (1998).
2. Xie Q, Perez-Cordeva E, Echogeyen L., J. Am. Chem. Soc., 114, 3978 (1992).
3. H.W. Kroto, J.R. Heath, S.C. O'Brien, R.F. Curl, R.E. Smalley, Nature, 1985, 318, 162.
4. W. Kratschmer, L.D. Lamb, K. Fostiropoulos, D.R. Huffman, Nature, 1990, 347, 354.
5. Lamoen D., Michael K.H., J. Chem. Phys., 101, 1435 (1994).
6. An Atlas of Fullerenes, Towler R.W., Manlopoulos D.E., Clarendon, Oxford, 1995.
7. K. Radhavachari, C. Mc.M. Rohifing // J. of Phys. Chem., vol 96, No 6, 1992 (2463-2465).
8. S.Y. Xie, S.L. Deng, R.B. Huang, L.Y. Ju, L.S. Zheg // Chemical Physics Letter, 343 (2001) 458.
9. V.I. Gerasimov, A. Trofimov, O.V. Proskurina // Materials Physics and Mechanics 20 (2014) 25.
10. V.I. Gerasimov, M.Y. Matuzenko, O.V. Proskurina // Materials Physics and Mechanics, 13 (2012), 181.

**СИНТЕЗ СЛОЖНЫХ ОКСИДОВ ТАНТАЛА (ТАНТАЛАТОВ И БРОНЗ)  
ПРИ ДАВЛЕНИИ 5 ГПа И T=850 С**

**Зибров И.П., Филоненко В.П.**

*Институт физики высоких давлений им. Л.Ф.Верецагина РАН, г. Москва, г. Троицк,  
Россия, E-mail: zibrov@hppi.troitsk.ru*

**Введение**

Ранее мы сообщали, что при термобарической обработке аморфного маловодного гидроксида (МВГ) тантала  $\text{TaO}_{0.5+2.0}(\text{OH})_{4+1} \cdot 1.0 \div 2.5\text{H}_2\text{O}$  [1] были получены гидрат  $\text{F-Ta}_2\text{O}_5 \cdot 2/3\text{H}_2\text{O}$  ( $P=5.0-7.0$  ГПа,  $T=950-1100^\circ\text{C}$ ), а также производный от него оксид  $\text{F-Ta}_2\text{O}_5$  [2,3] (рис.1а). Смесь двух фаз:  $\text{H}_2\text{Ta}_2\text{O}_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$  со структурой дефектного пирохлора с  $\delta\text{-Ta}_2\text{O}_5$  была получена при обработке МВГ Та при  $P=5.0$  ГПа,  $T=600-750^\circ\text{C}$  [4]. При обработке МВГ Та при  $P=5.0$  ГПа в интервале температур  $T=800-900^\circ\text{C}$  были синтезированы соединения  $\text{H}_{2-x}\text{Ta}_2\text{O}_{6-0.5x} \cdot 2/3\text{H}_2\text{O}$  ( $0 \leq x \leq 2$ ) со структурой гексагональной вольфрамовой бронзы (ГВБ) (рис.1б, рис.3-8) (статья будет опубликована).

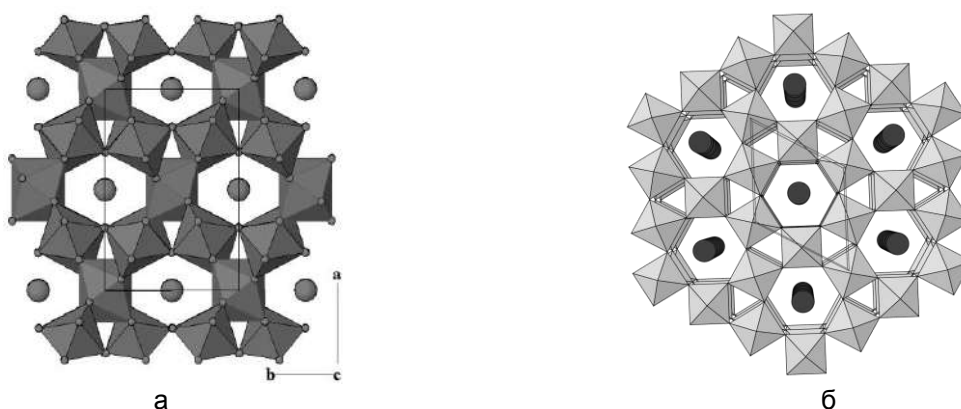


Рисунок1 – Структура  $\text{F-Ta}_2\text{O}_5 \cdot 2/3\text{H}_2\text{O}$  и  $\text{Me}_x\text{Ta}_2\text{O}_5$  ( $\text{Me}=\text{Na}, \text{K}, \text{Rb}$ ) вдоль [001], молекулы  $\text{H}_2\text{O}$  и  $\text{Me}$  атомы – кружки в центре каналов (а). Структура ГВБ  $\text{Me}_x\text{Ta}_2\text{O}_5$  ( $\text{Me}=\text{Cs}$ ) вдоль [001], атомы  $\text{Cs}$  – кружки в центре каналов (б)

При термобарической обработке смесей МВГ Та с оксидами редкоземельных элементов в области стабильности  $\text{F-Ta}_2\text{O}_5 \cdot 2/3\text{H}_2\text{O}$  были получены новые танталаты  $\text{RE}_x\text{Ta}_2\text{O}_{5+1.5x}$  ( $\text{RE}=\text{La}, \text{Eu}, \text{Yb}$ ) со структурой  $\text{F-Ta}_2\text{O}_5$  [5] (рис.1а). Также, при термобарической обработке смесей аморфного Та с азидами щелочных металлов  $\text{MeN}_3$  ( $\text{Me}=\text{Na}, \text{K}, \text{Rb}, \text{Cs}$ ) в области стабильности  $\text{F-Ta}_2\text{O}_5 \cdot 2/3\text{H}_2\text{O}$  был синтезирован новый класс материалов-танталовые бронзы (статья будет опубликована). При этом бронзы  $\text{Me}_x\text{Ta}_2\text{O}_5$  ( $\text{Me}=\text{Na}, \text{K}, \text{Rb}$ ) кристаллизуются в структурном типе  $\text{F-Ta}_2\text{O}_5$  (рис.1а), а бронза  $\text{Cs}_x\text{Ta}_2\text{O}_5$  – в структурном типе (ГВБ) (рис.1б).

Можно предположить, что, по аналогии с танталатами и бронзами со структурой  $\text{F-Ta}_2\text{O}_5$ , можно получить танталаты редких земель и бронзы щелочных металлов со структурой ГВБ, если синтез проводить в области стабильности гексагональных фаз  $\text{H}_{2-x}\text{Ta}_2\text{O}_{6-0.5x} \cdot 2/3\text{H}_2\text{O}$  ( $0 \leq x \leq 2$ ), а именно  $P=5.0$  ГПа и  $T=850$  С.

Таким образом, целью настоящей работы явилась термобарическая обработка смесей МВГ Та с оксидами редкоземельных элементов и смесей аморфного Та с азидами щелочных металлов  $\text{MeN}_3$  ( $\text{Me}=\text{Na}, \text{K}, \text{Rb}, \text{Cs}$ ) при  $P=5.0$  ГПа и  $T=850$  С и анализ получаемых продуктов.

**Методика экспериментов**

Маловодный аморфный гидроксид тантала получали гетерофазным взаимодействием твердого пентахлорида тантала с раствором аммиака по отработанной методике [1]. Маловодный аморфный гидроксид иттербия получали аналогичным способом – взаимодействием хлорида РЗЭ с раствором аммиака [6]. Содержание оксида в полученном маловодном гидроксиде определяли с использованием термогравиметрического анализа. Его содержание составило:  $\text{Yb}_2\text{O}_3$  –

72,0%. Для проведения дальнейшего синтеза оксидных фаз готовили смеси порошков, содержащих расчетные количества исходных маловодных гидроксидов в отношении 1:7 (в пересчете на мольный состав оксидов  $Yb_2O_3 \cdot 7Ta_2O_5$ ). Смесь гидроксидов перемешивали в водной среде при 60°C в вибросмесителе в течение 4 часов, после этого упаривали для удаления избытка воды. Полученный порошок подвергали микроволновой обработке в течение 1,5 часов при  $W=100$  Вт. Количество воды в конечном материале составляло 10-25%.

Для получения аморфного  $Ta_2O_5$  (рис.3-1) кристаллический L- $Ta_2O_5$  (о.с.ч.) сплавляли с КОН при  $T=750$  С для получения  $K_7Ta_5O_{16}$ , который затем растворяли в воде; в полученный раствор добавляли HCl для получения нерастворимого в воде соединения  $H_7Ta_5O_{16}$  (при этом KCl оставался в растворе); промытый 5 раз в воде осадок  $H_7Ta_5O_{16}$  высушивали при  $T=50$  С.  $NaN_3$  имел чистоту 99%,  $KN_3$  – 99.9%,  $CsN_3$  – 99.99%,  $RbN_3$  получали в лаборатории путем замещения калия в  $KN_3$  рубидием с использованием реакции  $RbCl + KN_3 \leftrightarrow RbN_3 + KCl$  в водном растворе. Затем раствор выпаривали и высушивали, после чего к осадку добавляли изобутиловый спирт. При этом  $RbN_3$  переходил в раствор, который сливали, а затем выпаривали и высушивали. Полученный осадок растворяли в воде и добавляли RbCl для уменьшения доли  $KN_3$  в растворе. Описанную процедуру повторяли 3 раза. В результате полученный материал содержал ~90%  $RbN_3$ , ~9%  $RbCl$  и ~1%  $KN_3$ . Были приготовлены смеси, соответствующие стехиометрическому составу  $Me_{0.66}Ta_2O_5$ .

Методика термобарической обработки материала в камерах «тороид» подробно описана в [7,8] (рис.2). Исходные смеси предварительно прессовали в таблетки диаметром 5 мм и высотой 3÷4 мм. Для предотвращения химического взаимодействия образцы изолировали от графитового нагревателя тугоплавкой фольгой (Ta, W). После достижения давления в камере 5.0 ГПа, нагревали образец до  $T=850$  С и выдерживали в течение 3 мин., после чего образец охлаждали со скоростью 100 С/сек.

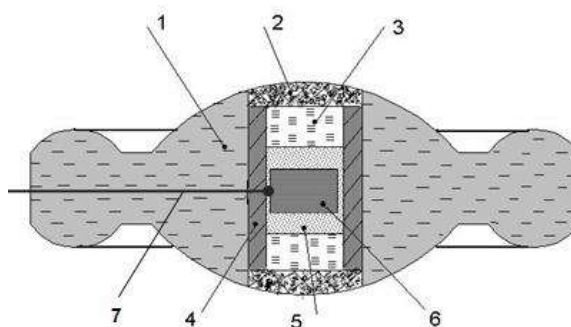


Рисунок 2 – Схема ячейки высокого давления: 1- контейнер из литографского камня, 2 – крышки из смеси hBN и порошка графита, 3 – крышки из hBN, 4 – графитовый нагреватель, 5 – порошок hBN, 6 – образец, 7 – термопара

Извлеченные из камеры высокого давления образцы очищали механически от защитной фольги и подвергали рентгенофазовому анализу в Гинье-камере G670 (Huber, Германия) ( $CuK_{\alpha 1}$  излучение).

### Результаты

Результаты рентгенофазового анализа продуктов синтеза (рис.3) показали, что все материалы кристаллизуются в структурном типе F- $Ta_2O_5$  за исключением  $Cs_xTa_2O_5$ , который имеет структуру ГВБ.

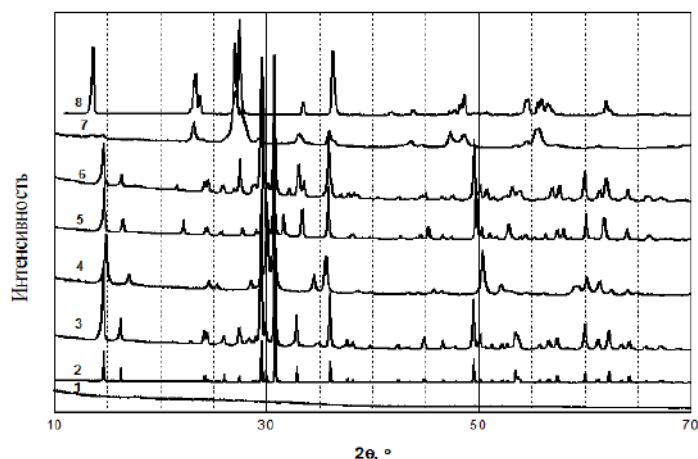


Рисунок 3 – Рентгеновская порошковая дифракция: 1- аморфный  $Ta_2O_5$ ; 2 –  $F-Ta_2O_5 \cdot 2/3H_2O$ ; 3 -  $Yb_xTa_2O_{5+1.5x}$ ; 4,5,6,7 -  $Me_xTa_2O_5$  ( $Me=Na-4, K-5, Rb-6, Cs-7$ ); 8 -  $H_{2-x}Ta_2O_{6-0.5x} \cdot 2/3H_2O$  ( $0 \leq x \leq 2$ )

### Выводы

1. Устойчивым структурный тип ГВБ при  $P=5$  ГПа и  $T=800-900$  С является только для соединений  $H_{2-x}Ta_2O_{6-0.5x} \cdot 2/3H_2O$  ( $0 \leq x \leq 2$ ) и  $Cs_xTa_2O_5$ .

2. Структурный тип  $F-Ta_2O_5$  является устойчивым для танталатов редкоземельных элементов и бронз  $Me_xTa_2O_5$  ( $Me=Na, K, Rb$ ) при  $P=5$  ГПа и  $T=800-1100$  С.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 16-03-00171 а.

### Список литературы:

1. Никишина Е.Е., Лебедева Е.Н., Дробот Д.В. Способ получения гидроксида тантала// Патент РФ 2314258-. 2008-. Бюл. № 1.
2. E.E. Nikishina, D.V. Drobot, V.P. Filonenko, I.P. Zibrov, E.N. Lebedeva Crystallization features of amorphous tantalum pentoxide under atmospheric and high pressure// Rus. J. Inorg. Chem. 47-. 1-. 2002-. С.10-13.
3. I.P. Zibrov, V.P. Filonenko, D.V. Drobot, E.E. Nikishina Structure of a High-Pressure Hydroxide  $Ta_2O_5 \cdot 2/3H_2O$  and a Derivative Metastable Oxide  $Ta_2O_5$ // Rus. J. Inorg. Chem. 48-. 4-. 2003. - С.464-471.
4. I.P. Zibrov, V.P. Filonenko, E.E. Nikishina, E.N. Lebedeva, D.V. Drobot High-pressure synthesis of  $H_2Ta_2O_6 \cdot H_2O$  with a defect pyrochlore structure// Rus. J. Inorg. Mat. 52-. 1-. 2016. –С.38-43.
5. I.P. Zibrov, V.P. Filonenko, N.D. Zakharov, P.Werner, D.V. Drobot, E.E. Nikishina, E.N. Lebedeva New high pressure rare earth tantalates  $RE_xTa_2O_{5+1.5x}$  ( $RE= La, Eu, Yb$ )// J. of Solid State Chem. 203-. 2013-. 240-246-. DOI: 10.1016/j.jssc.2013.03.057
6. Коровин С.С., Лебедева Е.Н., Ткаченко О.Ю., Зайцева М.Г. Синтез и исследование комплексов капронатов РЗЭ с 1,10-фенантролином // Координационная химия. 44-. 5-. 1999-. 753-760.
7. Zibrov I.P., Filonenko V.P., Werner P.-E., Marinder B.-O., Sundberg M. A new high-pressure modification of  $Nb_2O_5$  // J. of Solid State Chem. 141-.1998.- С.205-211.
8. Filonenko V.P., Zibrov I.P. High-pressure phase transitions of  $M_2O_5$  ( $M=V, Nb, Ta$ ) and thermal stability of new polymorphs// Rus. J. Inorganic Materials 37-. 9-. 2001.- С.953-959.

**АНАЛИЗ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ И КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ С ПОМОЩЬЮ АМД-МЕТОДОВ**

<sup>1</sup>Кустов А.И., Мигель И.А

<sup>1</sup>Воронежский государственный педагогический университет, г. Воронеж, Россия  
ВУНЦ ВВС ВВА им. профессора Н.Е.Жуковского и Ю.А. Гагарина,  
г. Воронеж, Россия, E-mail: akvor@yandex.ru

Кристаллы – твердотельные материалы с совершенной структурой. Благодаря данному факту они обладают целым рядом достоинств, связанных, прежде всего, с низким уровнем дефектов и с высокой анизотропией свойств. Изучение свойств кристаллов – самостоятельная область исследований, для развития которой необходимо постоянное совершенствование методов исследования структурного строения. На наш взгляд для анализа структуры и свойств кристаллических и композиционных материалов перспективны АМД-методы [1,2], построенные на применении акустических волн. Они позволяют получать серии структурных акустических изображений на различной глубине от поверхности, оценивать по ним степень однородности и изотропности материалов. Акустическое изображение одного из типов стали демонстрируется на рисунке 1. Оно позволяет рассчитать по размеру зерна значение условного предела текучести [3,4]. На рисунке 2 представлено акустическое изображение ЦТС-керамики, по которому надежно рассчитывается величина пористости и скорости ПАВв зависимости от температур отжига материалов (рис.3 и 4).

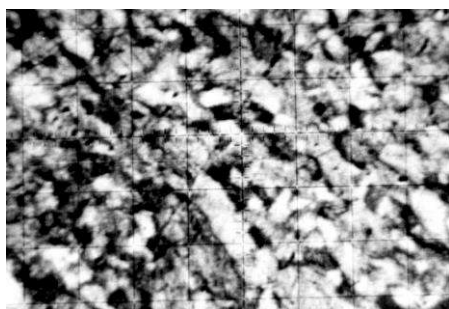


Рисунок 1 – Акустическое изображение структуры стали, позволяющее рассчитать прочностные свойства стали по размеру зерна (масштаб: 20 мкм/дел., Z = - 17 мкм)



Рисунок 2 – Акустическое изображение строения пьезокерамики ЦТС-19 на глубине ~32 мкм (частота 404 МГц, размер по горизонтали 250 мкм)

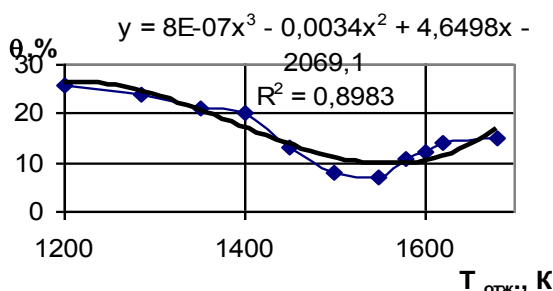


Рисунок 3 – Зависимость  $\nu_R$  от  $T_{отж}$  ЦТС-22

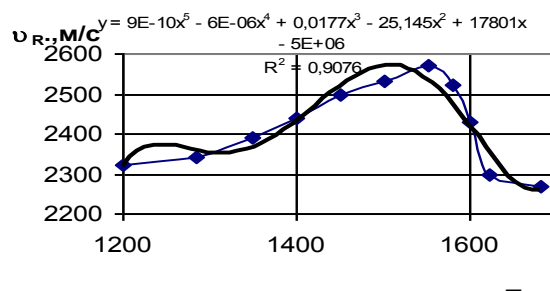


Рисунок 4 – Зависимость  $\theta_p$  от  $T_{отж}$  ЦТС-22

Используя метод V(Z)-кривых [4], по области периодических осцилляций определяли значение характерного расстояния  $\Delta Z_N$  [5], а по нему рассчитывали величину скорости  $\nu_R$  (1 и 2) поверхностных акустических волн (ПАВ). При этом точность измерений, достигающая для ряда материалов для используемого САМ десятков ангстрем, обеспечивается, прежде всего, при высокой однородности подложек. Оценка однородности обеспечивается акустической визуализацией области. Данная методика обеспечивает расчет глубины измененного слоя в стали (по изменению уровня затухания АВ) и оценку толщины покрытия из корунда на стеклянной подложке (рис.5 и 6).

$$\Delta Z_N = \frac{v_l}{2 \cdot f} \cdot \left[ 1 - \sqrt{1 - \left( \frac{v_l}{v_R} \right)^2} \right]^{-1} \quad (1)$$

$$v_R = v_l \cdot \left[ 1 - \left( 1 - \frac{v_l}{2 \cdot f \cdot \Delta Z_N} \right)^2 \right]^{-\frac{1}{2}} \quad (2)$$

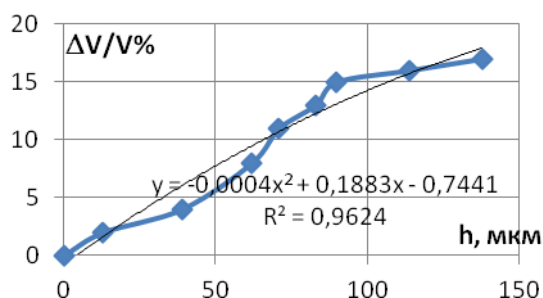


Рисунок 5 – Зависимость затухания АВ(ΔV/V%) в стали 15X2НМФА от глубины зондирования (h)

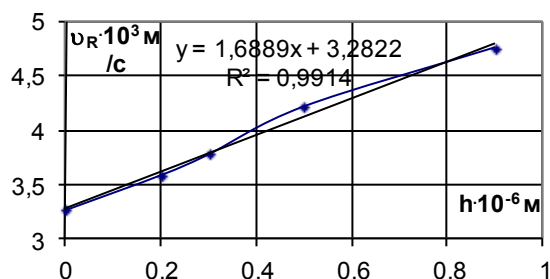


Рисунок 6 – Дисперсионная зависимость скорости ПАВ от толщины покрытия из корунда (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) на подложке из стекла.

Следующий этап был посвящен традиционным инструментальным экспериментам, позволяющим разрушающим методом находить предел пропорциональности ( $\sigma_{пц}$ ), предел упругости ( $\sigma_y$ ), условный предел текучести ( $\sigma_{0,2}$ ), предел текучести ( $\sigma_T$ ), предел прочности ( $\sigma_B$ ). Эти расчеты производятся на базе полученной экспериментально кривой  $\sigma$ – $\varepsilon$ , один из вариантов которой для ст.3 представлен на рисунке 7.

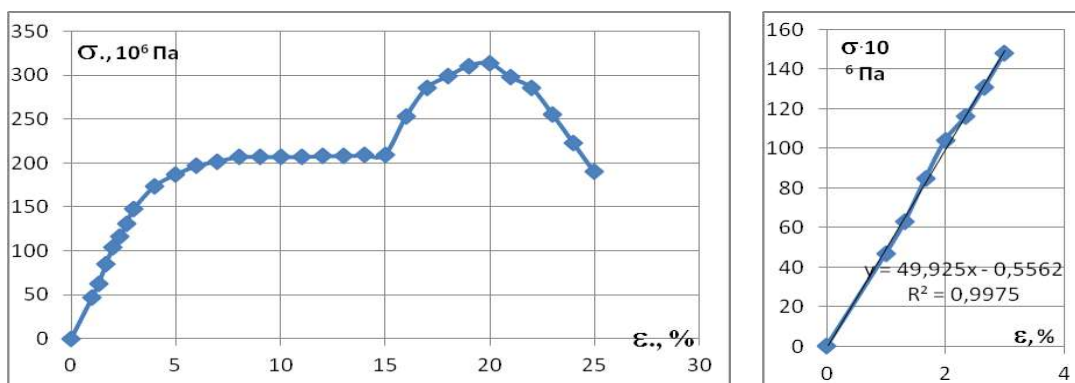


Рисунок 7 – Экспериментальная кривая, полученная с использованием разрывной машины (а-общая кривая, б-область чисто упругих деформаций)

Экспериментальные данные полученные для ст.3 с помощью разрывной машины после предварительной статистической обработки были использованы для построения с помощью MSExcel графической зависимости « $\sigma$ – $\varepsilon$ » (рис.7). Условно она была разделена на ряд областей (0 – 3%; 3 – 6%; 6 – 15%; 15 – 20 и 20 – 25%). Анализ процессов в каждой из областей средствами ИТ имело смысл проводить отдельно, рассчитывая присущие материалу параметры (упругие модули, E и G, значение предела пропорциональности, условного предела текучести; предела текучести; предела прочности; величины предельной деформации и проч.) (см. рис.7). Из рисунке 7б был определен угол наклона линейного участка кривой к оси деформаций. Он составил 66°, а тангенс его – 2,246. При этом, напряжению в 148 МПа ( $\sigma_{пц}$ ) соответствует деформация в (6,58·10<sup>-2</sup>)%. Отношение этих величин, если выразить его в сотнях ГПа, будет численно равно тангенсу угла наклона прямой упругости к оси деформаций и модулю упругости (в Паскалях) 225 ГПа. Таким образом, на данном этапе были определены предел пропорциональности и модуль упругости материала. Из второй области кривой  $\sigma$ – $\varepsilon$  для стали 3 было рассчитано значение  $\sigma_{0,2}$ , которое составило 177 МПа. При деформациях в 8 – 14% для данного сорта стали



наблюдалась площадка текучести ( $\sigma_T = 207,5$  МПа). Следует отметить, что значения полученных характеристик подтверждают достоверность данных, получаемых с помощью предложенных методов расчета физико-механических параметров испытываемых материалов.

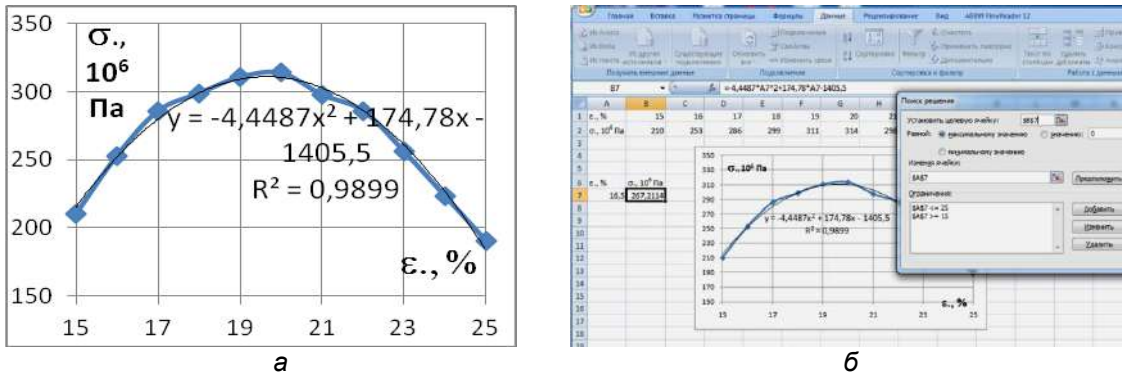


Рисунок 8 – Расчет предельных деформаций и предела прочности материала с помощью функции-оптимизатора (а – вид тренда для экспериментальной кривой; этап решения)

Для четвертой области кривой  $\sigma$ - $\epsilon$  (рис.8) рассчитывались значения предела прочности ( $\sigma_B$ ) и соответствующая предельная деформация  $\epsilon_B$ . Решение этой задачи осуществлялось на основе алгоритма оптимизации (с использованием функции «Поиск решения» приложения WindowsMSExcel). После введения соответствующих ограничений и счета получали оптимальные значения (рис.8б) искомых величин (оптимальные значения:  $\epsilon$ , % = 19,64394,  $\sigma_B = 311,184 \cdot 10^6$  Па), которые в пределах погрешности совпадают со стандартными значениями [6].

В качестве альтернативных физических методов определения искомых параметров материалов были выбраны современные инновационные неразрушающие АМД-методы, позволяющие рассчитать для металлических образцов значения упругих модулей  $E$  и  $G$ , величину размера зерна и условного предела текучести по скорости поверхностных акустических волн и из акустических изображений. При взаимном перемещении акустической линзы и поверхности объекта вдоль оси  $Z$  получали характерные для данного материала интерференционные  $V(Z)$ -кривые (см. рис. 9а). Для конкретного вида стали  $V(Z)$ -кривая представлена на рис.9б. Она позволила рассчитать характерное расстояние  $\Delta Z_N = 15,04$  мкм. На основании выражений 1 и 2 были рассчитаны значения  $v_R$  по  $V(Z)$ -кривой, которое используется для определения значений упругих модулей:  $v_R = 1483 \cdot (1 - (1 - (1483/(2 \cdot 407 \cdot 10^6 \cdot 15,04 \cdot 10^{-6}))^2)^{-1/2}) = 3,107 \cdot 10^3$  м/с, где  $\gamma$  - коэффициент Пуассона исследуемого материала. В ходе инструментальных исследований были рассчитаны плотность стали ( $\rho_{cm} = 7820$  кг/м<sup>3</sup>) и коэффициент Пуассона ( $\gamma = 0,28$ ). При этом скорость акустических волн в иммерсионной жидкости при 20<sup>o</sup>C  $v_f = 1483$  м/с.  $v_s \cdot \alpha' = v_R$ ,

$$\text{где } \alpha' = \frac{0,87 + 1,12 \cdot \gamma}{1 + \gamma} = 0,925; \quad v_s = v_R / \alpha' = 3,36 \cdot 10^3 \text{ м/с.}$$

$$E = v_R^2 \cdot \frac{2\rho \cdot (1 + \gamma)^3}{(0,87 + 1,12\gamma)^2}; \quad (3) \quad G = v_R^2 \cdot \rho \cdot \left( \frac{1 + \gamma}{0,87 + 1,12\gamma} \right)^2. \quad (4)$$

В соответствии с выражениями 3 и 4 рассчитывали значения упругих модулей ( $E = 226 \cdot 10^9$  Па и  $G = 88,3 \cdot 10^9$  Па), которые совпали в пределах погрешности со значениями, приводимыми в известных изданиях [6].

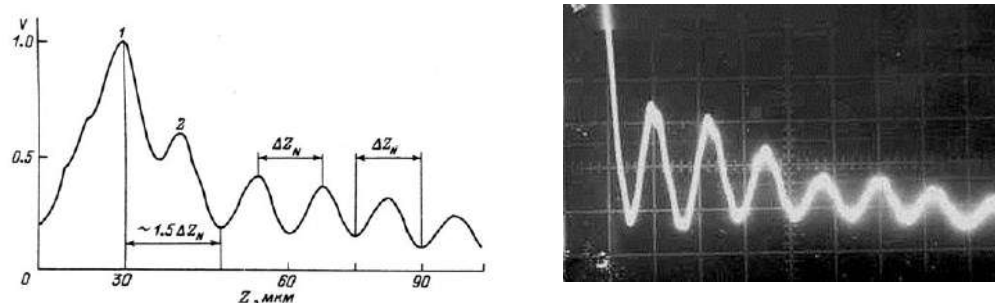


Рисунок 9 – а) Вид характерной  $V(Z)$ -кривой для твердотельных материалов ( $V$  – выходной сигнал в относительных единицах; 1 и 2 – главный и побочный максимумы;  $Z$  – смещение поверхности образца к линзе); б) Пример  $V(Z)$  – кривой для стали ( $H_2O$ , масштаб по горизонтали: 14 мкм/дел., по вертикали: 0,25 В/дел.,  $\Delta Z_N = 15,04$  мкм )

Следующий этап исследований был связан с изучением АМД-методами спекаемых диэлектриков, типа ЦТС-керамик. Его главной задачей было доказать, что акустомикроскопические методы исследований обеспечивают визуализацию и характеризацию как структуры самого материала, так и системы дефектов в нём. Наличие и характеристики системы пор влияют на два основных параметра  $V(Z)$ -кривых – высоту главного максимума и расстояние  $\Delta Z_N$  между осцилляциями, определяющее значение  $v_R$ . Таким образом, фиксируя  $v_R$  или  $\Delta V/V\%$  можно различать материалы с различными системами дефектов [7,8]. Был проведен ряд экспериментов и с композиционными материалами (рис.10).

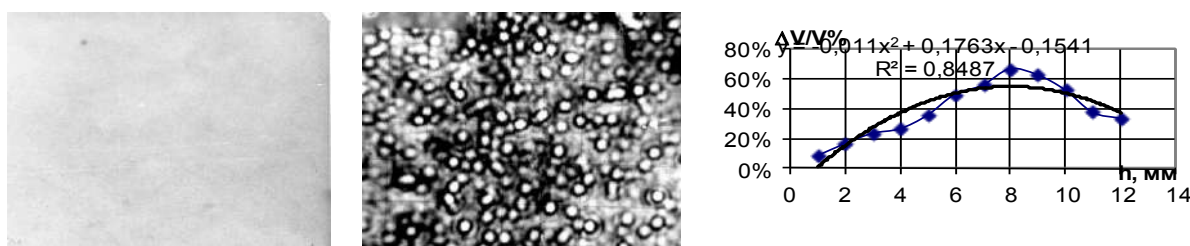


Рисунок 10 – Оптическое(а) и акустическое(б) изображения композита ИНСК-3 и ЦТС-19 (404 МГц, масштаб 100/150 мкм<sup>2</sup>,  $Z = -30$  мкм, а-слева, б-справа); в – зависимость уровня поглощения ПАВ  $\Delta V/V\%$  для пьезокомпозита ИНСК-3 с ЦТС-19

#### Результаты исследования:

- представлен алгоритм определения физико-механических параметров образцов сталей с использованием инструментального эксперимента и обработки полученных результатов с помощью информационных технологий;
- сформирован метод определения параметров образцов стали с использованием методов акустомикроскопической дефектоскопии;
- разработанные методики обеспечивают получение таких параметров образцов как  $\Delta v_R$ ,  $v_R$ ,  $\Delta V/V\%$ ,  $E$ ;
- АМД-методы обеспечивают надежное определение размера зерна  $d_3$ ; для ряда сталей проведён расчёт этого параметра через  $v_R$  и из акустомикроскопических изображений.

#### Список литературы:

1. Weaver J.M.R., Ilett C., Somekh M.G., Briggs G.A.D. Acoustic microscopy of Solid Materials // Metallography . -1985 . -V.17 . -P. 3-34.
2. Мигель И.А., Кустов А.И. Изучение металлических слоев и полимерных композитов с помощью акустических волн // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. -2015. – Т.12, №2. –С. 241 -247.
3. Кустов А.И., Мигель И.А. Выработка критериев оценки деформации поверхности твердотельных материалов АМД-методами // Вестник Тамбовского университета. Сер. Естественные и технические науки. - Тамбов, 2013. – Т. 18.—

Вып.4.Часть 2. – 612 с. (с.1875-1877).

4. Кустов А.И., Мигель И.А. Определение параметров упрочнения или восстановления свойств поверхности материалов с помощью инновационных методов физического эксперимента – АМД-методов // Фундаментальные проблемы современного материаловедения., том 11, №4/2., 2014. – с. 592 -598.

5. Кустов А.И. Мигель И.А. Изменение акустических характеристик материалов как явление, сопровождающее их пластичность и разрушение // Вестник Тамбовского университета. Сер. Ест. и техн. науки. – Тамбов, 2016. – Т.21. – Вып.3. – 1464 с. (с. 1097-1101).

6. Физические величины: справочник / А.П.Бабичев, Н.А. Бабушкина, и др.; п/р И.С.Григорьева и Е.З. Мейлихова. – М.; Энергоатомиздат, 1991. – 1232 с.

7. Кустов А.И., Мигель И.А. Анализ трансформации структуры приповерхностных слоев сталей и их влияние на процесс упрочнения АМД-методами Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета., Машиностроение, Материаловедение., Т.18., №4, 2016.,205 с (с. 134-146).

8. Кустов А.И., Мигель И.А. Анализ поведения дефектных структур, возникающих в твердотельных материалах, АМД-методами Фундаментальные проблемы современного материаловедения., Т.13., №4., 2016., с. 490 - 496.

**СТРУКТУРА ЭВТЕКТИЧЕСКОГО СИЛУМИНА, ОБРАБОТАННОГО ИНТЕНСИВНЫМ ИМПУЛЬСНЫМ ЭЛЕКТРОННЫМ ПУЧКОМ**

**Иванов Ю.Ф., Петрикова Е.А., Толкачев О.С, Тересов А.Д.**

*Институт сильноточной электроники СО РАН,*

*г. Томск, Россия, E-mail: yufi55@mail.ru*

Структура силуминов и, прежде всего, форма и размеры зерен алюминия и кристаллов кремния в эвтектическом сплаве, завися от условий плавки и кристаллизации, оказывают существенное влияние на свойства материала [1]. Следовательно, управление структурой силуминов является одной из задач технологии их получения и последующего модифицирования. В работе [2] показано, что облучение силумина эвтектического состава высокоинтенсивным импульсным электронным пучком в режиме плавления приводит к формированию поверхностного слоя, микротвердость которого превышает микротвердость исходного материала более чем в 2 раза. Одновременно с этим облучение силумина высокоинтенсивным электронным пучком сопровождается увеличением предела прочности материала на изгиб в  $\approx 1,2$  раза и на растяжение в  $\approx 1,4$  раза. Предел пластичности увеличивается в  $\approx 1,2$  раза при испытаниях на изгиб и в  $\approx 1,8$  раза при испытаниях на растяжение. Очевидно, что выявленное в [2] изменение свойств силумина, облученного интенсивным импульсным электронным пучком, обусловлено модифицированием его структурно-фазового состояния.

Целью настоящей работы является исследование структурно-фазового состояния силумина эвтектического состава, подвергнутого поверхностной обработке интенсивным импульсным электронным пучком.

В качестве материала исследования использовали силумин марки АК12 (11.1 Si, 0.58 Mg, 2.19 Cu, 0.92 Ni, 0.25 Fe, 0.029 Mn, 0.047 Ti, 0.005 Cr, ост. Al (вес. %)). Образцы имели форму диска диаметром 15 мм и толщиной 5 мм. Облучение поверхности силумина осуществляли интенсивным импульсным электронным пучком на установке «СОЛО» [3] при следующих параметрах: энергия электронов 15 кэВ, плотность энергии пучка электронов 20 Дж/см<sup>2</sup>, длительность импульса пучка электронов 150 мкс, количество импульсов 3, частота следования импульсов 0,3 с<sup>-1</sup>. Исследования фазового состава силумина осуществляли методами рентгенофазового анализа (дифрактометр XRD-7000s, Shimadzu, Япония). Исследование элементного и фазового состава, дефектной субструктуры силумина осуществляли методами сканирующей (прибор Philips SEM 515, оснащенный микроанализатором EDAX ECON IV) и просвечивающей электронной дифракционной микроскопии (прибор JEM-2100F, JEOL, Япония). Фольги (объект исследования материала методами просвечивающей электронной микроскопии) изготавливали методами ионного утонения тонких (100 мкм) пластинок на приборе Ion Slicer EM 09100IS.

На рисунке 1 и в таблице 1 представлены результаты микрорентгеноспектрального анализа силумина перед облучением электронным пучком (исходное состояние), из анализа которых следует, что легирующие элементы сплава распределены в материале весьма неоднородно, формируя различные соединения, различающиеся не только составом, но и морфологией.

Фазовый состав силумина в исходном состоянии, выявленный методами рентгенофазового анализа, представлен твердым раствором на основе алюминия (86,7 отн. %), кремния (13,3 отн. %),

Морфологию и элементный состав силумина в исходном состоянии анализировали методами просвечивающей электронной микроскопии, используя приставку для энергодисперсионного микрорентгеноспектрального анализа (метод STEM). Результаты выполненных исследований приведены на рисунке 2 и рисунке 3.

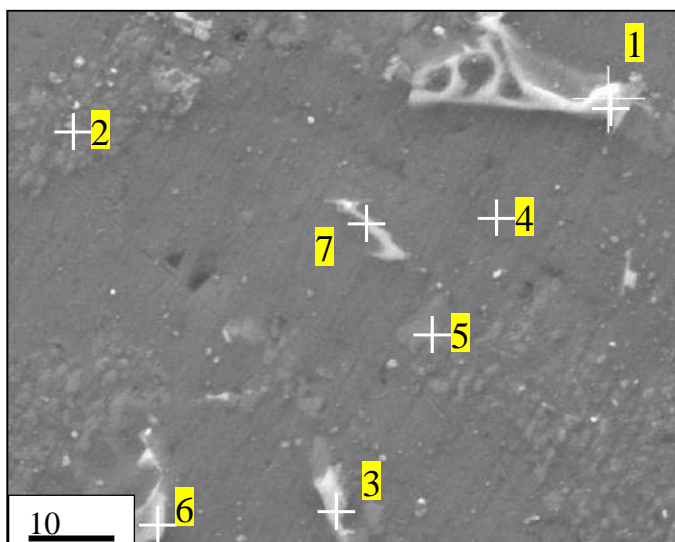


Рисунок 1 – Электронно-микроскопическое изображение структуры силумина в исходном состоянии; указаны области, в которых был выполнен микрорентгеноспектральный анализ элементного состава материала. Сканирующая электронная микроскопия.

Таблица 1 – Результаты микрорентгеноспектрального анализа участка поверхности силумина АК12, электронно-микроскопическое изображение которого представлено на рисунке 1

Область	Элемент (остальное Al, вес. %)				
	Si	Ni	Cu	Fe	Mn
1	0,6	13,5	13,3	0,0	0,0
2	8,7	0,3	2,2	0,0	0,0
3	1,7	11,8	14,0	0,0	0,0
4	0,5	0,2	1,3	0,0	0,0
5	22,5	1,1	1,6	1,2	0,0
6	1,1	14,8	15,8	0,5	0,0
7	2,3	17,2	5,2	2,7	0,6

На рисунке 2 приведены результаты исследования распределения атомов кремния и магния в силумине АК12, выявленные методами STEM.

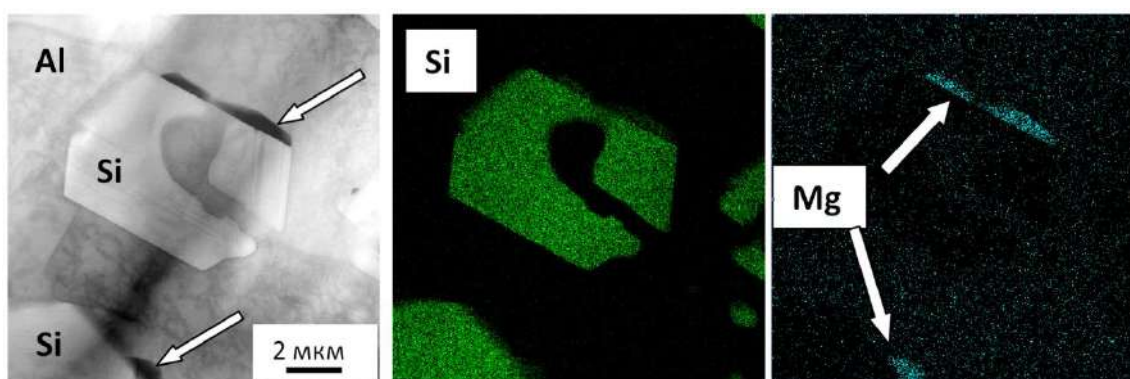


Рисунок 2 – STEM анализ элементного состава силумина марки АК12

Отчетливо видно (рис. 2), что магний располагается в вдоль границы раздела включения кремния и алюминия. Другие варианты распределения атомов кремния, магния, меди и никеля, выявленные методами микрорентгеноспектрального анализа (метод STEM), приведены на рисунке 3.

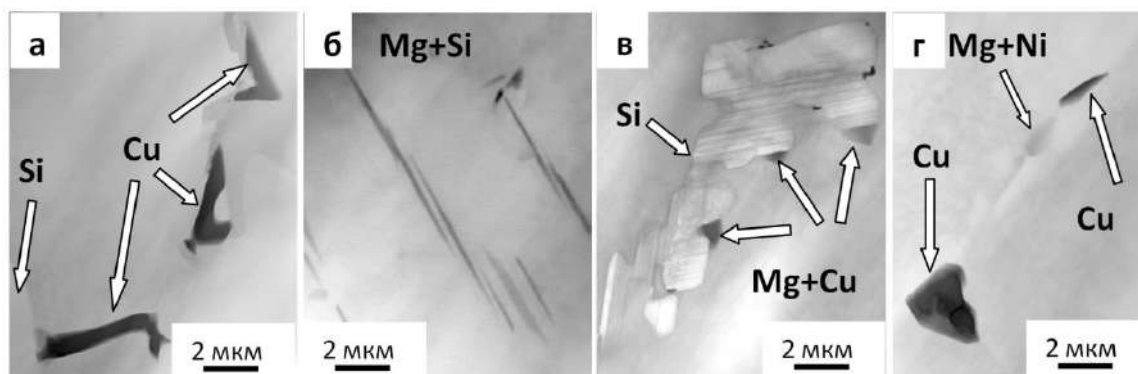


Рисунок 3 – STEM анализ элементного состава силумина марки АК12

Таким образом, методами СЭМ и STEM показано, что присутствующие в силумине элементы распределены неоднородно, формируя различные фазы.

Облучение поверхности силумина интенсивным импульсным электронным пучком в режиме плавления и последующего высокоскоростного охлаждения приводит к формированию поверхностного слоя толщиной до 50 мкм, имеющего структуру ячеистой кристаллизации (рис. 4). Объем ячеек сформирован твердым раствором на основе алюминия (рис. 4, в), разделяющие ячейки прослойки – кремнием (рис. 4, б). Включений интерметаллидных фаз в данном слое не обнаружено. Следовательно, облучение интенсивным импульсным электронным пучком приводит к гомогенизации поверхностного слоя силумина.

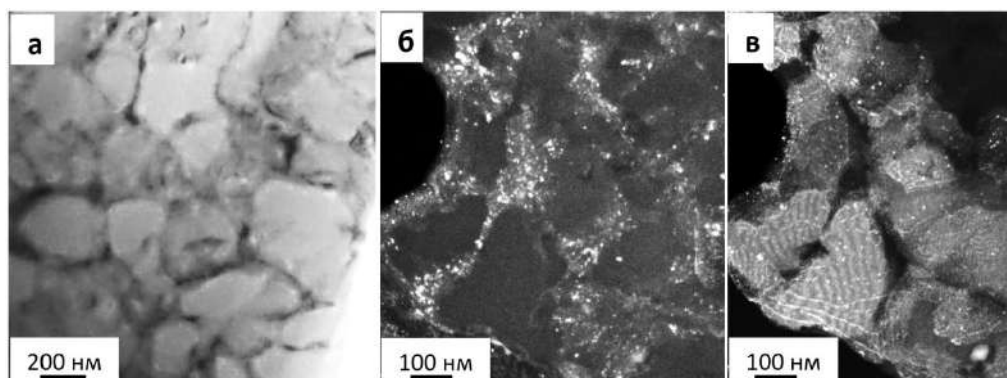


Рисунок 4 – Электронно-микроскопическое изображение структуры ячеистой кристаллизации силумина марки АК12; а – светлое поле; б, в – темные поля, полученные в рефлексах  $[220]Si$  и  $[111]Al$ .

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта Российского фонда фундаментальных исследований (проект №16-58-00075-Бел\_а).

#### Список литературы:

1. Белов Н.А. Фазовый состав и структура силуминов / Н.А. Белов, С.В. Савченко, А.В. Хван. - М.: МИСИС, 2008. - 282 с.
2. Электронно-ионно-плазменная модификация поверхности цветных металлов и сплавов / под общ. ред. Н.Н.Ковалея и Ю.Ф. Иванова. –Томск: Изд-во НТЛ, 2016.–312 с.
3. Коваль Н.Н., Иванов Ю.Ф. Наноструктурирование поверхности металлокерамических и керамических материалов при импульсной электронно-пучковой обработке // Известия вузов. Физика. - 2008. - №5. - С. 60-70.

## ВЛИЯНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РЕЖИМОВ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ВНУТРИСОСУДИСТЫХ СТЕНТОВ ИЗ НИКЕЛИДА ТИТАНА С ИОННО- МОДИФИЦИРОВАННОЙ ПОВЕРХНОСТЬЮ НА ИХ МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА

<sup>1</sup>Кашин О.А., <sup>1</sup>Круковский К.В., <sup>1,2</sup>Лотков А.И., <sup>3</sup>Кудряшов А.Н.

<sup>1</sup>Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, г. Томск, Россия

<sup>2</sup>НИ Томский государственный университет, г. Томск, Россия

<sup>3</sup>ООО «Ангиолайн», г. Новосибирск, Россия, E-mail: okashin@ispms.tsc.ru

В настоящее время в лечебной практике для восстановления просвета периферических кровеносных сосудов у пациентов со стенозом используются саморасширяющиеся стенты из сплавов на основе никелида титана. Одним из необходимых условий применения сердечно-сосудистых имплантатов является обеспечение требуемых механических характеристик таких имплантатов. Для внутрисосудистых стентов механические характеристики и методы их определения регламентированы международным стандартом ISO 25539-2:2008 «Cardiovascularimplants - Endovasculardevices - Part 2: Vascularstents».

В настоящей работе экспериментально определены механические свойства саморасширяющихся периферических стентов из никелида титана, изготовленных по лабораторному технологическому регламенту, разработанному авторами данной статьи. Для повышения биосовместимости стентов с тканями и жидкостями организма проводили модификацию поверхности стентов методом плазменно-иммерсионной ионной обработки ионами кремния. Для сопоставления полученных характеристик разрабатываемых стентов с зарубежными аналогами были проведены исследования механических свойств саморасширяющихся периферических стентов из никелида титана производства фирмы AbbottVascular.

Исследования проводили на образцах изготовленных нами стентов двух типоразмеров:

длина 30 мм, диаметр 4 мм;

длина 60 мм, диаметр 8 мм.

Стенты состоят из страт, образующих короны из V-образных элементов, соединённых мостиками (рис. 1). Стенты с конечным диаметром 4 мм состоят из 9 V-образных элементов на диаметр и 13 корон на длину с высотой короны в нераскрытом состоянии 1,7 мм, стенты диаметром 8 мм - 12 V-образных элементов и 18 корон с высотой 2,48 мм.

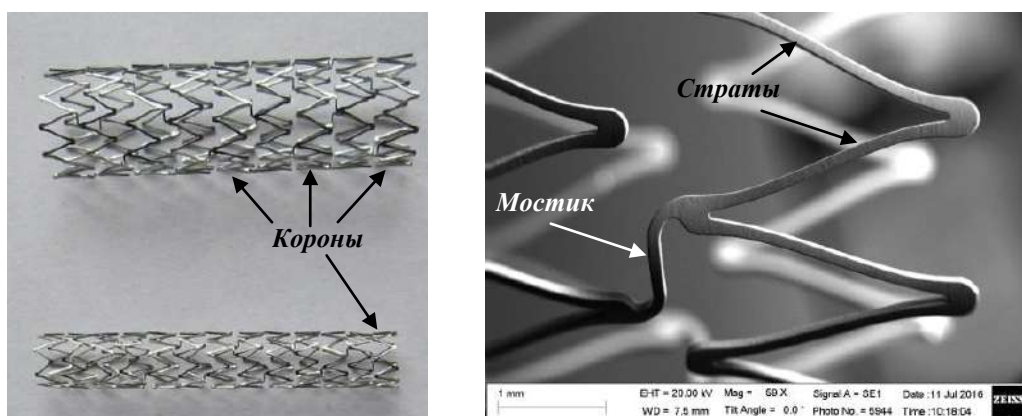


Рисунок 1 – Дизайн стентов

Исследования механических свойств стентов проводили на универсальной испытательной машине, разработанной и изготовленной в ИФПМ СО РАН. При испытаниях образцы были погружены в физиологический раствор с температурой (37±2) °С.

На рисунке 2 приведены для каждого типоразмера стентов на одном графике диаграммы «нагрузка-разгрузка» разрабатываемых стентов с немодифицированной и модифицированной поверхностью и стентов фирмы AbbottVascular при сжатии в

радиальном направлении на половину диаметра стента между плоскопараллельными пластинами и при локальном сжатии клиновидным пуансоном.

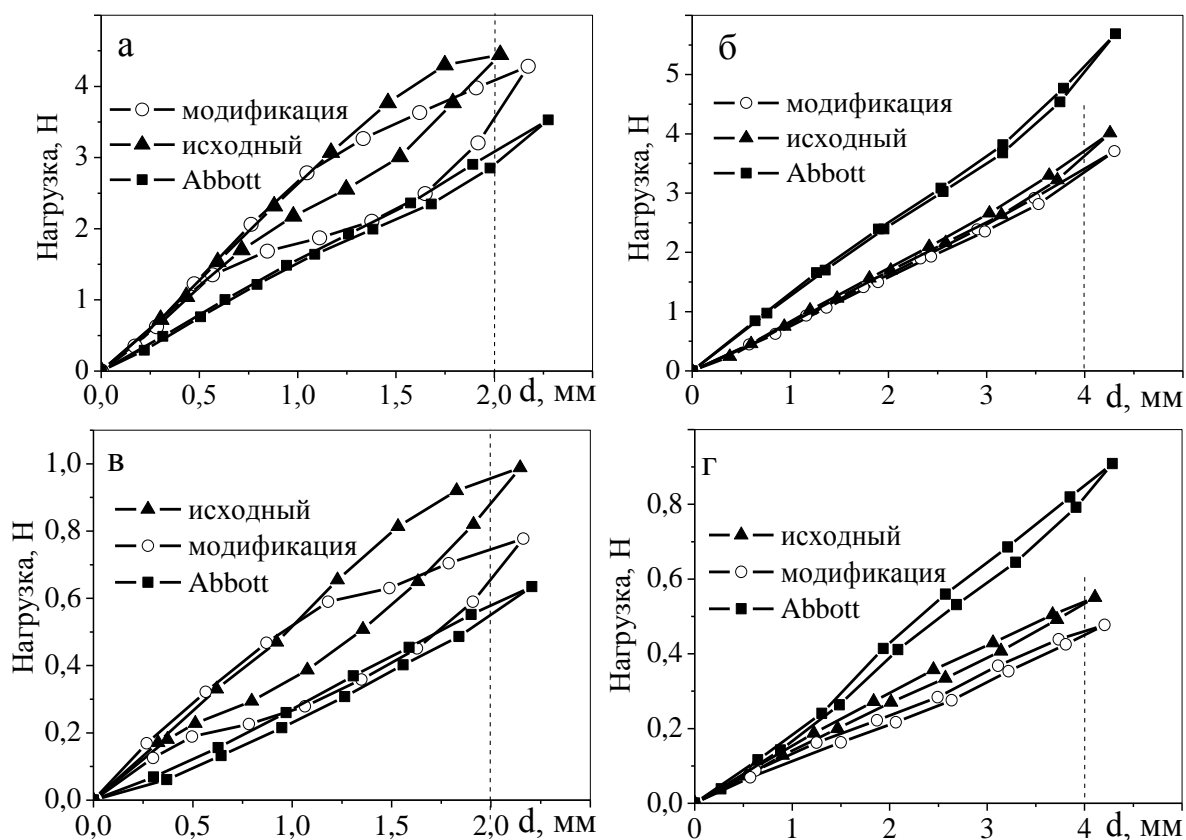


Рисунок 2 – Диаграммы «нагрузка-разгрузка» стентов при сжатии между плоскопараллельными пластинами (а, б) и локальном сжатии (в, г): а, в – типоразмер 4×30 мм; б, г – 8×60 мм

При сжатии стентов в радиальном направлении на величину не менее половины диаметра для всех исследованных образцов не происходило разрушения стентов. После полного снятия нагрузки форма стента полностью восстанавливается, то есть накопленная при сжатии деформация полностью обратима и величина формовосстановления составляет 100 %.

Для каждого из исследованных типоразмеров стентов при обоих использованных видах нагружения характер диаграмм «нагрузка-разгрузка» практически одинаков. На начальном этапе нагружения для всех стентов нагрузка в зависимости от степени сжатия растёт практически линейно.

Для стентов типоразмера 4×30 мм при достижении определённой нагрузки наблюдается изменение наклона кривой нагружения: с увеличением деформации стента сжатием возрастание нагрузки замедляется, причём для модифицированных стентов этот эффект выражен заметно сильнее по сравнению с немодифицированными (рис. 2 а, в). По-видимому, при этой нагрузке для стентов 4×30 мм в наиболее нагруженных участках стента возникает индуцированный внешним напряжением мартенсит и дальнейшая деформация накапливается за счёт фазового превращения. Для стентов фирмы AbbottVascular такого эффекта не наблюдается: величина нагрузки возрастает практически по линейному закону. При разгрузке сжатых стентов наблюдается заметный гистерезис, причём для стентов фирмы AbbottVascular гистерезис выражен гораздо слабее. Для стентов типоразмера 4×30 мм в результате плазменно-иммерсионной ионной обработки механические характеристики несколько уменьшились по сравнению с немодифицированными образцами. Однако для стентов как с немодифицированной, так и с модифицированной поверхностью величина сопротивления сжатию выше по сравнению со стентами AbbottVascular.



Для стентов типоразмера 8×60 мм описанное выше изменение на кривой нагружения отсутствует (рис. 2 б, г). С нашей точки зрения это обусловлено дизайном стентов данного типоразмера: величины возникающих напряжений при нагружении стентов недостаточны для формирования индуцированного мартенсита. Дизайном стента определяется и слабо выраженный гистерезис. Так же, как и для стентов 4×30 мм, плазменно-иммерсионная обработка ионами кремния приводит к снижению механических характеристик. В отличие от стентов 4×30 мм величина сопротивления деформации для стентов 8×60 мм заметно ниже по сравнению со стентами AbbottVascular.

Снижение механических характеристик стентов в результате модификации их поверхности ионами кремния может быть обусловлено изменением состава В2-фазы за счёт формирования обогащённой никелем фазы  $Ti_3Ni_4$  при температуре модификации, которая составляет 300÷400 °С, что должно приводить к смещению температур мартенситных превращений. Действительно, на модельных образцах, вырезанных из исходной трубки из никелида титана, температуры мартенситных превращений, определённые по температурной зависимости электросопротивления, после модификации поверхности образцов сместились в область более высоких температур (рис. 3, таблица). В результате при температуре испытаний (37±2) °С уже при небольших напряжениях образуется индуцированный мартенсит, что и приводит к снижению механических характеристик.

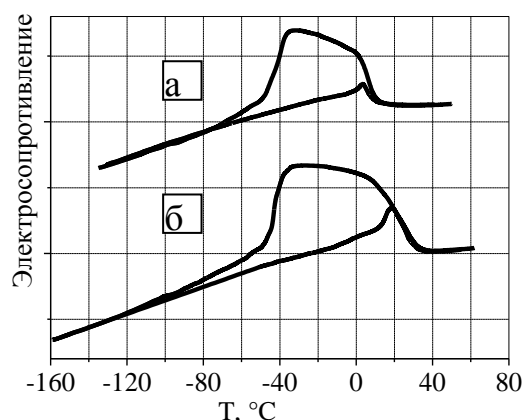


Рисунок 3 – Температурная зависимость электросопротивления материала стентов до (а) и после (б) проведения плазменно-иммерсионной модификации поверхности

Таблица 1 – Температуры мартенситных превращений в материале стентов до и после плазменно-иммерсионной модификации поверхности

	$T_R, ^\circ C$	$M_S, ^\circ C$	$M_f, ^\circ C$	$A_S, ^\circ C$	$A_f, ^\circ C$
Исходное состояние	11	-31	-69	-3	4
После модификации поверхности	34	-27	-63	11	19

Таким образом, механические свойства стентов обоих исследованных типоразмеров, изготовленные по использованному лабораторному регламенту, достаточны для применения таких стентов в качестве внутрисосудистых имплантатов.

Работа выполнена при финансовой поддержке проекта ФЦП № 14.578.21.0118, уникальный идентификатор проекта RFMEFI 57815X0118.

**УСТАНОВКА ДЛЯ УСТАЛОСТНЫХ ИСПЫТАНИЙ ВНУТРИСОСУДИСТЫХ СТЕНТОВ  
ИЗ НИКЕЛИДА ТИТАНА**

<sup>1</sup>Круковский К.В., <sup>1</sup>Кашин О.А., <sup>1,2</sup>Лотков А.И., <sup>1</sup>Бобров Д.И., <sup>3</sup>Кудряшов А.Н.

<sup>1</sup>Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, г. Томск, Россия

<sup>2</sup>Национальный исследовательский Томский государственный университет,  
г. Томск, Россия

<sup>3</sup>ООО «Ангиолайн», г. Новосибирск, Россия, E-mail: kvk@ispms.tsc.ru

Для восстановления просвета стенозированных кровеносных сосудов используются металлические стенты, которые после имплантации пожизненно остаются в организме человека. При этом стенты в кровеносных сосудах постоянно испытывают циклические нагрузки, связанные как с изменением диаметра сосуда при изменении артериального давления, так и с деформацией в результате естественных движений человека. Поэтому одним из необходимых условий успешного использования таких имплантатов является их высокая усталостная прочность и долговечность. Для определения этих характеристик используются ускоренные усталостные испытания. Для внутрисосудистых стентов международным стандартом ISO 25539-2:2008 «Cardiovascularimplants - Endovasculardevices - Part 2: Vascularstents» установлено нормативное количество циклов нагружения ( $4 \times 10^8$  циклов), которое не должно приводить к нарушению целостности стентов. Это количество циклов рассчитано из предположения о 10-летней работе имплантата в организме человека при частоте пульса 70 ударов в минуту. В этом же стандарте регламентировано, что оценка длительной прочности должна быть выполнена при ожидаемых физиологических условиях. Оценивают долгосрочную конструктивную целостность стента при приложении наихудшего случая физиологического нагружения. Частота нагружения при испытании должна быть такой, чтобы деформация испытываемого стента была не менее чем деформация стента в определенных физиологических условиях. Испытания на усталость следует проводить в соответствующих рабочих средах, таких, например, как физиологический раствор. Испытания следует проводить при нормальной физиологической температуре.

Описанные в литературе устройства по определению усталостной долговечности стентов чаще всего основаны на использовании изменения диаметра полимерной трубки, имитирующей кровеносный сосуд, в которую помещён стент соответствующего диаметра [1-3]. В трубку под давлением подаётся жидкость (как правило, физиологический раствор). Под воздействием давления жидкости трубка увеличивается в диаметре, имитируя увеличение диаметра сосуда при увеличении кровяного давления. Давление в системе данных установок пульсирует с частотой 70-100 Гц и подбирается таким образом, чтобы максимальное увеличение диаметра полимерной трубки составляло 5%. Применяются также установки, где используется циклический изгиб по оправке [4].

Установки по определению усталостной долговечности стентов в основном представлены зарубежными фирмами. В ИФПМ СО РАН была разработана сравнительно простая исследовательская установка, в которой циклическое нагружение реализуется по схеме «изгиб с вращением». Такая схема нагружения обеспечивает наиболее жёсткий режим испытаний, чем схемы с пульсирующим диаметром и изгибом по оправке. Стенты, выдержавшие испытания на установке по схеме изгиба с вращением, с гарантией сохранят целостность в условиях их реальной эксплуатации.

Фотография разработанной установки приведена на рисунке 1а, схема нагружения стента при испытаниях приведена на рисунке 1б.

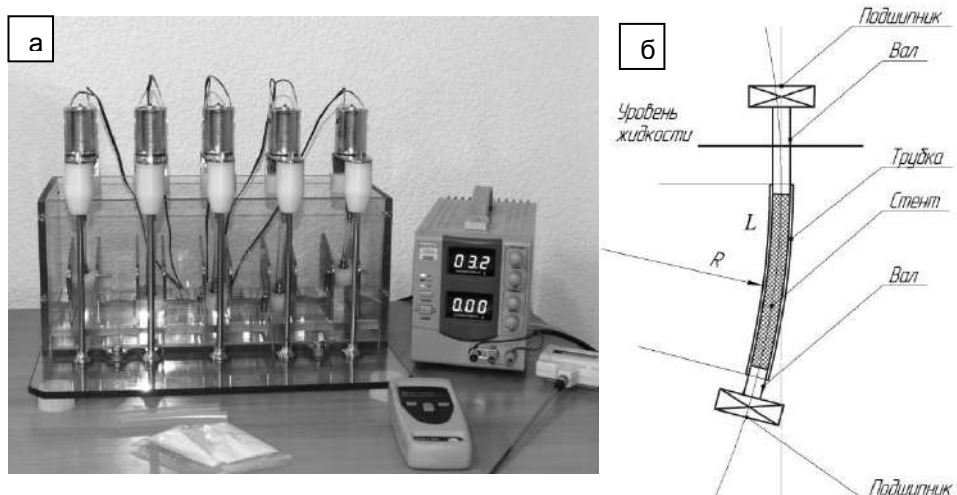


Рисунок 1 – Установка по определению усталостной долговечности стентов (а) и схема нагружения стента (б)

Для проведения испытаний стент помещается внутрь силиконовой трубки, диаметр которой соответствует диаметру кровеносного сосуда, в котором будет использоваться данный стент. Концы трубки закрепляются на валах, которые в свою очередь расположены в подшипниках. Верхний подшипник имеет постоянное положение, нижний подшипник расположен на платформе и может перемещаться, что позволяет менять радиус изгиба трубки  $R$  и, соответственно, степень деформации элементов стента. В изготовленном варианте на установке имеется 5 независимых валов. Платформа с нижними подшипниками, трубки со стентом, нижний вал и часть верхнего вала находятся в резервуаре, который заполнен физиологическим раствором. Резервуар выполнен из прозрачного полимерного материала. Валы имеют отверстия, для того чтобы физиологический раствор циркулировал внутри трубки и омывал стент во время испытаний. Внутри резервуара расположен радиатор из медной трубки, по которому постоянно прогоняется жидкий теплоноситель с постоянной температурой, которая поддерживается с помощью термостата. Температура теплоносителя подбирается таким образом, чтобы температура физиологического раствора в процессе испытаний имела температуру  $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ . Вращение валов осуществляется электродвигателями постоянного тока, расположенными сверху на специальных кронштейнах. Максимальная частота вращения составляет 60 Гц, при этом частоту можно задавать независимо для каждого стента. В таком исполнении одновременно можно испытывать 5 стентов как одинакового типоразмера с одинаковым или различным радиусом изгиба полимерной трубки, так и разных типоразмеров. При этом для каждого элемента стента в процессе испытаний реализуется циклическое нагружение с коэффициентом асимметрии цикла  $R = -1$ .

Для определения усталостной долговечности стентов каждый стент после определённого числа циклов снимается с установки и осматривается визуально или с использованием оптического микроскопа. В случае обнаружения разрушения какого-либо элемента стента дальнейшее циклирование прекращается, в противном же случае испытание продолжается. Для регламентированного для стентов количества циклов ( $4 \times 10^8$  циклов), по-видимому, осмотр целесообразно проводить не чаще, чем через  $5 \times 10^7$  циклов.

На изготовленной установке были проведены контрольные испытания саморасширяющихся стентов из сплава на основе никелида титана диаметром 8 мм и длиной 60 мм. Температура физиологического раствора составляла  $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ , частота вращения вала - 50 Гц. Радиус изгиба был выбран равным 250 мм, что соответствует деформации элементов стента при увеличении диаметра стента на 5%.

На рисунке 2а показано разрушение элемента стента, которое произошло после  $12 \times 10^6$  циклов. Поверхность усталостного разрушения представлена на рисунке 2б.

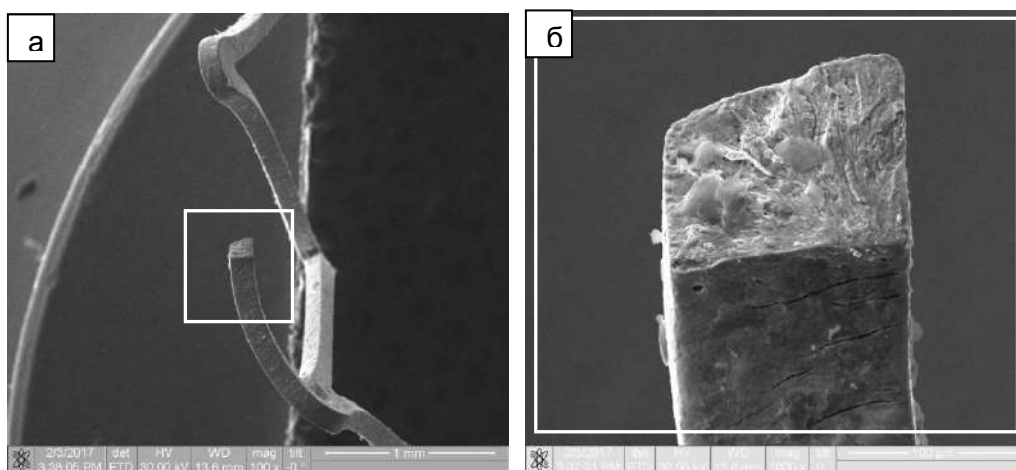


Рисунок 2 – Разрушение элемента конструкции стента (а), поверхность разрушения (б)

Таким образом, разработанная установка по определению усталостных характеристик внутрисосудистых стентов соответствует требованиям нормативных документов и может быть использована для проведения ускоренных усталостных испытаний.

Работа выполнена при финансовой поддержке проекта ФЦП № 14.578.21.0118, уникальный идентификатор проекта RFMEFI 57815X0118.

#### **Список литературы:**

1. Konstantinos K. Kapnisis, Dina O. Halwani, Brigitta C. Brott, Peter G. Anderson, Jack E. Lemons, Andreas S. Anayiotos. Stent overlapping and geometric curvature influence the structural integrity and surface characteristics of coronary nitinol stents // *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials* 20 (2013) 227–236. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmbbm.2012.11.006>
2. Konstantinos Kapnisis, Georgios Constantinides, Harry Georgiou, Daniel Cristea, Camelia Gabor, Daniel Munteanu, Brigitta Brott, Peter Anderson, Jack Lemons, Andreas Anayiotos. Multi-scale mechanical investigation of stainless steel and cobalt–chromium stents // *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials* 40 (2014) 240–251. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmbbm.2014.09.010>
3. Farhatnia Y, et al, Next generation covered stents made from nanocomposite materials: A complete assessment of uniformity, integrity and biomechanical properties. *Nanomedicine: NBM* 2016; 12:1-12. <http://dx.doi.org/10.1016/j.nano.2015.07.002>
4. Alexander Nikanorov, H. Bob Smouse, Karim Osman, Michael Bialas, Sanjay Shrivastava, and Lewis B. Schwartz. Fracture of self-expanding nitinol stents stressed in vitro under simulated intravascular conditions // *Journal of vascular surgery* (2008) 435 – 440. [doi:10.1016/j.jvs.2008.02.029](http://dx.doi.org/10.1016/j.jvs.2008.02.029)

## РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РЕЖИМОВ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКИХ ОБРАБОТОК ДЛЯ ЗАДАНИЯ ФОРМЫ ВНУТРИСОСУДИСТЫХ СТЕНТОВ ИЗ НИКЕЛИДА ТИТАНА

<sup>1,2</sup>Лотков А.И., <sup>1</sup>Кашин О.А., <sup>1</sup>Круковский К.В., <sup>1</sup>Гришков В.Н., <sup>3</sup>Кудряшов А.Н.

<sup>1</sup>Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, г. Томск, Россия

<sup>2</sup>НИ Томский государственный университет, г. Томск, Россия

<sup>3</sup>ООО «Ангиолайн», г. Новосибирск, Россия, E-mail: okashin@ispms.tsc.ru

Саморасширяющиеся стенты из сплавов на основе никелида титана используются при проведении эндоваскулярных операций для восстановления просвета периферических кровеносных сосудов у пациентов с развитым стенозом. В России при проведении таких операций применяют преимущественно стенты зарубежного производства. Авторами данной статьи разработан лабораторный технологический регламент изготовления стентов двух типоразмеров:

длина 30 мм, диаметр 4 мм;

длина 60 мм, диаметр 8 мм.

Заготовки стента готовили лазерной вырезкой из тонкостенной трубки из никелида титана (рис. 1а), затем заготовку помещали на формообразующую оправку и отжигали в соляной ванне для задания одного из указанных выше размеров стента.

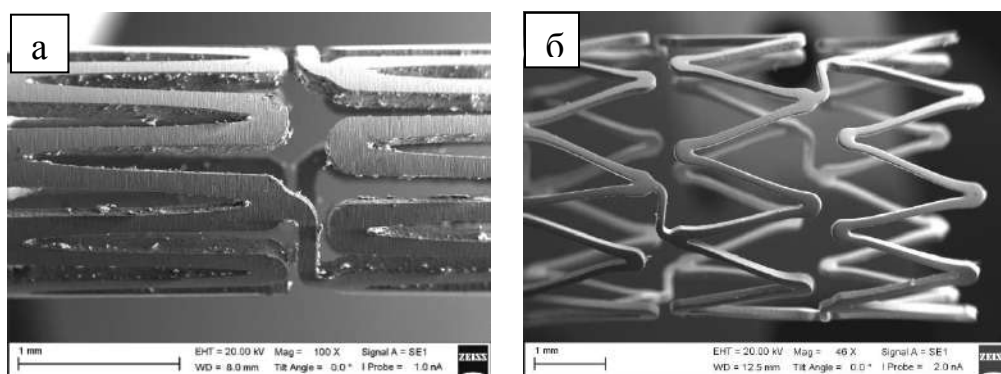


Рисунок 1 – Заготовка стента после лазерной вырезки из трубки (а), дизайн стентов (б)

Использованные дизайны стентов представлены стратами, образующих короны из V-образных элементов, соединённых перемычками (рис. 1б). Стенты с конечным диаметром 4 мм состоят из 9 V-образных элементов на диаметр и 13 корон на длину с высотой короны в нераскрытом состоянии 1,7 мм, стенты диаметром 8 мм - 12 V-образных элементов и 18 корон с высотой 2,48 мм.

При выборе температуры и длительности отжигов на стадии задания формы стентам необходимо учитывать несколько условий. Во-первых, для получения необходимых механических свойств стента при температуре его использования (температура человеческого тела) весь объём материала стента должен находиться в B2-фазе. Для того, чтобы исключить вероятность наличия остаточной мартенситной фазы, температура конца обратного мартенситного превращения (перехода основного объёма материала стента в B2-фазу) в результате проведения всех отжигов должна быть меньше температуры человеческого тела, желательно, не менее чем на 20 °С. Во-вторых, на промежуточных отжигах стента на оправках желательно минимизировать температуру и время отжигов. В то же время, выбранные температура и время отжигов должны обеспечивать сохранение заданной стенту формы после снятия его с оправки. В-третьих, формирующаяся в результате отжигов микроструктура должна обеспечить восстановление формы при освобождении стента из катетера при имплантации в кровеносный сосуд не менее 97 %.

При размещении заготовки на оправке V-образные элементы раскрываются. Для исследованных дизайнов при равномерном раскрытии на конечный диаметр максимальная деформация в отдельных участках составляет около 10 %. В некоторых случаях вследствие неоднородного расширения V-образных элементов при размещении заготовки на оправке максимальная деформация может достигать 20 %.

Такие деформации могут оказаться достаточными для разрушения отдельных элементов стента (рис. 2).

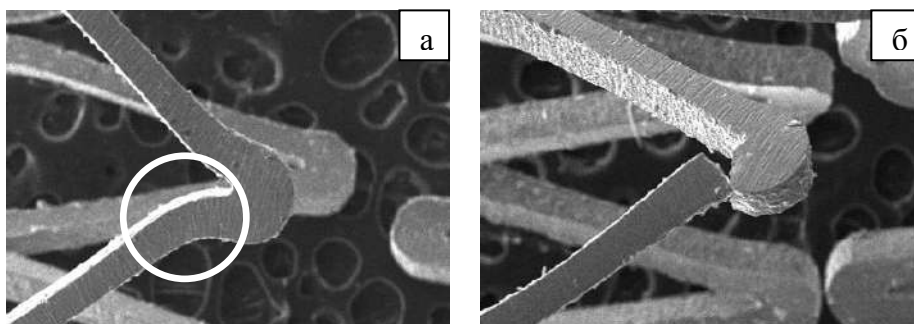


Рисунок 2 – Разрушение (а) и деформация (б) страты стента типоразмера 4×30 мм при размещении заготовки стента после лазерной вырезки на оправке диаметром 4 мм

Для предотвращения критической деформации и разрушения элементов стента при размещении заготовки на оправке в настоящей работе использовали ступенчатое увеличение диаметра оправок для задания нужного диаметра стента с проведением отжигов на каждом диаметре. При этом стремились минимизировать количество промежуточных отжигов исходя из оценки степени деформации при переходе с одной оправки на последующую. Оценки показывают, что для того, чтобы максимальная деформация не превышала 5 % на каждом этапе относительное увеличение диаметра оправки должно быть в пределах 20÷50 %. Такая величина деформации стента может быть обеспечена за счёт задания преимущественно неупругой деформации, что снизит вероятность разрушения стентов. Этот результат можно реализовать при деформации заготовки стента в процессе его расширения при размещении на формообразующей оправке вблизи температуры начала прямого мартенситного превращения (МП). На каждом этапе отжиг проводили в течение 20 минут при 500 °С с последующей закалкой в воде. Изменение температур МП, определённых по температурной зависимости электросопротивления на модельных образцах, вырезанных из исходной трубки, в зависимости от суммарного времени отжига приведено на рисунке 3.

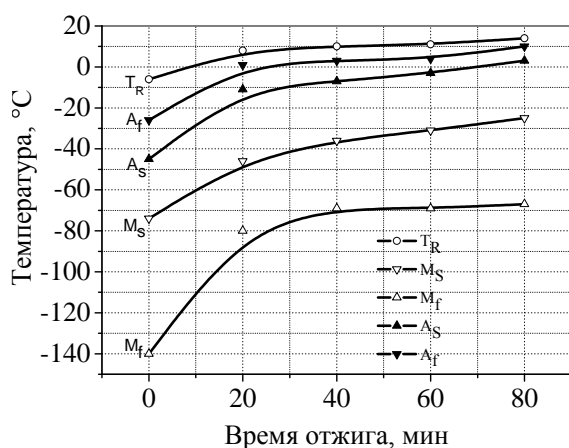


Рисунок 3 – Изменение температур МП в зависимости от суммарного времени отжига при 500 °С

Видно, что с каждым последующим отжигом температуры МП смещаются в область более высоких температур. Тем не менее, даже после четырёх последовательных отжигов температура конца обратного МП  $A_f$  более чем на 20 °С ниже температуры человеческого тела, что позволяет использовать такие стенты для имплантации.

В результате описанной термомеханической обработки стенты принимали форму с заданным диаметром. При снятии стентов с оправки не происходило какого-либо заметного возврата диаметра, что свидетельствует о достаточно полной релаксации

внутренних напряжений. Величина формовосстановления при температуре человеческого тела после предварительной деформации стента радиальным обжатием, не превышающим 8 %, составляет 100 %.

Формирование достаточно высоких внутренних ориентированных напряжений, которые в обогащённых никелем сплавах на основе TiNi возникают при определённых температурах отжига в образцах или изделиях под нагрузкой, может оказать отрицательное влияние. Так, проведение отжигов заготовок стентов на первоначальных этапах задания формы при 300 и 400 °С привело к формированию внутренних напряжений, стремящихся вернуть заготовку к первоначальному диаметру. О наличии в материале остаточных внутренних напряжений свидетельствует некоторое уменьшение заданного диаметра после снятия заготовки с оправки. При термообработках при  $T \leq 400$  °С двойных сплавов на основе никелида титана с избыточным содержанием никеля относительно эквивалентного состава идут процессы старения - формирование предвыделений и мелкодисперсных частиц фазы  $Ti_3Ni_4$ . Вблизи частиц формируются локальные микронапряжения. В результате при отжигах при температурах  $T \leq 400$  °С в заготовках образуется устойчивое структурно-фазовое состояние с высоким уровнем внутренних напряжений, ориентированных противоположно действию внешних напряжений.

При последующем погружении заготовок стента на оправке в соляную ванну при температуре 500 °С возникающие в начальный момент за счёт реализации эффекта памяти формы реактивные напряжения, стремящиеся вернуть заготовку к первоначальному диаметру, складываются с внутренними напряжениями, в результате чего за счёт трения заготовки по оправке или несимметричного погружения заготовки в расплав происходит неоднородное раскрытие V-образных элементов, развитию в них значительных напряжений и деформаций – иногда вплоть до саморазрушения стентов (рис. 4).

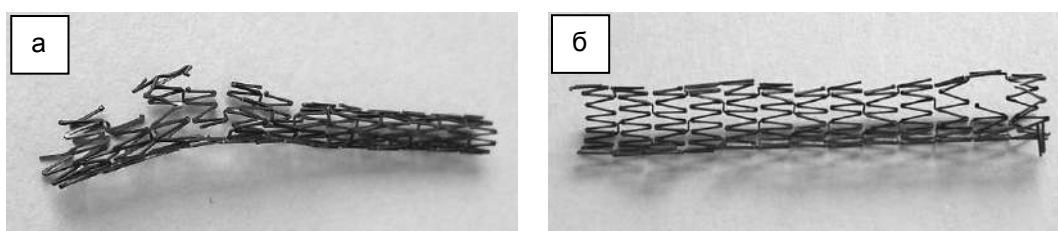


Рисунок 4 – Нарушение целостности стентов с диаметром 4 мм при погружении в соляную ванну с температурой 500 °С после предварительных отжигов при 300 (а) или 400 (б) °С

Таким образом, использованный в настоящей работе режим термомеханических обработок на этапе задания формы саморасширяющимся стентам из никелида титана при их изготовлении может быть рекомендован в качестве основы при разработке промышленной технологии производства таких стентов. Однако при окончательном выборе технологического режима необходимо учитывать формирующиеся при этом функциональные и механические свойства стентов, которые во многом определяются режимами термомеханических обработок.

Работа выполнена при финансовой поддержке проекта ФЦП № 14.578.21.0118, уникальный идентификатор проекта RFMEFI 57815X0118.

**СОВРЕМЕННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И ОБОРУДОВАНИЕ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА  
ТРУБНЫХ СТАЛЕЙ**

**Краснов М.Л., Шалашова М.В., Звягина Е.Ю.**

ФГБОУ ВО «МГТУ им. Г.И. Носова», г. Магнитогорск, Россия,  
E-mail: Krasnov.mi@mmk.ru, ritashal@rambler.ru, zviagina\_mmf@mail.ru

Толстолистовой прокат является одним из основных видов продукции черной металлургии. Им обеспечиваются такие крупные отрасли промышленности, как трубная, топливно-энергетическая, судостроительная, мостостроительная и другие. К продукции этих отраслей применяются жесткие требования по качеству.

Общая тенденция развития производства трубных сталей связана с измельчением действительного зерна феррита с 8 мкм в 1970 г. для стали класса прочности К56 и до 1 - 2 мкм для стали класса прочности К70. Измельчение зерна является единственным механизмом, повышающим одновременно прочность и хладостойкость металла. Развитие трубных сталей представлено в таблице 1.

Таблица 1 – Развитие трубных марок сталей

	2003 г.	2005 г.	2010 г.	2015 г.
Диаметр труб	До 1020 мм - одношовные До 1220 мм - двухшовные	До 1420 мм - одношовные	До 1420 мм - одношовные	До 1420 мм - одношовные
Толщина	До 26 мм	До 36 мм	До 26 мм	До 22-40 мм
Давление	7,5 МПа	10 МПа	12 МПа	15 МПа
Марка стали	10Г2ФБЮ, X70	X80	X100	X120
Химический Состав	C≤0,10%; Mn≤1,75%; V, Nb, Ti; S≤0,005%	C≤0,08 %; Mn≤1,80%; V, Nb, Ti, Cu, Mo; S≤0,005%	C≤0,07 %; Mn≤2,00 %; V, Nb, Ti, Cu, MoNi; S≤0,003%	C≤0,05 %; Mn≤2,00 %; V, Nb, Ti, Cu, Mo, Ni, B; S≤0,003%

На сегодняшний день в связи с изменением условий эксплуатации и строительством новых трубопроводов в северных районах Сибири, сейсмически активных горных районах Забайкалья и Приамурья, а также в морских условиях (подводных), требования к штрипсовому прокату значительно повышены и включают следующее:

*эксплуатационные требования:* повышение толщины стенки до 50 мм, увеличение диаметра до 1420-1620мм, использование сталей категорий прочности до X80 с повышенной ударной вязкостью, освоение производства труб категорий X100-X120, обеспечение надежности транспортировки газа с учетом коррозионных проблем, увеличение давления в трубопроводе до 84 – 120 атмосфер, повышение хладостойкости до температур - 60°C.

*металлургические требования:* контролируемая прокатка + ускоренное охлаждение (КП+УО), повышение чистоты стали по вредным примесям (S < 0,002-0,003 %, P < 0,15%) и неметаллическим включениям, снижение содержания газов (H<sub>2</sub>< 3 см<sup>3</sup>/100 г, N<sub>2</sub><0,006%), снижение содержания углерода, модифицирование сульфидов кальцием при содержании Ca/Al> 0,14 и 1,5<Ca/S<2,0; улучшение микроструктуры слэбов и снижение сегрегации; высокая однородность по механическим свойствам.

*металловедческие направления:* измельчение зерна феррита, использование субструктурного и дисперсионного упрочнения, переход от феррито-перлитной к феррито-бейнитной структурам в зависимости от требуемого уровня прочности, микролегирование стали ниобием и ванадием, замена твердорастворного упрочнения дисперсным.

Для производства применяются толстолистовые станы - одно- и двухклетевые. Одно из последних достижений толстолистовой прокатки - освоение станов 5000 на



ОАО «ММК» и в г. Выкса. Развитие крупнейшего оборудования для производства листовой стали направлено на получение новой продукции с уникальными свойствами.

Процесс контролируемой прокатки (КП) как один из прогрессивных способов упрочнения проката широко используется в массовом промышленном производстве низколегированных сталей для газопроводных труб большого диаметра. Это наиболее эффективный способ измельчения зерна при котором в стали возможно одновременное улучшение прочности, вязкости и снижение температуры вязко-хрупкого перехода.

На современных толстолистовых станах возможна реализация термомеханической прокатки, при которой лист прокатывается в клетки в два (три) этапа, с учётом температурных требований и требований обжатий по толщине. Ускоренное контролируемое охлаждение после прокатки установка воздушных ножей позволяют осуществить термическое упрочнение толстолистовой стали с прокатного нагрева [19-20]. штабельное складирование раскатов служит для замедленного охлаждения и водородной эффузии и т.д.

Отделочная операция - правка толстых листов в роликоточильных машинах применяется для получения нужной плоскостности. Упругопластический изгиб осуществляется пропуском проката через правильные ролики, расположенные в шахматном порядке. Широкое распространение получили роликоточильные машины немецкой фирмы SMS Siemag. Индивидуальное регулирование правильных роликов с помощью гидроцилиндров и клиновых пар позволяет выводить из процесса отдельные ролики и править лист с пятью рабочими роликами вместо девяти. Это позволяет использовать более крупный шаг правильных роликов и увеличить диапазон правки на ~ 50 %.

Улучшения качества и снижения себестоимости продукции можно достигнуть за счет модернизации и автоматизации клетей прокатных станов. Применения высокоэффективной технологии производства механического и гидравлического оборудования, современного оборудования для автоматизации и управления процессом, комплексного подход к производственным ноу-хау и возможностям обучения производственного и обслуживающего персонала.

Системы управления и технология прокатки толстых листов[12-15]:

Гидравлическая система управления толщиной за счет регулирования раствора валков. Регулировка раствора валков достигается действием двух гидроцилиндров, расположенных как с верхней, так и с нижней частей станины клетки между опорной подушкой и нажимным винтом.

Изгиб крупных валков. В процессе прокатки усилие изгиба валков меняется в соответствии с изменениями усилия прокатки.

Модель толстолистовой прокатки включает уравнения и формулы для расчета параметры прокатки для выбранной схемы прокатки, с учетом ограничений, накладываемых особенностями стана и выпускаемой продукции.

#### **Список литературы:**

1. Некит В.А., Платов С.И., Курбаков И.А., Голев А.Д. Экспериментальное исследование опережения и отставания при прокатке//Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. -2015. -№ 1. -С. 52-54.
2. Некит В.А. Механическая модель процесса прокатки-волочения тонких полос//Моделирование и развитие процессов ОМД. -2014. -С. 114-118.
3. Некит В.А. О положении нейтрального сечения в очаге пластической деформации при прокатке полос// Моделирование и развитие процессов ОМД. -2012. - С. 137-138.
4. Некит В.А. Условия трения и упругого сжатия валков при холодной прокатке листов и полос//Моделирование и развитие процессов ОМД. -2009. -С. 101-104.
5. Некит В.А. Теоретическое обоснование условия захвата при установившемся процессе холодной листовой прокатки// Моделирование и развитие процессов ОМД. - 2013. - С.72-75.
6. Денисов П.И., Некит В.А., Чернов Н.К., Хозиков В.С. Изменение неплоскостности прокатных биметаллических материалов на отделочной стадии

изготовления Электронная техника. Серия 8: Управление качеством и стандартизация. -1981. -№ 5. -С. 3-4.

7. Денисов П.И., Некит В.А. Коробление узких холоднокатаных полос Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. -1983. -№ 1. -С. 67-69.

8. Денисов П.И., Тулупов С.А., Некит В.А., Скороходов С.Н. Условие нарушения сплошности листа при его неравномерной деформации по ширине Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. -1974. -№ 9. -С. 94-96

9. Салганик В. М., Денисов С. В., Набатчиков Д. Г., Корешков С. В. Исследование неплоскостности толстолистного проката на стане 5000 ОАО ММК на основе анализа температурных полей раскатов // Черные металлы. 2011. Спец. выпуск. С. 67 — 69.

10. Голи-Оглу Е. А., Эфрон Л. И. Неравномерность механических свойств толстолистного проката после контролируемой прокатки с ускоренным охлаждением // Металлург. 2013. № 1. С. 58 — 63.

11. Шевченко Е.А., Столяров А.М., Шаповалов А.Н. Изучение качества слябовой заготовки, отлитой на криволинейной МНЛЗ с вертикальным участком // Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И.Носова. 2013. № 1 (41). С. 27-30.

12. Повышение качества толстых листов за счет использования прокатки с регулируемым обжатием, обеспечиваемым системой АСУ ТП реверсивного стана 5000 ОАО «Северсталь» / Н.Б.Скорохватов,

13. Румянцев М.И. Методика разработки режимов листовой прокатки и ее применение // Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. 2003. № 3. С. 16-18.

14. Платов С.И., Дёма Р.Р., Харченко М.В., Ларкин К.Е., Горбунов А.В., Кузнецов А.В., Ветренко А.Г. Разработка рекомендаций по повышению энергоэффективности эксплуатации системы подачи технологической смазки при прокатке на НШСГП 2000 ОАО «ММК» Сталь. 2012. № 2. С. 52-55.

15. Платов С.И., Дёма Р.Р., Зубарева М.В. Совершенствование системы охлаждения рабочих валков черновой группы клетей стана 2000 Г.П. ОАО «ММК» Актуальные проблемы современной науки, техники и образования. 2011. № 2. С. 171-173.

16. Платов С.И., Дёма Р.Р., Ярославцев А.В., Мартынова У.Д., Ахметова К.К., Амиров Р.Н. Исследование и оценка загруженности главных приводов непрерывной группы клетей стана 2000 горячей прокатки в зависимости от сортамента выпускаемой продукции Производство проката. 2014. № 2. С. 13-1

17. Платов С.И., Амиров Р.Н., Дёма Р.Р., Ярославцев А.В., Гатаулина Ю.Х., Мартынова У.Д. Влияние смазочного материала на изменение энергосиловых параметров прокатки в непрерывной группе клетей стана 2000 горячей прокатки ОАО «магнитогорский металлургический комбинат» Производство проката. 2013. № 11. С. 09-14.

18. Платов С.И., Дёма Р.Р., Лукьянов С.И. Разработка и внедрение технологии охлаждения прокатных валков с целью повышения их эксплуатационных характеристик на широкополосном стане 2000 ОАО «ММК» Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. 2012. № 2. С. 100-101.

19. Нагрев металла и эксплуатация методических печей толстолистного цеха // технологическая инструкция. к-т “Азовсталь”, Мариуполь-1995г.

20. Освоение устройств контролируемого охлаждения листа в потоке стана 5000 ОАО «Северсталь» / Ю.И.Липунов, К.Ю.Эйсмундт, Г.Г.Траянов и др. // Сталь. 2005. № 3. С. 55-61.

21. Платов С.И. Совершенствование технических параметров обработки гибким инструментом катанки и проволоки перед волочением // Сталь – 2005 - № 5 – С. 84-86.

22. Платов С.И., Терентьев Д.В., Морозов С.А. Волочение катанки и проволоки с регламентируемым микрорельефом поверхности // Производство проката. – 2002. - № 4. – С. 27-28.

23. Платов С.И., Морозов С.А., Терентьев Д.В. Способы получения катанки с регламентированным микрорельефом поверхности и особенности ее волочения. В

сборнике: Фазовые и структурные превращения в сталях. Магнитогорск, 2002. С. 333-338.

24. Платов С.И., Дема Р.Р., Кувшинов Д.А. Устройство для распыления жидкости. Патент на полезную модель RUS 110663 14.06.2011.

25. Платов С.И., Терентьев Д.В., Урцев В.Н., Морозов С.А. Способ подготовки поверхности заготовки для волочения. Патент на изобретение RUS 2196652 27.06.2001.

26. Платов С.И., Белов В.К., Анцупов В.П., Терентьев Д.В., Анцупов А.В., Анцупов А.В. Исследование микрорельефа поверхности катанки и проволоки после обработки. Вестник машиностроения. 2005. № 4. С. 29-31.

27. Платов С.И., Терентьев Д.В., Урцев В.Н., Морозов С.А., Макачук А.А., Славин В.С. Способ формирования микрогеометрии поверхности катанки и мелкого сорта, патент на изобретение RUS 2196650 27.06.2001

28. Огарков Н.Н., Шеметова Е.С. Влияние параметров шероховатости на сцепление оболочки и сердечника при волочении биметаллической проволоки В сборнике: Современные методы конструирования и технологии металлургического машиностроения, Под редакцией Н.Н. Огаркова. Магнитогорск, 2015. С. 15-17.

29. Шеметова Е.С., Огарков Н.Н. Оценка длины контакта криволинейной волоки с деформируемым материалом с учетом ее упругой деформации Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. 2010. № 2. С. 38-40.

30. Огарков Н.Н., Шеметова Е.С. Оценка устойчивости пластической деформации оболочки при волочении биметаллической проволоки. Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. 2012. № 1. С. 34-37.

## ВЫБОР НАПЛАВОЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ РОЛИКОВ МАШИН НЕПРЕРЫВНОГО ЛИТЬЯ ЗАГОТОВОК С ПОВЫШЕННОЙ ИЗНОСОСТОЙКОСТЬЮ И ТЕРМОСТОЙКОСТЬЮ

Огарков Н.Н., Платов С.И., Суфьянов Д.В.

ФГБОУ ВО «МГТУ им. Г.И. Носова», г. Магнитогорск, Россия,  
E-mail: ogarkovnikolai@mail.ru, psipsi@mail.ru, dimkin77777@gmail.com

Исследование состояния рабочих поверхностей роликов МНЛЗ после их эксплуатации показало, что они включают участки с сеткой разгара, с локальными впадинами, с изношенным грубым микрорельефом и с налипшей окалиной [1]. Взаимодействие такой поверхности с непрерывно-литой заготовкой сопровождается вдавливанием окалины внутрь металла, что в дальнейшем провоцирует дефект «вкатанная окалина» при производстве горячекатаного проката [2,3,4]. С целью уменьшения износа роликов и появления на них сетки разгара и выкрошек применяют износостойкие и термостойкие материалы [5,6,7,8].

Анализ материалов, используемых для наплавки роликов машины непрерывного литья заготовки (МНЛЗ) в России и за рубежом, показал, что в основном используются наплавочные материалы: Суготесор, ПП25Х5ФМС, Св.18Х17МГС, Св.20Х13 и Св.20ХГСНМ.

С целью сопоставления их износостойкости и термостойкости в лабораториях ФГБОУ ВО «МГТУ им. Г.И. Носова» (г. Магнитогорск, Россия) были проведены эксперименты на образцах, наплавленных вышеотмеченными материалами. За критерий износа принимали линейный износ образцов после их истирания на установке, имитирующей проскальзывание между роликом и непрерывнолитой заготовкой (НЛЗ). Схемы испытаний образцов на износ и термостойкость представлены на рисунке 1.

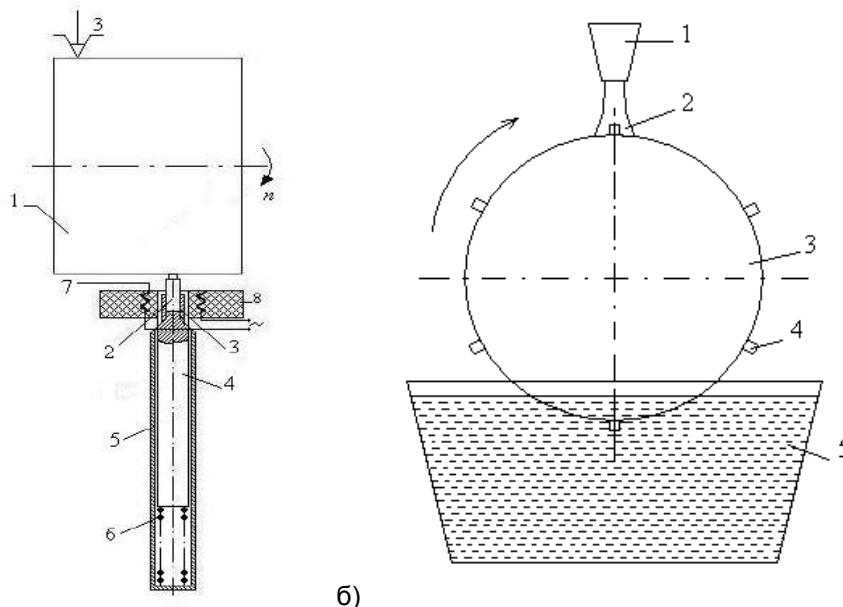


Рисунок 1 – Схемы испытаний образцов на износ (а) и термостойкость (б):  
а): 1 – барабан 2 - образец ролика; 3 – выступ держателя; 4 – держатель; 5 – корпус;  
6 – пружина; 7 – нагревательный элемент; 8 – мини-печь  
б): 1 – сопло горелки; 2 – факел пламени; 3 – диск; 4 – образец;  
5 – охлаждающая жидкость

За единицу износостойкости принята величина обратная износу. Термостойкость характеризовали величиной, обратной суммарной длине трещин на поверхности образца.

Результаты износа образцов при температуре 235°C приведены на рисунке 1.

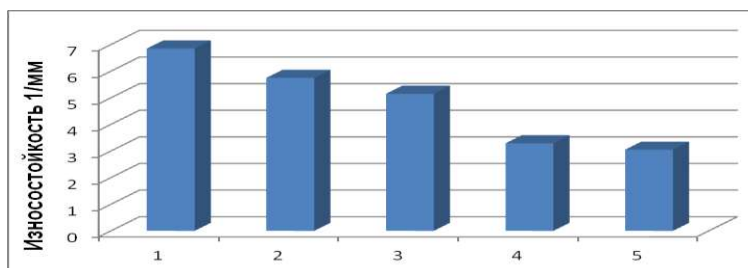


Рисунок 2 – Износостойкость наплавочных материалов при температуре 235°C:  
1-Сугомсоре; 2- Св.18Х17МГС; 3-ПП25Х5ФМС; 4-Св20Х13; 5-Св.20ХГСНМ

Наибольшую износостойкость показал наплавочный материал Сугомсоре 410, а наименьшую Св.20ХГСНМ. Хорошие показатели по износостойкости продемонстрировали отечественные наплавочные материалы Св.18Х17МГС и ПП25Х5ФМС.

Сопоставление относительной износостойкости наплавочных материалов между собой при температуре 235°C, а также с результатами относительного износа, без предварительного подогрева приведены на рисунке 3. За единицу относительной износостойкости принята износостойкость наплавочного материала Св.20ХГСНМ.



Рисунок 3 – Относительная износостойкость наплавочных материалов:  
1 – Сугомсоре 410 N-0; 2 – Св.18Х17МГС; 3 – НпПП25Х5ФМС; 4 – Св20Х13; 5 – Св.20ХГСНМ  
■ – испытание при t=235°C; ■ – испытание при t= 20°C

Анализ величин относительных значений износостойкости наплавочных материалов, используемых для наплавки рабочих поверхностей роликов МНЛЗ, показал, что относительная износостойкость наплавочных материалов слабо зависит от температуры в диапазоне от 20°C до 235°C за исключением наплавочного материала ПП25Х5ФМС.

Повышение относительной износостойкости наплавочного материала ПП25Х5ФМС связано с тем, что он имеет наибольшую термостойкость из выше исследованных отечественных материалов (рис. 4).

Результаты испытаний на термостойкость приведены на рисунке 4.

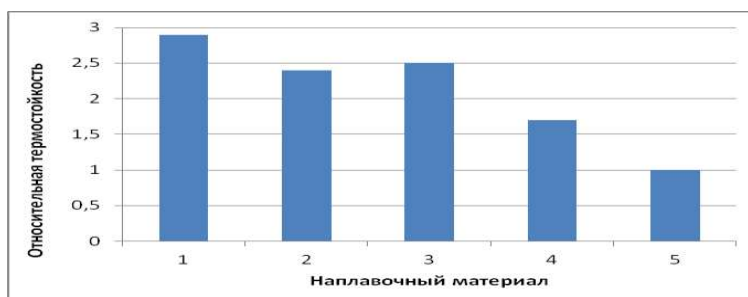


Рисунок 4 – Относительная термостойкость наплавочных материалов:  
1 – Сугомсоре 410 N-0; 2 – Св.18Х17МГС; 3 – Нп ПП25Х5ФМС; 4 – Св.20Х13;  
5 – Св.20ХГСНМ

Таким образом, наибольшую износостойкость и термостойкость имеет наплавочный материал Сугомсоре. Этот материал имеет высокую стоимость и не производится отечественной промышленностью. Наплавочный материал 25Х5ФМС несколько уступает по термостойкости зарубежному аналогу Сугомсоре 410 N-0, но

превосходит все испытанные отечественные аналоги. Материал Св.18Х17МГС имеет более высокую износостойкость, но меньшую термостойкость по сравнению с материалом ПП25Х5ФМС.

Наплавочные материалы для роликов МНЛЗ, как и материалы, используемые для изготовления прокатных валков, относятся к труднообрабатываемым [9,10,11]. Их коэффициент обрабатываемости по данным [12] относительно стали 45 составляет  $K=0,22...0,3$ .

Учитывая, что материал ПП25Х5ФМС имеет меньше легирующих элементов, одинаковую обрабатываемость с другими исследованными материалами ( $K=0,22$ ) и является более дешевым, он является более предпочтительным для наплавки роликов МНЛЗ. Наихудшие показатели имеет материал Св.20ХГСНМ и поэтому, несмотря на несколько лучшую обрабатываемость ( $K=0,23$ ), он не рекомендуется для наплавки роликов, используемых в секциях с высокой теплонапряженностью и с большими нагрузками.

### Список литературы:

1. Огарков Н.Н., Суфьянов Д.В. Оценка состояния рабочего поверхностного слоя роликов МНЛЗ // Процессы и оборудование металлургического производства: межрегион. сб. науч. тр. / под ред. Платова С.И. Вып. 8. Магнитогорск: ГОУ ВПО «МГТУ», 2009.-С. 149-153.

2. Суфьянов Д.В., Огарков Н.Н. Экспериментальное исследование процесса образования дефекта «вкатанная окалина» с учетом взаимодействия металла с валком // Производство проката. -2009. -№3. -С. 2-4.

3. Платов С.И., Некит В.А., Огарков Н.Н., Шалашова М.В., Галиулина Е.С., Бигеева С.В. Расчет технологических параметров горячей прокатки тонких листов в непрерывной группе литейно-прокатных агрегатов // Развитие технических наук в современном мире: сб. науч. тр. по итогам междунар. науч.-практ. конференции. 2015. С. 69-72.

4. Некит В.А., Шалашова М.В., Хамитов И.М., Галиулина Е.С., Бигеева С.В. Технологические параметры прокатки тонких полос на стане литейно-прокатного агрегата // Литейные процессы. 2015. №11. С. 54-58.

5. Платов С.И., Дема Р.Р., Зотов А.В. Модель формирования толщины плакированного слоя на деталях пар трения технологического оборудования // Вестник МГТУ им. Г.И. Носова. 2013. №1 (41). С. 69-72.

6. Блюменштейн В.Ю., Зайдес С.А., Киричек А.В., Мальсагов А.А., Матлин М.М., Платов С.И., Попов М.Е., Рахимьянов Х.М., Тамаркин М.А., Мураткин Г.В., Никитин Ю.В., Климова Л.Г., Бубнов А.С., Вулых Н.В., Ятло И.И. Технологические процессы поверхностного пластического деформирования. Монография / под ред. С.А. Зайдеса; представлено к изданию ИрГТУ. Иркутск, 2007.

7. Платов С.И., Огарков Н.Н., Терентьев Д.В. и др. Развитие теории и технологии проектирования машин, агрегатов и инструмента в процессах обработки давлением и резания // Вестник МГТУ им. Г.И. Носова. -2014. -№1 (45). -С. 112-114.

8. Платов С.И., Кандауров Л.Е., Железков О.С. Повышение надежности и долговечности деталей и узлов металлургического оборудования // Вестник МГТУ им. Г.И. Носова. 2009. №2. С. 50-55.

9. Томашев Л.А., Огарков Н.Н., Соколов В.Е., Гун Г.С., Гункин Ю.Г. Вальцетокарное дело. Челябинск, 1990.

10. Огарков Н.Н., Беляев А.И. Стойкость и качество прокатных валков. Монография. Магнитогорск: ГОУ ВПО «МГТУ», 2008.

11. Огарков Н.Н. Износ твердосплавных пластин с покрытиями при обработке прокатных валков. СТИН. 1984. №3. С. 33-35.

12. Гуревич Я.Л., Горохов М.В., Захаров В.И. и др. Режимы резания труднообрабатываемых материалов: Справочник. 2-е изд., перераб. и доп. М.: Машиностроение. 1986. 240с.

**УЛУЧШЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРНОГО РЕЖИМА ПРОКАТНЫХ ВАЛКОВ  
ЗА СЧЕТ СОВЕРШЕНСТВОВАНИЯ ИХ ОХЛАЖДЕНИЯ  
В ПРОЦЕССЕ ПРОКАТКИ**

**Платов С.И., Некит В.А., Звягина Е.Ю., Терентьев Д.В.**

ФГБОУ ВО «МГТУ им.Г.И.Носова», г.Магнитогорск, Россия,

E-mail: psipsi@mail.ru, vladimir@nekit.info, zviagina\_mmf@mail.ru, ktnterentyev@mail.ru

Эффективность охлаждения рабочих валков зависит от температуры охлаждающей воды, плотности контакта струи с поверхностью валка и от площади поверхности валка перекрываемой струями, выходящими из спрееров /1,2,3/.

Используя результаты измерений температуры валков после перевалки, и, учитывая, что толщина поверхностного слоя, подвергаемая значительным колебаниям температуры, не превышает 0,2-1,6 мм, т.е.  $R \approx r$ , получим следующие величины термических напряжений применительно к условиям прокатки стана 2000 ОАО ММК (табл.1) в зависимости от температуры охлаждающей воды.

Таблица 1 – Термические напряжения в поверхностном слое чугунных прокатных валков стана 2000 горячей прокатки

№ клетки	Температура охлаждения воды, °С	Термическое напряжение, МПа	Температура охлаждения воды, °С	Термическое напряжение, МПа	Температура охлаждения воды, °С	Термическое напряжение, МПа
7	25	8,03	35	5,80	45	3,58
8	25	6,30	35	4,07	45	1,83
9	25	5,27	35	3,04	45	0,80
10	25	6,65	35	4,41	45	2,17
11	25	4,63	35	2,40	45	0,15
12	25	5,98	35	3,74	45	1,50
13	25	4,98	35	2,73	45	0,49

Расчеты показывают, что применение охлаждающей воды с пониженной температурой (25°С) увеличивает термические напряжения в поверхностном слое по сравнению с существующей температурой охлаждающей воды (35°С) в 1,38...1,82 раза. Применение воды с температурой 45°С позволяет снизить напряжения в поверхностном слое валка по сравнению с существующими в 1,62 раза для седьмой клетки и 5,5 раза для 13 клетки.

Таким образом, повышение температуры охлаждающей воды до 45°С позволит повысить термостойкость рабочих валков клеток полчиистой и чистой групп.

Использование воды с пониженной температурой приводит к образованию больших термических напряжений и поэтому является неприемлемым для повышения эффективности отвода тепла с поверхности валка/4,5/.

Используемое рабочее давление воды 7,7...7,8 атм., является достаточным для обеспечения плотного контакта струи с поверхностью валка. Опыты показывают, что такого давления достаточно, чтобы «пробить» воздушную пленку, увлекаемую шероховатой поверхностью вращающейся цилиндрической детали со скоростью до 60 м/с. Повышение давления до 10 атм. и более незначительно повысит плотность контакта водяной струи с валком при существенном увеличении разбрызгивания струи воды при соприкосновении с поверхностью валка. Увеличение плотности контакта струи с валком целесообразно добиваться путем снижения потерь на трение о стенки выходной щели спреера.

Минимальные потери на трение струи о поверхность выходной щели спреера имеют место в том случае, если угол раскрытия щели спреера соответствует форме выходящей из него струи (рис. 1).

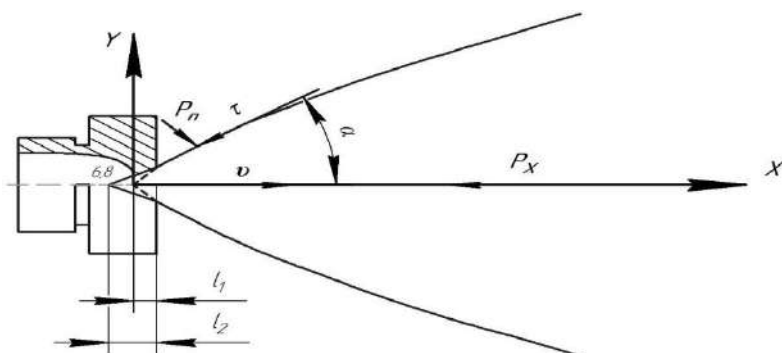


Рисунок 1 – К расчету формы струи и угла раскрытия щели спреера

Форму струи определяем исходя из наименьшего сопротивления в воздушной среде, характеризуемой вязкими свойствами.

Нормальное давление  $P_n$  на элемент поверхности струи пропорционально скорости оттеснения воздуха по нормали к ней:

$$P_n = \eta V_n = \eta V \sin \alpha, \quad (1)$$

где  $\eta$  - вязкость воздуха,  $P_n$  - составляющая скорости струи по нормали к ней. Элементарная сила трения струи о воздух

$$\tau = P_n f = \eta V f \sin \alpha, \quad (2)$$

где  $f$  - коэффициент трения струи о воздух;

$\alpha$  - угол, составляемый касательной к поверхности струи в рассматриваемой точке.

Проектируя все силы на ось  $x$ , запишем уравнение равновесия кольца струи шириной  $dS$  и радиусом  $y$ :

$$dP_x = \eta V (\sin^2 \alpha + f \sin \alpha \cos \alpha) 2\pi y dS \quad (3)$$

Полная сила  $P_x$  сопротивления движению струи вдоль оси  $x$

$$P_x = 2\pi\eta V \int_0^1 y (\sin^2 \alpha + f \sin \alpha \cos \alpha) \frac{dx}{\cos \alpha} \quad (4)$$

$$\sin \alpha = \frac{y'}{\sqrt{1+(y')^2}} \quad (5)$$

Подинтегральная функция с учетом выражений

$$F = y \frac{(y')^2 + fy'}{\sqrt{1+(y')^2}} \quad (6)$$

имеет вид:

Минимум силы  $P_x$ , связанный с минимумом подинтегрального выражения, определим исходя из частного случая уравнения Эйлера

$$F - y'Fy' = C_1 \quad (7)$$

Откуда получим:

$$y \frac{(y')^2 + fy'}{\sqrt{1+(y')^2}} - y'y' \frac{(y')^3 + 2y' + f}{[1+(y')^2]^{3/2}} = C_1 \quad (8)$$



$$\frac{y(y')^2(fy'-1)}{[1+(y')^2]^{3/2}} = C_1$$

Полученное соотношение преобразуем к виду  
Возвращаясь к тригонометрическим функциям, запишем

$$y = \frac{C_1}{\sin^2 \alpha (f \sin \alpha - \cos \alpha)} \quad (10)$$

Поскольку можно принять  $\frac{dy}{dx} = \operatorname{tg} \alpha$ , то  $dx = \frac{dy}{\operatorname{tg} \alpha}$ .  
Находим последовательно

$$dy = -C_1 \frac{3f \sin \alpha \cos \alpha - 2 \cos^2 \alpha + \sin^2 \alpha}{\sin^3 \alpha (f \sin \alpha - \cos \alpha)^2} da$$

$$dx = C_1 \frac{2 \cos^2 \alpha - \sin^2 \alpha - 3f \sin \alpha \cos \alpha}{\sin^3 \alpha (f \sin \alpha - \cos \alpha)^2 \operatorname{tg} \alpha} da$$

Совмещая решения, получим

$$x = C_1 \int \frac{2 \cos^3 \alpha - \sin^2 \alpha \cos \alpha - 3f \sin \alpha \cos^2 \alpha}{\sin^6 \alpha (f - \operatorname{ctg} \alpha)^2} da + C_2 \quad (12)$$

Решение является сложным. Поэтому для небольших значений углов  $\alpha$  принимаем  $\sin \alpha = \operatorname{tg} \alpha$ . В результате получится  $-y(y')^2 = C_1$ . (13)

Если положить  $C_1 = -1, C_2 = 0$ , то получим простое уравнение полукубической параболы  $x = \frac{2}{3} y^{3/2}$  или  $y = \frac{3}{2} x^{2/3}$ . (14)

Оптимальный угол раскрытия щели спреера определим из частного решения уравнения  $Fy'y' = 0$ . (15)

Решение имеет вид

$$\alpha = \operatorname{arctg} \left( \sqrt{2,25f^2 + 2} - 1,5f \right) \quad (16)$$

Воздействовать на величину  $f$  возможно через регулирование шероховатости рабочей поверхности валка /6/.

Значение коэффициентов сопротивления струи о воздух  $f$  для каждого коллектора определим исходя из направления относительного перемещения потока воздуха увлекаемого шероховатой поверхностью валка и направлением струи:

а) для верхнего валка:

- коллектор расположен перед валком по направлению прокатки; поток воздуха в зоне контакта валка с охлаждающей струей направлен против струи воды, поэтому коэффициент сопротивления струи при трении о воздух максимальный и равен 0,95...1,00; из уравнения для расчета угла  $\alpha$  имеем  $2\alpha = 58,6^\circ \dots 60,4^\circ$ .

- коллектор расположен после валка по направлению прокатки; в этом случае часть потока воздуха совпадает с направлением струи (верхний ряд спрееров на коллекторе), а часть потока воздуха направлена против струи (нижний ряд спрееров); среднее значение коэффициента сопротивления составляет 0,8...0,85; угол раскрытия щели составляет  $2\alpha = 64,2^\circ \dots 66,4^\circ$ .

б) для нижнего валка

- коллектор расположен перед валками; направление потока воздуха совпадает с направлением струи охлаждающей воды; коэффициент сопротивления при трении струи о воздух имеет минимальное значение 0,65...0,70; угол раскрытия щели спреера составляет  $2\alpha = 70,4^\circ \dots 73,2^\circ$ .

- коллектор расположен за валком по ходу прокатки; поток воздуха направлен против струи; коэффициент сопротивления струи при трении о воздух равен максимальному значению 0,95...1,00; угол раскрытия щели спреера равен

$$2\alpha = 58,6^\circ \dots 60,4^\circ.$$

Таким образом, оптимальными значениями угла раскрытия щели спрееров для верхних коллекторов и нижнего коллектора, расположенного за валком, являются

$$2\alpha = 70,4^\circ \dots 73,2^\circ.$$

С целью унификации изготовления спрееров можно рекомендовать для всех коллекторов угол раскрытия щели спреера близким к  $60^\circ \dots 65^\circ$ , который обеспечивает максимальную плотность контакта струи с поверхностью валка.

### Список литературы:

1. Гун Г.С., Соколов В.Е., Огарков Н.Н., Обработка прокатных валков, - М.:Металлургия,- 1983. – 111 с.
2. Исследование изменения температуры валка после вывалки из клетки/Стриженко А.О., Астахов А.А., Мазур И.П.// Вестник Южно-Уральского государственного университета. Серия :Металлургия.2016. Т16.№2.С133-136.
3. Огарков Н.Н. Стойкость и качество прокатных валков: монография/Огарков Н.Н., Беляев А.И., Магнитогорск: Изд-во Магнитогорск. гос. техн. ун-та им. Г.И. Носова, 2008.
4. Дилигенский Н.В. Модель прогнозирования термонапряжений в прокатных валках с целью повышения качества их поверхности // Физическая и химическая обработка металлов. – 1984. - №4. – С. 46-49.
5. Разработка модели для исследования теплового состояния рабочих валков станов горячей прокатки/ Астахов А.А., Мазур И.П.// Вестник Воронежского государственного технического университета. 2011 .Т7. №112. С83-86
6. Формирование шероховатости проката с высококачественной отделкой поверхности посредством регулирования состояния поверхностного слоя валков, Огарков Н.Н., автореферат диссертации на соискание ученой степени доктора технических наук, Магнитогорск, 1996.

**СИЛЫ ТРЕНИЯ В ПРОЦЕССЕ ВОЛОЧЕНИЯ КАТАНКИ**

**Платов С.И., Некит В.А., Огарков Н.Н.**

ФГБОУ ВО «МГТУ им.Г.И.Носова», г.Магнитогорск, Россия,  
E-mail: psipsi@mail.ru, vladimir@nekit.info, ogarkovnikolai@mail.ru

Определение коэффициента трения проведено для процесса волочения прутка круглого поперечного сечения обратным методом. Механическая модель пластической деформации

в процессе протяжки полосы представляется закономерностями пластического течения металла в зоне опережения, на базе теоретических решений А.И. Целикова для процесса прокатки полосы. [1,2]. Модель основана на гипотезе плоских сечений.

Для зоны опережения распределение нормальных напряжений имеет вид [1,3]:

$$p = \frac{\sigma_s}{\delta} \left[ (\xi \cdot \delta + 1) \left( \frac{h_x}{h} \right)^\delta - 1 \right] \quad (1)$$

где

$\sigma_s$ - предел текучести,

$\xi$  - коэффициент переднего натяжения (волочения),

$\delta$  - базовый параметр процесса прокатки,

$h$ - толщина полосы после волочения.

Для определения усилия волочения необходимо определить коэффициент переднего натяжения  $\xi$ . Достаточным условием для этой цели является выполнение граничных условий по продольным напряжениям перед входом в валки.

При  $x=L$

$$\sigma_x = q_o = 0 \quad (2)$$

где

$q_o$ - напряжение противонапряжения.

Коэффициент переднего натяжения определяется из уравнения [3-7]:

$$\sigma_s + q_o = \frac{\sigma_s}{\delta} \left[ (\xi \cdot \delta + 1) \left( \frac{H}{h} \right)^\delta - 1 \right] \quad (3)$$

Напряжение волочения  $q$  и коэффициент переднего натяжения связаны выражением:

$$q = (1 - \xi)\sigma_s \quad (4)$$

Решение системы уравнений (3-4) позволяет после преобразований получить формулу для определения напряжения волочения [1-2]

$$q = \sigma_s \frac{1 + \delta}{\delta} \left( 1 - \left( \frac{d}{D} \right)^\delta \right) \quad (5)$$

Для того, чтобы учесть обжатие в плоскости, перпендикулярной к рассматриваемой, можно воспользоваться методом суперпозиции и прибавить этот результат к начальному.

Расчеты и экспериментальные исследования проведены для случая волочения катанки из низкоуглеродистой стали со следующими характеристиками:

-сталь 08;

-диаметр катанки – 5,5мм;

-предел текучести катанки 300 МПа;

-полуугол волоки - 6°;

-длина калибрующего пояса равна длине очага деформации.

Исследовались три режима волочения, различающиеся степенью деформации, результаты представлены в таблице 1. Результаты расчетов технологических параметров волочения катанки представлены в таблице 2.

Таблица 1 – Геометрические размеры заготовки и очага пластической деформации

№	Диаметр после волочения $d$ мм	Относительное обжатие %	Относительный диаметр $\frac{D}{L}$	Длина калибрующего пояска мм.	Предел текучести после волочения МПа
1	4,92	20	1,88	2,77	500,1
2	4,25	40	0,82	5,93	612,7
3	3,48	60	0,46	9,76	705,4

Таблица 2 – Усилия и напряжения волочения проволоки с условиями трения, отвечающими экспериментальным результатам

№	Предельное усилие волочения Н	Усилие волочения Н	Напряжение волочения МПа	Напряжение волочения А МПа	Коэффициент трения
1	9519	7462	393	89,2	0,2
2	8704	8149	573	231,4	0,09
3	6709	8221	864,8	457,7	0,09

В соответствии с размерами очага пластической деформации следует выделить

$$\frac{D}{L}$$

режим волочения 1 (табл.1), в котором относительная высота  $\frac{D}{L}$  составляет 1,88. Такой очаг пластической деформации с относительной высотой более 1,5 следует отнести к категории высоких (коротких) и для получения адекватного решения следует пользоваться, по крайней мере, двумерными решениями.

При реализации обратного метода определения коэффициента трения проведены расчеты усилия волочения, которые соответствуют экспериментальным результатам. Значения коэффициентов трения, полученных путем подбора, и результаты расчета представлены в таблице 2.

Известно теоретическое решение задачи волочения при отсутствии сил трения на поверхности контакта полосы и инструмента [1-2], напряжения волочения в этом случае определяются по формуле

$$\sigma_s = \sigma_0 \cdot \ln\left(\frac{1}{\mu}\right) \quad (6)$$

Результаты расчета по формуле (10) представлены в таблице 2, как напряжение А. Можно заключить, что энергии, затрачиваемые на пластическую деформацию и на преодоление сил трения одного порядка.

Определение коэффициента трения при волочении обратным методом по величине усилия деформирования предъявляет высокие требования к точности метода решения механической задачи. В работе представлено уточнение метода определения усилия волочения путем разложения его на две задачи плоской деформации и суперпозиции этих решений. Полученные результаты теоретического решения задачи волочения для случая волочения катанки использованы для определения коэффициента трения в процессе деформирования низкоуглеродистой стали диаметром 5,5мм и сопоставлены с результатами известного экспериментального определения усилия волочения [8-9].

Получены удовлетворительные результаты по оценке сил трения при деформации в условиях с низким очагом пластической деформации, расхождения при сопоставлении укладываются в интервал 15%. Для исследования параметров волочения в условиях с высоким очагом пластической деформации при относительном обжатии 20% и менее требуется использование более точных инструментов исследования (например, метод характеристик). Полученные значения коэффициентов

трения могут быть использованы при решении задач волочения полос [7-14], в том числе при волочении биметаллической проволоки [15-17] и при волочении в условиях с высоким очагом пластической деформации.

**Список литературы:**

1. Целиков А.И., Гришков А.И. Теория прокатки. М.: Металлургия, 1970. 358 с.
2. Перлин И.Л., Ерманок М.З. Теория волочения. М.: Металлургия, 1971. 448 с.
3. Некит В.А., Платов С.И., Курбаков И.А., Голев А.Д. Экспериментальное исследование опережения и отставания при прокатке. Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. 2015. № 1. С. 52-54.
4. Некит В.А. Механическая модель процесса прокатки-волочения тонких полос. Моделирование и развитие процессов ОМД. 2014. С. 114-118.
5. Некит В.А. О положении нейтрального сечения в очаге пластической деформации при прокатке полос. Моделирование и развитие процессов ОМД. 2012. С. 137-138.
6. Некит В.А. Условия трения и упругого сжатия валков при холодной прокатке листов и полос. Моделирование и развитие процессов ОМД. 2009. С. 101-104.
7. Некит В.А. Теоретическое обоснование условия захвата при установившемся процессе холодной листовой прокатки, Моделирование и развитие процессов ОМД. 2013 С.72-75.
8. Платов С.И. Совершенствование технических параметров обработки гибким инструментом катанки и проволоки перед волочением, Сталь – 2005 - № 5 – С. 84-86.
9. Платов С.И., Терентьев Д.В., Морозов С.А. Волочение катанки и проволоки с регламентируемым микрорельефом поверхности // Производство проката. – 2002. - № 4. – С. 27-28.
10. Платов С.И., Морозов С.А., Терентьев Д.В. Способы получения катанки с регламентированным микрорельефом поверхности и особенности ее волочения. В сборнике: Фазовые и структурные превращения в сталях. Магнитогорск, 2002. С. 333-338.
11. Платов С.И. Дема Р.Р., Кувшинов Д.А. Устройство для распыления жидкости. Патент на полезную модель RUS 110663 14.06.2011.
12. Платов С.И., Терентьев Д.В., Урцев В.Н., Морозов С.А. Способ подготовки поверхности заготовки для волочения. Патент на изобретение RUS 2196652 27.06.2001.
13. Платов С.И., Белов В.К., Анцупов В.П., Терентьев Д.В., Анцупов А.В., Анцупов А.В. Исследование микрорельефа поверхности катанки и проволоки после обработки. Вестник машиностроения. 2005. № 4. С. 29-31.
14. Платов С.И., Терентьев Д.В., Урцев В.Н., Морозов С.А., Макачук А.А., Славин В.С. Способ формирования микрогеометрии поверхности катанки и мелкого сорта. патент на изобретение RUS 2196650 27.06.2001
15. Огарков Н.Н., Шеметова Е.С. Влияние параметров шероховатости на сцепление оболочки и сердечника при волочении биметаллической проволоки В сборнике: Современные методы конструирования и технологии металлургического машиностроения Под редакцией Н.Н. Огаркова. Магнитогорск, 2015. С. 15-17.
16. Шеметова Е.С., Огарков Н.Н. Оценка длины контакта криволинейной волоки с деформируемым материалом с учетом ее упругой деформации Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. 2010. № 2. С. 38-40.
17. Огарков Н.Н., Шеметова Е.С. Оценка устойчивости пластической деформации оболочки при волочении биметаллической проволоки. Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. 2012. № 1. С. 34-37.

**МЕТОДОЛОГИЯ МОДЕРНИЗАЦИИ И СОВЕРШЕНСТВОВАНИЯ УСЛОВИЙ  
ЭКСПЛУАТАЦИИ ТЯЖЕЛОНАГРУЖЕННЫХ УЗЛОВ  
МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ АГРЕГАТОВ**

**Терентьев Д.В., Платов С.И., Огарков Н.Н., Жиркин Ю.В.**

*ФГБОУ ВО «МГТУ им.Г.И.Носова», г.Магнитогорск, Россия,*

*E-mail: ktnterentyev@mail.ru, psipsi@mail.ru, ogarkovnikolai@mail.ru, girkin@yandex.ru*

Целью работы является повышение эффективности металлургического производства за счет обеспечения надежной эксплуатации и продления ресурса машин и агрегатов доменного, сталеплавильного и прокатного переделов путем научно-обоснованного выбора узлов трения, их герметизации, применяемых смазочных материалов и систем смазывания.

В работе представлены результаты теоретических разработок и технических решений, направленных на повышение эффективности металлургического производства за счет увеличения ресурса машин и агрегатов доменного, сталеплавильного и прокатного переделов, снижения себестоимости готовой продукции, путем разработки принципиально новых эффективных конструкций рабочих узлов и улучшения фрикционных условий их функционирования.

Представленная работа является единым комплексом научно-технических разработок, направленных на решение этих задач путем разработки и совершенствования конструкций рабочих узлов трения и улучшения фрикционных условий их функционирования.

Проанализированы современные подходы увеличения ресурса тяжелонагруженных узлов трения, к которым относятся зубчатые зацепления и подшипниковые узлы, работающие в металлургических агрегатах на различных переделах.

Практически все предложенные модели определения толщины масляной пленки, коэффициента трения, а также прогнозирования износа и ресурса узлов трения, так или иначе, упираются в недостаточность экспериментальных данных и противоречивый характер полученных теоретических результатов, связанных со сложностью описываемого процесса.

Несмотря на большую номенклатуру применяемых в настоящее время смазочных материалов, присадок к ним и систем смазывания, практически отсутствуют методики по подбору эффективных смазочных материалов, систем и режимов смазывания тяжелонагруженных узлов трения металлургических агрегатов в зависимости от условий их работы.

В связи с этим необходимо развивать практическую методологию исследований с целью решения вышеперечисленных проблем.

В качестве основных узлов трения, работающих в металлургических агрегатах, в работе приняты зубчатые зацепления и подшипники качения, при этом проведена комплексная оценка процессов взаимодействия контактируемых поверхностей узлов трения [3-14].

Для анализа процесса износа узлов трения использовали основы контактной гидродинамики для проведения эластогидродинамических расчетов неконформных пар трения и за основу взят параметр  $\lambda$  [1,2], характеризующий режим трения в контактах, который принимает отношение толщины смазочного слоя  $h_0$  к приведенному среднеквадратичному значению шероховатостей  $R_a$  поверхностей контактирующих тел.

При этом автором впервые предложено при определении параметра  $\lambda$  учитывать маслосъемность поверхности, т.е. не только высотные, но и шаговые параметры микрорельефа контактируемых поверхностей и параметры опорной кривой [9].

Для физического моделирования процессов, происходящих в силовых зубчатых передачах при различных условиях нагружения и смазывания, был сконструирован и изготовлен лабораторный стенд с замкнутым силовым контуром [7,13]. Проведенные

исследования по физическому моделированию, позволили получить результаты, которые были использованы при разработке усовершенствованных уплотнительных устройств и систем смазывания редукторов скиповых лебедок доменного цеха ОАО «ММК».

Проведенный комплекс исследований, включающий в себя теоретические и экспериментальные исследования, физическое моделирование на испытательных лабораторных стендах, промышленные испытания предложенных технических решений, позволил разработать методологию модернизации и совершенствования условий эксплуатации тяжело нагруженных узлов трения металлургических агрегатов (рис.1).

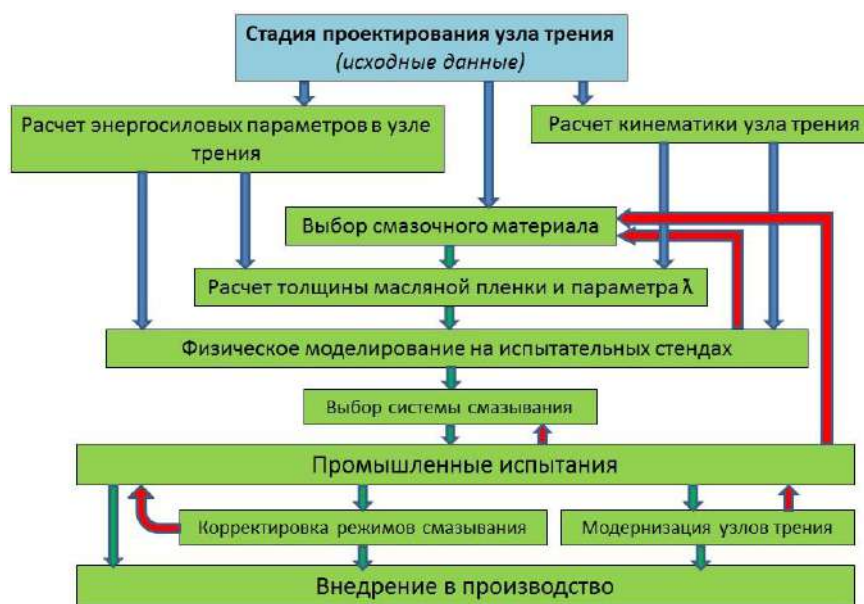


Рисунок 1 – Методология модернизации и совершенствования условий эксплуатации тяжело нагруженных узлов металлургических агрегатов

Использование данной методологии позволяет в лабораторных условиях выбирать, с достаточной для практики точностью, смазочные материалы и системы смазывания узлов трения металлургических агрегатов для повышения их ресурса.

На основании выполненных исследований изложены научно-технические и технологические решения, заключающиеся в развитии методов исследования фрикционного взаимодействия и условий эксплуатации тяжело нагруженных узлов трения металлургических агрегатов, внедрение которых вносит значительный вклад в развитие машиностроительной, металлургической и других отраслей промышленности. Предложенная методология модернизации и совершенствования условий эксплуатации тяжело нагруженных узлов металлургических агрегатов дает возможность сократить время и материальные затраты на промышленные испытания смазочных материалов, выбрать систему смазывания, подходящую для конкретных условий эксплуатации узла трения, повысить ресурс агрегатов и снизить тем самым затраты ремонт и покупку комплектующих.

#### Список литературы:

1. Жиркин Ю.В. Основы теории трения и изнашивания (основы триботехники). Учебное пособие. МГТУ им. Г.И. Носова. Магнитогорск. 2007.
2. Хебда М., Чичинадзе А.В. Справочник по триботехнике в трёх томах. Том2. Смазочные материалы, техника смазки, опоры скольжения и качения. Москва, «Машиностроение», 1990. – 416 с.
3. Моделирование фрикционных условий работы подшипниковых узлов слябовых УНРС с целью выбора рациональных режимов смазывания / Д.В. Терентьев, С.И. Платов, Ю.В. Жиркин и др. // Черные металлы. 2013. № 4 (976). С. 11-14.
4. Исследование и разработка режимов смазывания подшипниковых узлов рабочих валков стана 2000 горячей прокатки / С.И. Платов, Д.В. Терентьев, Ю.В.

Жиркин и др. // Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. 2012. № 2. С. 98-100

5. Разработка рациональных режимов смазывания подшипниковых узлов слябовых машин непрерывного литья заготовок / Д.В. Терентьев, С.И. Платов, Ю.В. Жиркин и др. // Научно-технические ведомости Санкт-Петербургского государственного политехнического университета. 2014. № 1 (190). С. 164-168.

6. Математическое моделирование теплового состояния подшипникового узла тянущих роликов стана 2000 ОАО «ММК» холодной прокатки / И.М. Ячиков, Ю.В. Жиркин, Е.И. Мироненков и др. // Математическое и программное обеспечение систем в промышленной и социальной сферах. 2014. № 1 (4). С. 29-36.

7. Патент Российской Федерации на полезную модель 88445, МПК G01M13/02. Стенд для испытания зубчатых передач / С.И. Платов, А.М. Чумиков, Ю.В. Жиркин, О.С. Железков, Е.И. Мироненков, Д.В. Терентьев; заявитель и патентообладатель ОАО «Магнитогорский металлургический комбинат». Оpubл. 10.11.2009, Бюл. № 31.

8. Исследование влияния карбонитрирования на коэффициент трения зубчатых передач на основе физического моделирования / Ю.В. Жиркин, Р.Р. Юсупов, Н.Л. Султанов и др. // Ремонт. Восстановление. Модернизация. 2013. № 11. С. 21-25.

9. Маслостойкость контактных поверхностей в процессах обработки металлов давлением / Н.Н. Огарков, С.И. Платов, Е.С. Шеметова и др. // Металлург. 2017. № 1. С. 79-82.

10. Повышение надежности и долговечности деталей и узлов металлургического оборудования / С.И. Платов, Л.Е. Кандауров, О.С. Железков и др. // Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. 2009. № 2. С. 50-55.

11. Совершенствование режимов смазывания подшипников рабочих валков прокатных станов при использовании системы «масло-воздух» / Г.Н. Юрченко, С.И. Платов, О.С. Железков и др. // Производство проката. 2007. № 6. С.40-42.

12. Расчет тел качения подшипников на контактную усталостную прочность с использованием метода конечных элементов / С.И. Платов, О.С. Железков Г.Н. Юрченко и др. // Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. 2006. № 4. С. 73-77.

13. Физическое моделирование условий эксплуатации зубчатых зацеплений редукторов скиповых лебедок доменных печей / Д.В. Терентьев, С.И. Платов, Ю.В. Жиркин и др. // Известия Тульского государственного университета. Технические науки. 2017. № 2. С. 208-218.

14. Развитие теории и технологии проектирования машин, агрегатов и инструмента в процессах обработки давлением и резания / С.И. Платов, Н.Н. Огарков, Д.В. Терентьев и др. // Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. 2014. № 1 (45). С. 112-114.



## ВЛИЯНИЕ ВОДОРОДА НА ПОДВИЖНОСТЬ ДИСЛОКАЦИЙ: РЕЗУЛЬТАТЫ ВЫЧИСЛИТЕЛЬНОГО ЭКСПЕРИМЕНТА

Бурнышев И.Н., Нагорных И.Л.

Институт механики УрО РАН, г. Ижевск, Россия, E-mail: inburn@mail.ru

### Введение

Наиболее популярными механизмами водородного охрупчивания металлов в настоящее время считаются: механизм индуцированной водородом атомной декогезии (HEDE-механизм), механизм вызванной водородом локальной пластичности (HELP-механизм) и механизм образования хрупких гидридов.

Основная идея механизма HEDE состоит в том, что водород, скапливаясь в устье трещины, приводит к локальному уменьшению прочности связей между атомами металла, что создает условия для распространения трещины. HEDE-механизм является дискуссионным из-за недостатка фактов, хорошо подтверждающих данный механизм.

Ключевая идея HELP-механизма состоит в том, что локализованные на дислокациях облака Коттрелла не блокируют дислокации, а, наоборот, усиливают их подвижность. Если рассматривать механизм разрушения металла, при котором распространение трещин осуществляется посредством подвижных дислокаций, то локализация пластической деформации приведет к более легкому разрушению образца. Идеи HELP-механизма хорошо подтверждаются экспериментальными данными, однако отсутствует теоретическое обоснование такого поведения дислокаций. Целью настоящей работы является молекулярно-динамическое обоснование влияния водорода на подвижность дислокаций и разработка качественной модели водородного охрупчивания материалов на основе железа.

**Постановка вычислительного эксперимента.** Полные дислокации в ОЦК решетке с вектором Бюргерса  $\frac{a}{2} \langle 111 \rangle$  ( $a$  – параметр решетки) обладают наименьшей энергией и встречаются чаще остальных. Скольжение в этом случае может осуществляться по плоскостям  $\{110\}$ ,  $\{211\}$ . В качестве модельной выбрана дислокация  $\frac{a}{2} \langle 111 \rangle \{110\}$ , движущаяся в кристалле ОЦК-железа, содержащем собственные межузельные атомы и внедренные атомы водорода.

При формировании модели за основу взята молекулярно-динамическая модель [1], схематично изображенная на рисунке 1а. Данная модель представляет собой содержащий краевую дислокацию кристалл, ориентированный по кристаллографическим направлениям  $[111]$ ,  $[0\bar{1}1]$ ,  $[\bar{2}11]$ . Периодические граничные условия накладываются вдоль линии дислокации ( $[\bar{2}11]$ , OZ) и по направлению вектора Бюргерса ( $[111]$ , OX).

При моделировании проводится присвоение нулевых значений скоростям атомов областей В и С, приведенных на рисунке 1а. В дальнейшем значения скоростей атомов области С остаются нулевыми за все время расчета. Затем осуществляется мгновенное смещение атомов области В на величину  $\Delta X = 0,001$  нм вдоль оси OX с последующей релаксацией системы в течение времени 5 пс. Во время релаксации скорости атомов области В остаются нулевыми. Для расчета сил межатомного взаимодействия применялся EAM-потенциал [2]. В процессе расчета проводилось измерение сдвигового напряжения  $\sigma_{xy}$  по классической теореме вириала и фиксировалось положение дислокации. Зависимость  $\sigma_{xy}$  от времени при температуре  $T = 0,1$  К и соответствующая величина сдвига  $\Delta D$  приведены на рисунке 1б.

Полученная в работе величина напряжения Пайерлса-Набарро  $\sigma_{xy} = 75$  МПа хорошо согласуется с литературными данными.

### Моделирование отрыва краевой дислокации от блокирующего ее точечного дефекта при $T = 300\text{ K}$

В рассмотренную выше модель внесен точечный дефект в виде одного собственного межузельного атома. Наличие атома вблизи дислокации представляет собой дефект, препятствующий свободному перемещению дислокации. Наличие равновесного количества точечных дефектов в реальных металлических системах не подвергается сомнению, при этом точечные дефекты преимущественно располагаются вблизи ядер дислокаций [3].

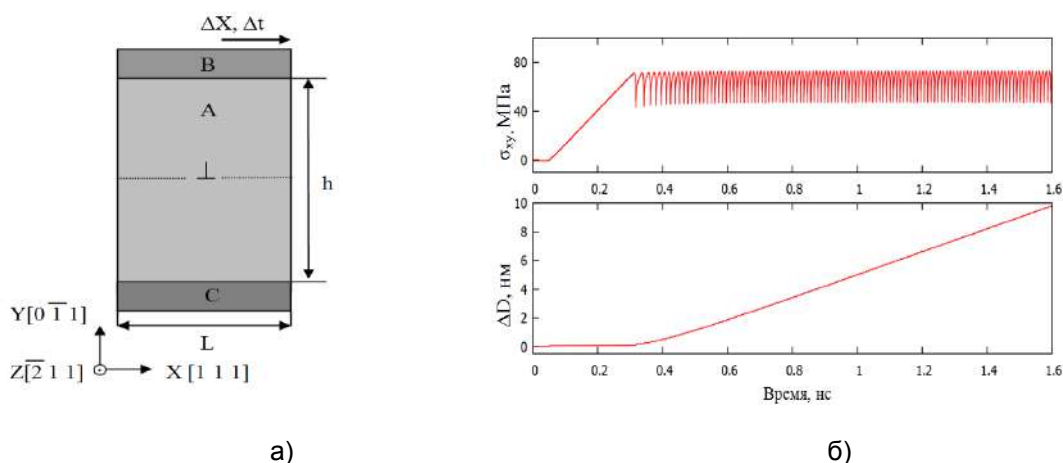


Рисунок 1 – Структура модели кристалла с краевой дислокацией (а) и сдвиговое напряжение с соответствующим ему по времени сдвигом дислокации (б)

Результаты моделирования такой системы приведены на рисунке 2. В течение времени от 0 нс до 0.5 нс происходит увеличение сдвигового напряжения в системе. В течение времени от 0.5 нс до 1 нс наблюдается волнообразное изменение напряжения, обусловленное диффузионными процессами. В момент времени 1 нс начинается резкое уменьшение накопленных напряжений (релаксация), возникающее из-за отрыва дислокации от дефекта (внедренного атома Fe). Орыв дислокации от блокирующего ее дефекта происходит при напряжении.

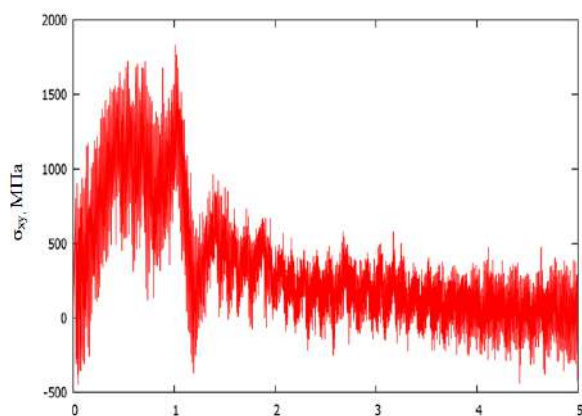


Рисунок 2 – Сдвиговое напряжение, возникающее в кристалле, содержащем краевую дислокацию и внедренный собственный атом

Стоит отметить, что введение еще одного атома Fe в область, непосредственно прилегающую к ядру дислокации, увеличивает напряжение отрыва до .

Результаты моделирования поведения системы с водородной атмосферой Коттрелла, приведенные на рисунке 3, позволяют определить напряжения отрыва дислокации при различной концентрации водорода. Так, при отсутствии в системе атомов водорода напряжение отрыва дислокации составляет, в системе с одним атомом водорода (20 ат. ppm) снижается до 1000 МПа, в системе с восемью атомами водорода (160 ат. ppm) снижается до (500-600) МПа.

Зависимость от концентрации водорода приведена на рисунке 4.

### Заключение

Полученные результаты, приведенные на рисунке 4, свидетельствуют о том, что водород влияет на поведение дислокаций принципиально по-иному, нежели другие

элементы. Как правило атмосферы Коттрелла препятствуют движению дислокаций, в том время как полученные результаты свидетельствуют об обратном для атмосфер Коттрелла из водорода. Получено убедительное, на наш взгляд, свидетельство того,

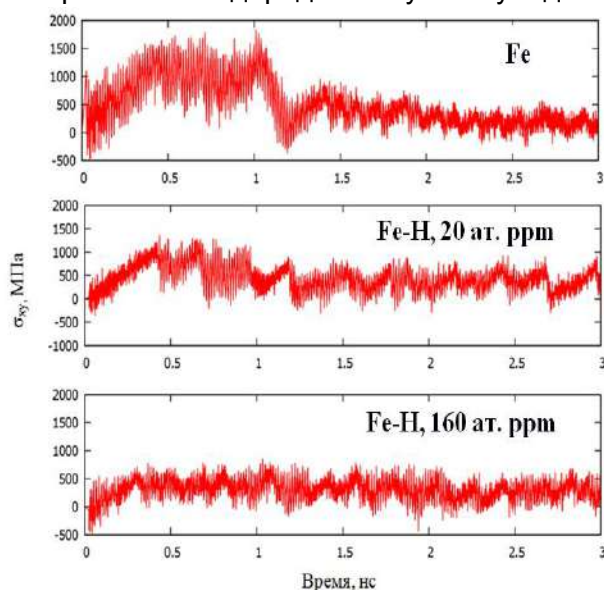


Рисунок 3 – Сдвиговое напряжение в молекулярно-динамической модели при различном содержании водорода

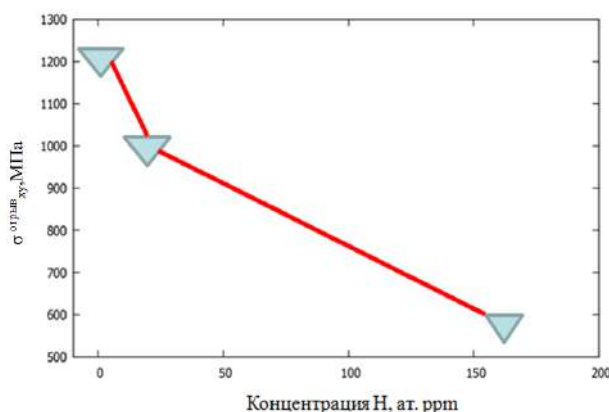


Рисунок 4 – Напряжение отрыва краевой дислокации от блокирующего ее точечного дефекта при различном содержании водорода

что водород облегчает отрыв дислокаций от препятствующих их движению барьеров. Это означает, что дислокация с атмосферой Коттрелла из атомов водорода легче преодолевает препятствия для своего движения, а водород тем самым увеличивает их подвижность.

Авторы полагают, что результаты моделирования позволяют точнее сформулировать HELP-модель водородной хрупкости металлов. Действительно, повышенная подвижность дислокаций в металлической системе при наличии водорода облегчает локальную пластическую деформацию в вершине трещины, облегчает ее рост, вызывая тем самым вязкое «ямочное» разрушение. В случае хрупкого металла водород облегчает рост трещины до её критических размеров, и дальнейшее разрушение может происходить уже независимо от влияния водорода на свойства металла.

#### Список литературы:

- 1.Нагорных И.Л., Бурнышев И.Н. О моделировании движения краевых дислокаций в ОЦК-железе // Химическая физика и мезоскопия. -2014. -Т. 16, № 1. -С. 135-139.
2. Wen M., Xu X-J., Fukuyama S, Yokogawa K. Embedded-atom-method functions for the body-centered-cubic iron and hydrogen// J. Mater. Res. -2001. -16. -P. 3496-3502.
3. Хирт Дж., Лоте И. Теория дислокаций. Перев. с англ. под ред. Э.М. Надгорного, Ю.А. Осипьяна. М.: Атомиздат. 1972. -600 с.

**ФОРМИРОВАНИЕ КОМПЛЕКСОВ ДИВАКАНСИЯ-ДВА АТОМА КИСЛОРОДА И ТРИВАКАНСИЯ-ДВА АТОМА КИСЛОРОДА В ОБЛУЧЕННЫХ КРИСТАЛЛАХ КРЕМНИЯ**

**Коршунов Ф.П., Толкачева Е.А., Гуринович В.А., Мурин Л.И.**

*Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по материаловедению, г. Минск, Беларусь,*

*E-mail: korshun@ifftp.bas-net.by, talkachova@physics.by, gurinovich@ifftp.bas-net.by, murin@ifftp.bas-net.by*

Кремний продолжает оставаться базовым материалом современной микро- и наноэлектроники. Наиболее важной технологической примесью (после основных легирующих) в кремнии является кислород [1]. Высокотемпературные обработки, а также облучение высокоэнергетическими частицами кислородосодержащих кристаллов Si и их последующий отжиг приводят к образованию различного рода электрически и оптически активных центров, включающих в свой состав примесные атомы кислорода [1]. Из них особый интерес представляют вакансионно-кислородные комплексы  $V_nO_m$ . Благодаря наличию глубоких уровней и высокой термической стабильности такие комплексы могут служить эффективными центрами рекомбинации неосновных носителей заряда и следует ожидать их применения в радиационной технологии изготовления кремниевых быстродействующих приборов [2]. Кроме того, предполагается [3], что некоторые из этих комплексов являются центрами зарождения кислородных преципитатов, формирование которых используется в современной технологии кремниевых приборов и интегральных микросхем для геттерирования нежелательных примесей (Cu, Fe и т.д.). В связи с этим механизмы формирования и свойства кислородосодержащих центров в кремнии уже в течение ряда лет интенсивно исследуются. При облучении быстрыми электронами и нейтронами при комнатной температуре кислородосодержащих образцов кремния ( $[O_i] \geq 5 \times 10^{17} \text{ см}^{-3}$ ) в процессе изохронного отжига в интервале температур 300-400 °C наблюдается формирование и последующий отжиг ряда новых полос, обусловленных комплексами  $V_nO_m$  ( $n, m \geq 2$ ). Основные из этих полос расположены у 829,3  $\text{см}^{-1}$  и у 844,2  $\text{см}^{-1}$ . В работах [4,5] приведен ряд аргументов, позволяющих идентифицировать полосы поглощения у 829,3  $\text{см}^{-1}$  и 844,4  $\text{см}^{-1}$  как обусловленные локальными колебательными модами комплексов  $V_2O_2$  и  $V_3O_2$ , соответственно. Механизмы образования данных полос поглощения к настоящему времени до конца не изучены.

Исследовались кристаллы кремния n-типа ( $[P] = (5-50) \times 10^{13} \text{ см}^{-3}$ ), полученные методом Чохральского (Cz-Si). Концентрации междуузельного кислорода и углерода замещения определялись по результатам измерений интенсивности хорошо известных полос поглощения при 1107  $\text{см}^{-1}$  и 605  $\text{см}^{-1}$  [4]. Спектры ИК поглощения измерялись на Фурье спектрометре Bruker IFS 113v. Спектральное разрешение составляло 0,5 или 1,0  $\text{см}^{-1}$ . Форма полос поглощения была проанализирована, используя подгонку с учетом влияния изотопов кремния  $^{29}\text{Si}$  и  $^{30}\text{Si}$  [6].

Рассмотрим возможные механизмы формирования комплекса  $V_2O_2$  в процессе изохронного и изотермического отжига кристаллов кремния, облученных при комнатной температуре. Как показано на рисунке 1, формирование комплекса  $V_2O_2$  имеет место в той же области температур, в которой отжигаются А-центры и комплексы  $V_2O$ , т.е. в районе 320-360 °C, что согласуется с данным ЭПР [7]. Кислород в кремнии в данной области температур характеризуется очень низким коэффициентом диффузии [1] и его участие, как подвижной частицы, в реакциях отжига (трансформации) радиационных дефектов можно исключить. В случае способности  $V_2O$  мигрировать как единое целое (как это имеет место для дивакансий) следовало бы ожидать эффективного формирования  $V_2O_2$  в результате захвата  $V_2O$  междуузельными атомами кислорода. Однако концентрация образующихся  $V_2O_2$  намного ниже концентрации отжигающихся  $V_2O$  дефектов [7]. Об этом же свидетельствуют и данные ИК поглощения. Более того, согласно данным, полученным методом DLTS [8], основным механизмом отжига комплексов  $V_2O$  является их диссоциация на вакансию и комплекс VO. Соответственно, реакцию нельзя

рассматривать как одну из основных при формировании  $V_2O_2$ .

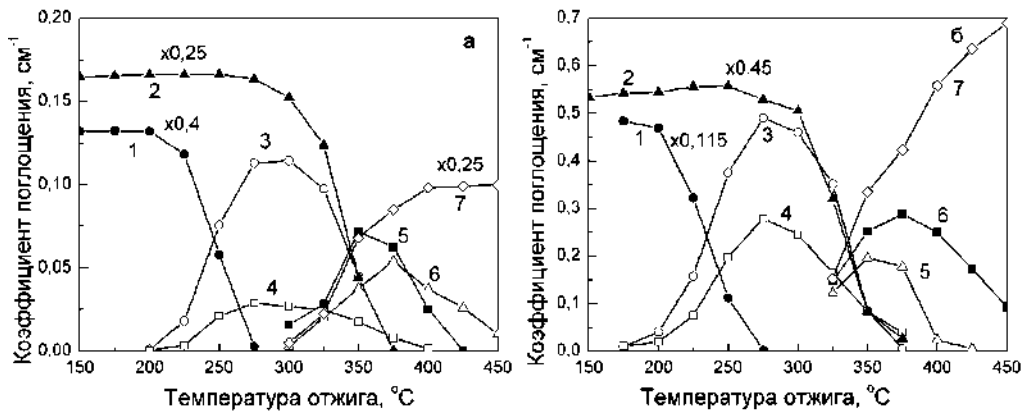


Рисунок 1 – Зависимости амплитуд полос поглощения от температуры 30-минутного изохронного отжига для образцов Cz-Si ( $[O_i] = 8,3 \times 10^{17}$ ,  $[C_s] = 7 \times 10^{16}$ ,  $[P] = 1 \times 10^{14} \text{ см}^{-3}$ ), облученных: а) быстрыми электронами ( $E = 10 \text{ МэВ}$ ,  $F = 3 \times 10^{17} \text{ см}^{-2}$ ); б) нейтронами ( $F = 7.5 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$ ). Положение полос поглощения в  $\text{см}^{-1}$  и идентификация дефектов: 1 – 2767 ( $V_2$ ); 2 – 835,8 ( $VO$ ); 3 – 833,4 ( $V_2O$ ); 4 – 842,4 ( $V_3O$ ); 5 – 829,3 ( $V_2O_2$ ); 6 – 844,2 ( $V_3O_2$ ); 7 – 895,5 ( $VO_2$ )

Очевидно, что комплекс  $V_2O_2$  может формироваться в результате взаимодействия двух подвижных А-центров, т.е. через реакцию



В то же время хорошо известно, что одним из основных механизмов отжига А-центров является их трансформация в комплексы  $VO_2$  в результате взаимодействия с междоузельными атомами кислорода, т.е. посредством реакции



Поэтому относительная вероятность реакций (2) и (3) определяются главным образом отношением концентраций  $VO$  и  $O_i$ . Концентрация  $O_i$  в кристаллах Cz-Si как правило составляет около  $10^{18} \text{ см}^{-3}$  и, соответственно, доля А-центров, участвующих в реакции (2) может быть существенной только при высоких дозах облучения, когда концентрация  $VO$  превышает  $10^{16} \text{ см}^{-3}$ . Следовательно, одним из основных механизмов формирования  $V_2O_2$ , вероятнее всего, является взаимодействие одиночных вакансий  $V$  с комплексами  $VO_2$ :



В области температур  $\sim 350 \text{ }^\circ\text{C}$  при отжиге облученных кристаллов Cz-Si вакансии могут появляться в результате диссоциации как комплексов  $V_2O$ , так и  $VO$  (при отжиге А-центров имеет место их многократная диссоциация и повторное формирование [8]).

Наиболее вероятным механизмом образования  $V_3O_2$  является взаимодействие подвижных комплексов  $V_3O$  с междоузельными атомами кислорода  $O_i$ :



Об этом свидетельствует более высокая интенсивность полосы у  $844,2 \text{ см}^{-1}$  по отношению к интенсивности полосы у  $842,4 \text{ см}^{-1}$ . По-видимому, в образцах, облученных быстрыми электронами, имеет место практически полная трансформация  $V_3O$  в  $V_3O_2$ .

Дополнительное подтверждение формирования комплекса  $V_2O_2$  в результате реакции (4) было получено в экспериментах по так называемому «горячему»

облучению. В кристаллах Cz-Si, облучаемых большими дозами быстрых электронов в области температур 320-350 °С, одним из основных дефектов является комплекс  $VO_2$ . В тоже время в таких кристаллах всегда присутствует некоторое количество А-центров (полоса при  $835.8 \text{ см}^{-1}$ ) и дефектов, обуславливающих полосу у  $829,3 \text{ см}^{-1}$ . При «горячем» облучении следует ожидать весьма эффективного образования комплексов  $V_2O_2$  в результате захвата генерируемых облучением вакансий комплексами  $VO_2$ .

Таким образом, в данной работе методом низкотемпературной ИК Фурье-спектроскопии исследованы процессы образования и отжига вакансионно-кислородных комплексов  $V_nO_m$  в облученных быстрыми электронами и нейтронами кристаллах кремния, полученных методом Чохральского. Одним из основных механизмов формирования  $V_2O_2$ , вероятнее всего, является взаимодействие одиночных вакансий с комплексами  $VO_2$ , а для  $V_3O_2$  – взаимодействие подвижных комплексов  $V_3O$  с междоузельными атомами кислорода  $O_i$ .

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке Белорусского республиканского Фонда фундаментальных исследований (грант Ф16М-047).

#### **Список литературы:**

1. Oxygen defect processes in silicon and silicon germanium / Chroneos A. [et al.]. // *Appl. Phys. Rev.* – 2015. – Vol. 2. – P. 021306(1-16).
2. Коршунов Ф.П. Радиационная технология изготовления мощных полупроводниковых приборов / Ф.П. Коршунов, Ю.В. Богатырев // *Изв. НАН Беларуси. Сер. физ.-тех. наук.* – 2008. – № 4. – С. 106-114.
3. Thermal double donor annihilation and oxygen precipitation at around 650 °C in Czochralski-grown Si: local vibrational mode studies / L.I. Murin [et al.] // *J. Phys.: Condensed Matter.* – 2005. – Vol. 17, № 22. – P. S2237-S2246.
4. Толкачева, Е.А. Локальные колебательные моды комплекса дивакансия - два атома кислорода в кремнии / Е.А. Толкачева, Л.И. Мурин, Ф.П. Коршунов // *Доклады НАН Беларуси.* – 2016. – № 3. – С. 51-56.
5. Толкачева, Е.А. Локальные колебательные моды комплексов дивакансия- два атома кислорода и тривакансия- два атома кислорода в кремнии / Е.А. Толкачева, Л.И. Мурин // *Материалы и структуры современной электроники: сб. науч. тр. VII Междунар. науч. конф., Минск, 12 – 13 окт. 2016 г. / редкол.: В.Б. Оджаев (отв. ред.) [и др.].* – Минск: БГУ, 2016. – С. 168 – 171.
6. Толкачева, Е.А. Влияние изотопного состава природного кремния на локальные колебательные моды вакансионно-кислородных комплексов / Е.А. Толкачева, Л.И. Мурин // *ЖПС.* – 2013. – Т. 80, № 4. – С. 582-586.
7. Lee, Y.-H. EPR studies of defects in electron-irradiated silicon: A triplet state of vacancy-oxygen complexes / Y.-H. Lee, J.W. Corbett // *Phys. Rev. B.* – 1976. – Vol. 13, № 6. – P. 2653-2666.
8. Annealing of the divacancy-oxygen and vacancy-oxygen complexes in silicon / M. Mikelsen [et al.] // *Phys. Rev. B.* – 2007. – Vol. 13, № 15. – P. 155202 (1-8).

## ВЛИЯНИЕ ЗАРЯДОВОГО СОСТОЯНИЯ НА ОТЖИГ МЕЖУЗЕЛЬНОГО УГЛЕРОДА В ОБЛУЧЕННОМ КРЕМНИИ

<sup>1</sup>Коршунов Ф.П., <sup>1</sup>Якушевич А.С., <sup>1</sup>Ластовский С.Б.,  
<sup>1</sup>Мурин Л.И., <sup>2</sup>Макаренко Л.Ф.

<sup>1</sup>Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по материаловедению, г. Минск, Беларусь, E-mail: yakushevich@physics.by

<sup>2</sup>Белорусский государственный университет, г. Минск, Беларусь, E-mail: makarenko@bsu.by

Межузельный углерод ( $C_i$ ) – один из основных вторичных радиационных дефектов межузельного типа в облученных кристаллах кремния и кремниевых приборах [1, 2]. Он образуется в результате вытеснения атомов углерода межузельным атомом кремния из узлового в межузельное положение (механизм Уоткинса). Впервые данный дефект был идентифицирован методом ИК поглощения (полосы поглощения у 921 и 930  $\text{см}^{-1}$ ). Дальнейшая идентификация была проведена методом ЭПР (спектры Si-G12 и Si-L6).  $C_i$  наблюдается также в спектрах фотолюминесценции (линия у 856 нм). В запрещенной зоне Si межузельному углероду соответствуют глубокие уровни акцепторного типа  $E_C - 0,12$  эВ и донорного  $-E_V + (0,27-0,29)$  эВ. Идентификация уровней была проведена методом DLTS [3, 4], а также в результате анализа данных эффекта Холла [5, 6]. Механизм отжига  $C_i$  установлен достаточно надежно. Дефект становится подвижным в области комнатных температур и, мигрируя по кристаллу кремния, взаимодействует с межузельным кислородом ( $O_i$ ), узловым углеродом, атомами легирующих примесей (фосфором, бором) и т.д. [1]. Энергия активации отжига  $C_i$  по данным различных авторов составляет  $0,8 \pm 0,1$  эВ. В то же время в литературе нет единого мнения о том, зависят ли характеристики отжига  $C_i$  от зарядового состояния дефекта [7]. В настоящей работе методом DLTS показано, что скорость отжига  $C_i$  в кремнии  $p$ -типа существенно зависит от положения уровня Ферми (зарядового состояния  $C_i$ ).

Исследовались два типа диодных  $n^+p$ -структур. Первый тип был изготовлен на пластине кремния КДБ-5, выращенного по методу Чохральского.  $p$ - $n$ -переход формировался диффузией фосфора в  $p$ -базу в атмосфере азота и кислорода. Концентрация нескомпенсированных акцепторов составляла порядка  $N_B = 2,5 \times 10^{15} \text{ см}^{-3}$ . Глубина залегания  $p$ - $n$ -перехода составляла 2–3 мкм. Образцы второго типа изготавливались аналогичным методом на эпитаксиальном  $p$ -Si с  $N_B = 5 \times 10^{13} \text{ см}^{-3}$ . В качестве омических контактов напылялся алюминий.

Образцы первого типа облучались электронами на линейном ускорителе ЭЛУ-4 (номинальная энергия электронов  $E_e = 4$  МэВ) флюенсом  $\Phi = 3 \times 10^{15} \text{ см}^{-2}$  при плотности потока электронов, равной  $10^{12} \text{ см}^{-2} \text{ с}^{-1}$ . Температура облучения не превышала 275 К, для чего образцы помещались в специальный контейнер со льдом. Образцы второго типа облучались  $\alpha$ -частицами с помощью источника с изотопами  $\text{Pu}^{239}$  (энергия  $\alpha$ -частиц соответствовала 5,144 и 5,157 МэВ) в течение 30 минут. Поверхностная активность источника была около  $2 \times 10^8 \text{ Бк/см}^2$ . Температура образцов в процессе облучения не превышала 260 К.

Определение характеристик радиационных дефектов (концентрация, энергия активации эмиссии и сечение захвата носителей заряда) в базовой  $p$ -области облученных диодных  $n^+p$ -структур осуществлялось методом нестационарной емкостной спектроскопии глубоких уровней (DLTS) [2]. Спектры измерялись при длительности импульса заполнения – 0,01 с и окне скоростей эмиссии –  $19 \text{ с}^{-1}$ . Долю неотожженных дефектов определяли отношением амплитуды  $\Delta\text{CDLTS}$ -пика, соответствующего перезарядке донорного уровня  $C_i$ , после отжига к амплитуде  $\Delta C_0$  до отжига (концентрация дефектов с глубокими уровнями прямо пропорциональна амплитуде DLTS-пика). Термический отжиг облученных образцов при температурах 260–330 К проводился в криостате DLTS-спектрометра при различных значениях обратного смещения.

Основное внимание в работе уделялось донорному уровню  $E(0/+)$  дефекта  $C_i$ , который располагается в запрещенной зоне Si у  $E_V + 0,27$  эВ [5]. Нами были рассчи-

таны температурные зависимости функции заполнения уровня дырками в кристаллах  $p$ -Si с разным уровнем легирования бором ( $[B_s] = 3 \times 10^{13} - 5 \times 10^{15} \text{ см}^{-3}$ ). Расчеты показали, что только в образцах первого типа с  $[B_s] = 2,5 \times 10^{15} \text{ см}^{-3}$  основная часть атомов  $C_i$  положительно заряжена в области температур 260–330 К. Следовательно, в базовой  $p$ -области этих  $n^+$ - $p$ -структур можно изменить зарядовое состояние  $C_i$  (перевести в нейтральное состояние) путем приложения обратного смещения  $U_{cm}$  в процессе термического отжига.

На рисунке 1 (а) показаны изменения неотожженной доли дефектов  $C_i$  в облученных электронами  $Si n^+$ - $p$ -диодах ( $[B_s] = 2,5 \times 10^{15} \text{ см}^{-3}$ ) в процессе их 15-минутного изохронного отжига при различных значениях обратного смещения. Анализ DLTS спектров показывает, что независимо от величины обратного смещения в процессе отжига практически все подвижные атомы  $C_i$  захватываются межузельными атомами кислорода  $O_i$  с образованием комплекса  $C_i O_i$ . Однако скорость отжига заметно выше в образцах, отжигаемых под обратным смещением, то есть когда дефект  $C_i$  находится в нейтральном зарядовом состоянии. В то же время при  $U_{cm} = 0 \text{ В}$  основная часть дефектов положительно заряжена в исследуемом интервале температур отжига.

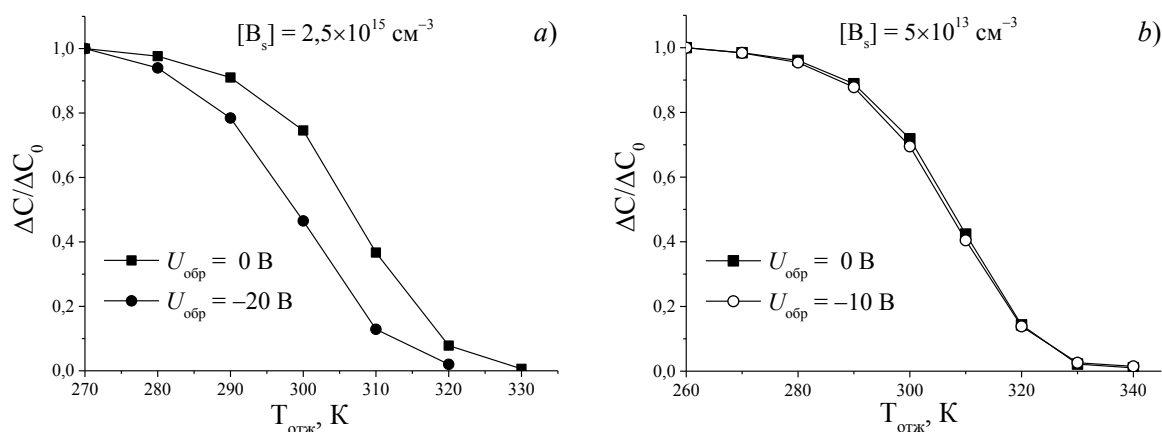


Рисунок 1 – Относительное изменение амплитуд DLTS-пиков ловушки  $C_i$  в результате изохронного (15 мин) отжига при различных значениях обратного смещения облученных электронами  $n^+$ - $p$ -структур на  $p$ -Si с  $[B_s] = 2,5 \times 10^{15} \text{ см}^{-3}$  и  $\alpha$ -частицами  $n^+$ - $p$ -структур на  $p$ -Si с  $[B_s] = 5 \times 10^{13} \text{ см}^{-3}$ .

На рисунке 1 (b) показаны изменения неотожженной доли дефектов  $C_i$  в облученных  $\alpha$ -частицами  $Si n^+$ - $p$ -структурах с меньшим содержанием легирующей примеси бора ( $[B_s] = 5 \times 10^{13} \text{ см}^{-3}$ ) в процессе 15-минутного изохронного отжига при различных значениях обратного смещения. Для этих образцов скорость отжига  $C_i$  практически не зависит от величины прикладываемого смещения. Следует отметить, что в обоих режимах отжига основное зарядовое состояние  $C_i$  в исследуемом интервале температур является нейтральным.

Наряду с изохронным проводился и изотермический отжиг облученных  $n^+$ - $p$ -структур при разных значениях обратного смещения. Во всех случаях концентрация  $C_i$  экспоненциально уменьшалась с ростом времени отжига. Были определены характеристические времена отжига  $C_i$  согласно выражению  $\tau = \nu^{-1} \times \exp(\Delta E/kT)$  для исследуемых образцов при разных значениях  $U_{cm}$  (рис. 2). Для  $n^+$ - $p$ -структур первого типа в положительном ( $U_{cm} = 0$ ) зарядовом состоянии энергия активации отжига  $C_i$  составляет  $\Delta E = 0,885(\pm 0,015) \text{ эВ}$  с частотным фактором  $\nu = 1,24 \times 10^{11} \text{ с}^{-1}$ , в то время как в нейтральном ( $U_{cm} = -20 \text{ В}$ ) –  $\Delta E = 0,73(\pm 0,02) \text{ эВ}$  с  $\nu = 9,49 \times 10^8 \text{ с}^{-1}$  (рис. 2 (а)). Как отмечалось выше, для  $n^+$ - $p$ -структур второго типа дефект  $C_i$  находится в нейтральном зарядовом состоянии независимо от значения  $U_{cm}$ . Здесь энергия активации отжига составляет  $\Delta E = 0,74(\pm 0,015) \text{ эВ}$  с частотным фактором  $\nu = 6,96 \times 10^8 \text{ с}^{-1}$  (рис. 2 (b)), что коррелирует с данными по отжигу образцов первого типа при  $U_{cm} = -20 \text{ В}$ .



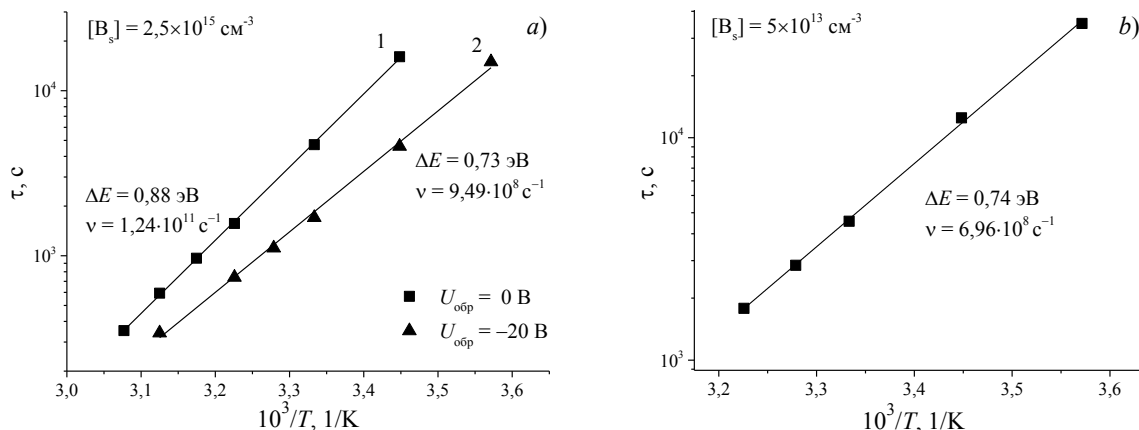


Рисунок 2 – Зависимости постоянных времени отжига  $C_i$  от температуры отжига для облученных  $n^+$ - $p$ -структур первого (а) и второго (б) типов

Таким образом, методом DLTS показано влияние зарядового состояния межузельных атомов углерода на кинетику их отжига в кремнии  $p$ -типа. Установлено, что скорость отжига  $C_i$  в положительном зарядовом состоянии существенно снижена по сравнению с таковой для нейтрального центра.

#### Список литературы:

1. Davies, G. Carbon in monocrystalline silicon / G. Davies, R.C. Newman // Handbook on semiconductors; eds. T.S. Moss, S. Mahajan. – Amsterdam, 1994. – Vol. 3. – P. 1557–1643.
2. Reactions of interstitial carbon with impurities in silicon particle detectors / L.F. Makarenko [et al.] // J. Appl. Phys. – 2007. – Vol. 101, № 11. – P. 113537(1–6).
3. Defect energy levels in boron-doped silicon irradiated with 1-MeV electrons / P.M. Mooney [et al.] // Phys. Rev. B. – 1977. – Vol. 15, № 8. – P. 3836–3843.
4. Kimerling, L.C. Defect states in proton-bombarded silicon at  $T < 300$  K. / L.C. Kimerling, P. Blood, W.M. Gibson // Inst. Phys. Conf. Ser. – London, 1979. – № 46. – P. 273–280.
5. Djerassi, H. Effects of  $^{60}\text{Co}$   $\gamma$ -rays on high resistivity p-type Si / H. Djerassi, J. Merlo-Flores, J. Messier // J. Appl. Phys. – 1966. – Vol. 37, № 12. – P. 4510–4516.
6. Электрически активные дефекты межузельного типа в облученном  $n$ -кремнии / А.Г. Литвинко [и др.] // ФТП. – 1980. – Т. 14, № 4. – С. 776–780.
7. Song, L.W. EPR identification of the single-acceptor state of interstitial carbon in silicon / L.W. Song, G.D. Watkins // Phys. Rev. B. – 1990. – Vol. 42, № 9. – P. 5759–5764.

**ПРОГНОЗИРОВАНИЕ УСТОЙЧИВОГО ХАРАКТЕРА ПРОТЕКАНИЯ САМОРАСПРОСТРАНЯЮЩЕГОСЯ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО СИНТЕЗА С УЧЕТОМ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ МЕХАНОАКТИВАЦИИ РЕАГЕНТОВ ПРИ ФОРМИРОВАНИИ ИЗНОСОСТОЙКИХ КОМПОЗИЦИОННЫХ ПОКРЫТИЙ**

<sup>1</sup>Громыко Г.Ф., <sup>1</sup>Мацука Н.П., <sup>2</sup>Ильющенко А.Ф., <sup>2</sup>Шевцов А.И., <sup>3</sup>Леванцевич М.А.

<sup>1</sup>Институт математики НАН Беларуси,

г. Минск, Беларусь, E-mail: grom,matsuka@im.basnet.by

<sup>2</sup>Институт порошковой металлургии НАН Беларуси,

г. Минск, Беларусь, alexil@mail.belpak.by

<sup>3</sup>Объединенный институт машиностроения НАН Беларуси,

г. Минск, Беларусь, E-mail: levancev@mail.ru

**Введение**

При формировании износостойких материалов и покрытий, содержащих твердые включения (например, карбид титана), эффективно применение самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) [1]. В работе [2] предложена принципиальная схема математического моделирования тепловых процессов СВС при формировании износостойкого покрытия импульсно-плазменной обработкой композиционной обмазки из шихты, содержащей СВС - реагенты.

Целью работы является определение роли механической активации исходной шихты (на примере NiCr, Ti и C) в устойчивом эстафетном характере протекания СВС, результатом которой является получение частиц-агломератов («микрокомпозитов»).

Рассматриваемая математическая модель тепловых процессов учитывает различные механизмы химического реагирования, которые проявляются при моделировании тепловых процессов с предварительной механоактивацией реагентов. Схема образования «микрокомпозитов» при механоактивации показана на рисунке 1.

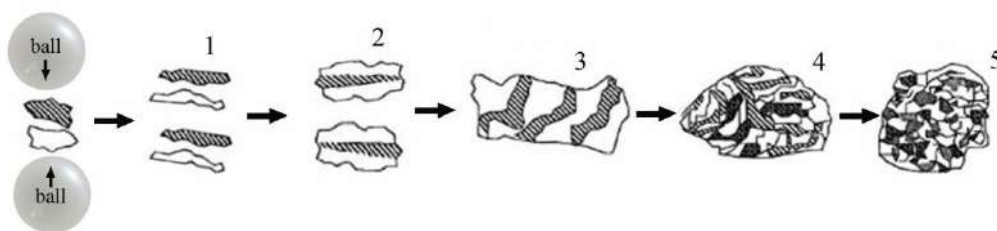


Рисунок 1 – Процесс образования «микрокомпозитов» при механоактивации

Интенсивные столкновения частиц в механоактиваторе с нейтральными шарами мельницы и между собой повышают реакционную способность реагентов, которая заключается в увеличении реакционной поверхности и накоплению дополнительной энергии, большая часть которой преобразуется в тепловую.

В результате механоактивации «микрокомпозиты» представляют собой порошковые образования, внутри которых исходные реагенты равномерно распределены. При этом существенно увеличивается площадь контакта между реагентами, уменьшается их характерный размер и растет концентрация дефектов кристаллической структуры. Это приводит к заметному росту скорости химических реакций, повышению полноты превращения и может инициировать процесс СВС даже в слабозкотермичных системах.

Таким образом, механоактивация обеспечивает дополнительной энергией «микрокомпозиты», создает большую поверхность контакта между реагентами, что зачастую приводит к условиям для протекания реакции по твердофазному механизму. Отметим, что для данной модели будем рассматривать те режимы активации, в которых реагенты находятся в стехеометрическом соотношении.

Введение в определение механоактивации энергетического состояния системы открывает возможность математического выражения и количественной оценки процесса активации: процессу механоактивации будет соответствовать изменение свободной энергии системы под действием механических сил.

В выбранной модели предварительная механоактивация шихты учитывается заданием энергетического состояния для реагирующих «микрокомпозитов» в виде дополнительной начальной энтальпии, а не температуры, и изменением констант химической реакции (указывающих на увеличение удельной поверхности контакта), которые носят эмпирический характер.

Параметры исследуемой модели. В качестве исходных материалов для подготовки шихты использован порошок нихрома (фракции ~ 50 мкм) и в качестве СВС - реагентов – смесь порошка титана (фракции ~ 50 мкм) и углерода в виде сажи ПМ-15 (размер частиц 2-5 мкм) в стехиометрическом соотношении 4:1. Массовое процентное содержание нихрома варьировано в пределах  $\approx 40 - 50\%$ .

Исследуемая модельная область представляет собой брусок с размерами 10мм × 10мм, на верхнюю часть которого равномерно нанесена суспензия из исходных компонентов шихты и инертного материала в цапонлаке. Толщина обмазки после предварительной обработки составляет ~ 0,6 мм.

Начальная температура образца 500 К, температура окружающего газа 300 К. Коэффициент теплоотдачи на боковых и нижней границах образца  $10 \text{ Вт/м}^2\cdot\text{К}$ , со стороны импульса –  $5 \cdot 10^6 \text{ Вт/м}^2\cdot\text{К}$ . Тепловой эффект реакции горения  $Q = 251,2 \text{ кДж/моль}$ .

Начальное энергетическое состояние частиц-реагентов варьируется от 10 до 100 кДж/кг.

Параметры технологического процесса взяты из работы [2], термические константы веществ – из справочника [3].

Результаты моделирования. На рисунке 2 представлена модель укладки «микрокомпозитов» слоями, с нумерацией их от границы контакта обмазки с подложкой. Такой способ укладки отражает лучшую передачу тепла со стороны импульса в глубь детали, а в центральном столбце теплопередача максимальная.

Рассмотрим поведение системы с различной дополнительной энергией «микрокомпозитов», иллюстрирующих положительный эффект механоактивации на процесс иницирования СВС.



Рисунок 2 – Модель укладки частиц в обмазке

На рисунке 3 приведены результаты расчетов динамики температурного поля с различной начальной энергией «микрокомпозитов» в центральном столбце обмазки. Как видно из рисунка 3а при дополнительной энергии в 10 кДж/кг и действии импульса длительностью 200 мкс в частицах недостаточно энергии, чтобы иницировать СВС хотя бы в нескольких слоях «микрокомпозитов».

При постепенном увеличении времени механоактивации (что выражается в увеличении энергии реагирующих частиц) начинается процесс синтеза карбида титана. Для того, чтобы прореагировали все слои покрытия, требуется разное время. Отметим, что процесс зажигания центрального вертикального столбца частиц с реагентами, показанный на рисунке 3г идентичен по времени приведенному в [2] эксперименту с начальной температурой системы 800 К. Полученной дополнительной энергии системы хватило для иницирования СВС даже при существенно более низкой начальной температуре.

Исходя из численных экспериментов, благоприятный прогноз формирования качественного упрочняющего покрытия для исходных параметров, когда наблюдается устойчивый эстафетный характер СВС даже при начальной температуре 500 К, наблюдается в диапазоне дополнительной энергии порядка 20 – 100 кДж/кг.

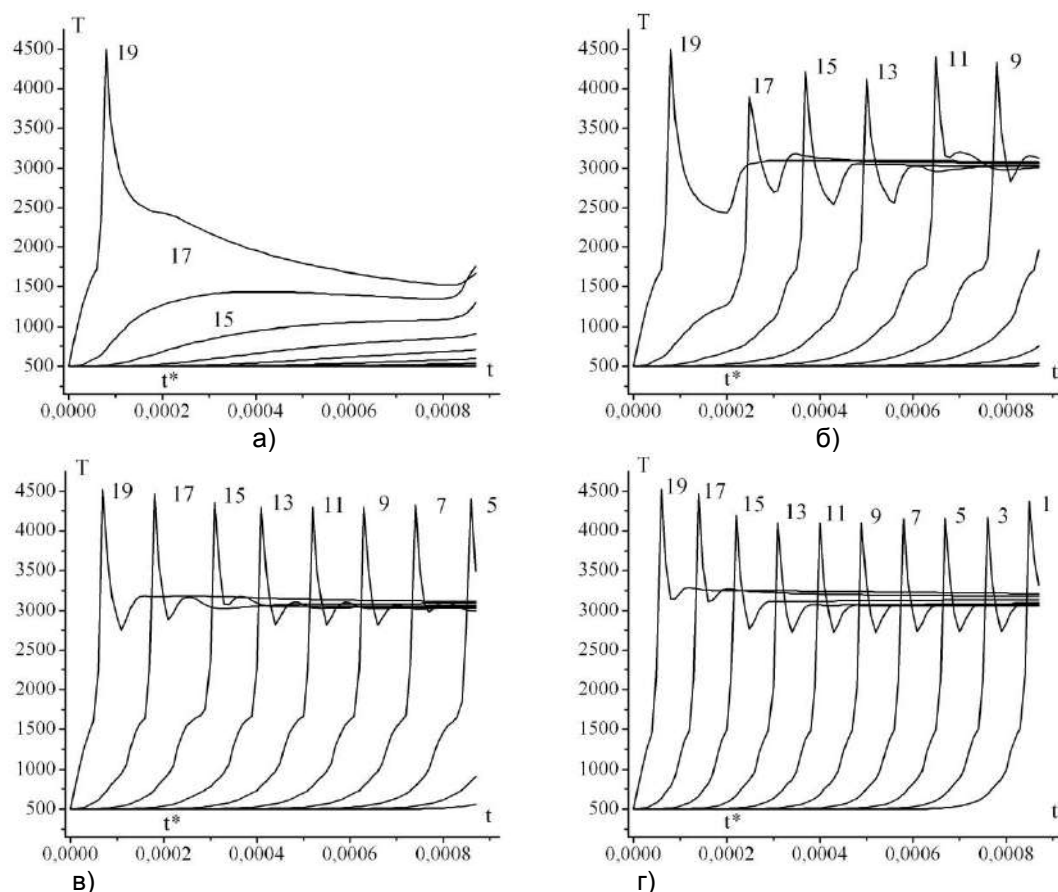


Рисунок 3 – Динамика температуры в центральном столбце «микрокомпозитов» при дополнительной энергии после механоактивации:  
 а) 10 кДж/кг, б) 20 кДж/кг, в) 50 кДж/кг, г) 100 кДж/кг

### Заключение

Проведена серия численных экспериментов по изучению процесса самораспространяющегося высокотемпературного синтеза при формировании износостойкого покрытия импульсно-плазменной обработкой композиционной обмазки из шихты, содержащей СВС – реагенты, с учетом предварительной механоактивации реагентов. Показано, что механическая активация исходной шихты позволяет запустить устойчивый СВС – процесс при более низкой начальной температуре. С помощью численных экспериментов установлены оптимальные режимы обработки обмазки (Ni80Cr20 + Ti + C). Выбранные диапазоны технологических параметров создают предпосылки нанесения качественного износостойкого покрытия.

### Список литературы:

1. Витязь П.А., Ильющенко А.Ф., Шевцов А.И. Основы нанесения износостойких, коррозионностойких и теплозащитных покрытий. Минск: Бел. Наука. 2006. 363 с.
2. Gromyko G., Ilyuschenko A., Matsuka N., Shevtsov A., Buikus K. Modeling of Thermal Processes at Forming a Composite Coating of plastering with SHS-reagents// Electronic Journal of New Materials, Energy and Environment (EJNMEE). 2015. V. 01, № 2, p. 18 – 31. url: <http://ejnmee.eu/>; eISSN: 2367-6868.
3. Глушко В.П. Термические константы веществ. Справочник / Под ред. В.П. Глушко // Вып. IV, М.: Изд-во АН СССР, 1970; вып. V, 1971; вып. VII, 1974.

**ВЛИЯНИЕ ПЛАЗМЕННОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРНОЕ СОСТОЯНИЕ  
ВЫСОКОУГЛЕРОДИСТОЙ КОЛЕСНОЙ СТАЛИ ПОСЛЕ ДЛИТЕЛЬНОЙ  
ЭКСПЛУАТАЦИИ**

<sup>1</sup>Ильичев М.В., <sup>2</sup>Ливанова Н.О., <sup>1</sup>Тюфтяев А.С., <sup>2</sup>Филиппов Г.А.

<sup>1</sup>ОИВТ РАН, г. Москва, Россия

<sup>2</sup>ФГУП «ЦНИИчермет им И.П. Бардина», г. Москва, Россия, E-mail: iqs12@yandex.ru

Одним из эффективных способов повышения качества и уровня служебных свойств конструкционных сталей является воздействие на металл низкотемпературной плазмой.

Целью данного доклада было исследование влияния плазменной обработки на структурное состояние высокоуглеродистой колесной стали после длительной эксплуатации.

Для исследования были представлены образцы с плазменным поверхностным упрочнением гребня бандажа после длительной эксплуатации. На рабочей поверхности в средней части гребня обоих бандажей перед упрочнением наблюдались типичные контактно-усталостные дефекты и выщербины (рис. 1).

Было проведено комплексное металлографическое исследование образцов с плазменным поверхностным упрочнением гребней бандажей и установлено соответствие исследованных свойств требованиям ТУ ЦРТ-0001-2010 «Колеса бандажные с плазменным упрочнением гребня для грузовых, пассажирских и маневровых локомотивов».

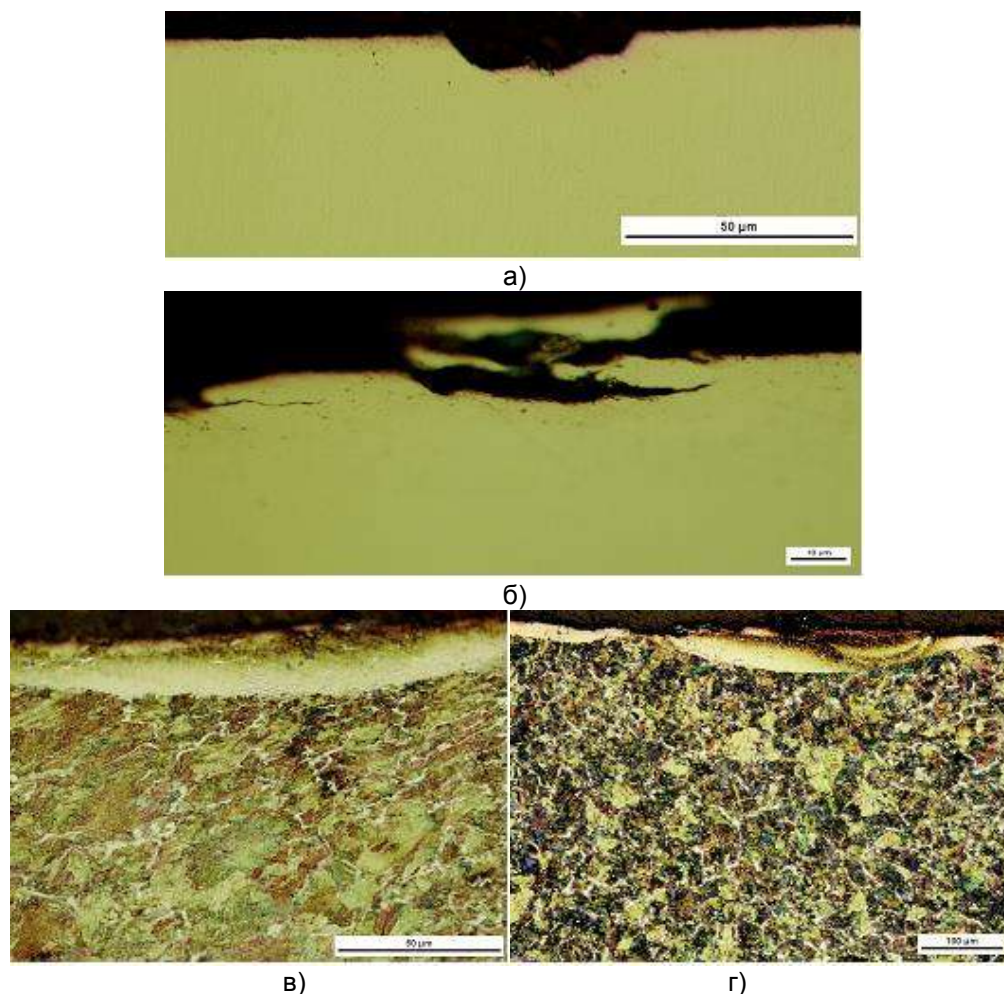


Рисунок 1 – Контактно-усталостные дефекты поверхности катания железнодорожного бандажа:  
а – выщербины, б – контактно-усталостные наклонные трещины,  
в – наклепанный слой ~ 500 мкм, г – подкаливание.

В микроструктуре образцов были выявлены следующие зоны: слой отпущенного мартенсита; переходный слой с неоднородной структурой, включающий «бесструктурный» мартенсит и участки троостомартенсита и троостита; зона сорбита отпуска с прослойками феррита по границам зерен с переходом к структуре основного металла (рис. 2).



Рисунок 2 – Микроструктура поверхности катания банджа, плазменно-упрочненного после эксплуатации

Плазменное упрочнение бывших в употреблении колес без обточки до полного устранения поверхностных дефектов приводит к следующему: исчезает область наклепа, а количество мелких дефектов типа трещин и выщербин уменьшается, что возможно является следствием их «залечивания» в результате воздействия плазменной струи на поверхность металла (рис. 3), но грубые окисленные трещины, возникшие в ходе эксплуатации, остаются без наблюдаемых изменений.

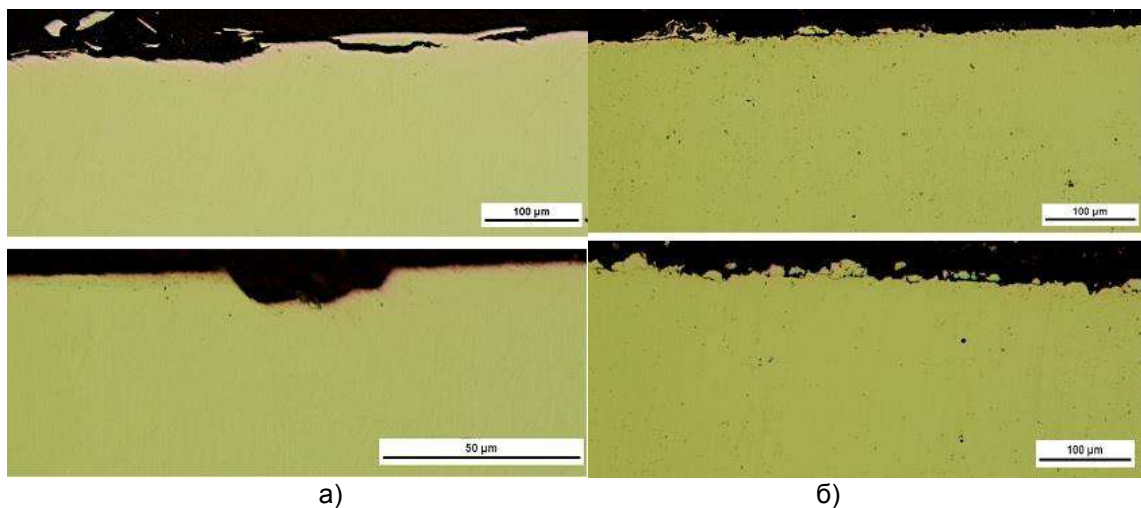


Рисунок 3 – Пример «залечивания» контактно-усталостных дефектов: а – образцы после эксплуатации, б – образцы с плазменным упрочнением после эксплуатации

Проведенные рентгеноструктурные исследования образцов по глубине от поверхности катания подтвердили протекание процесса релаксации остаточных напряжений в результате плазменной обработки (рис. 4).

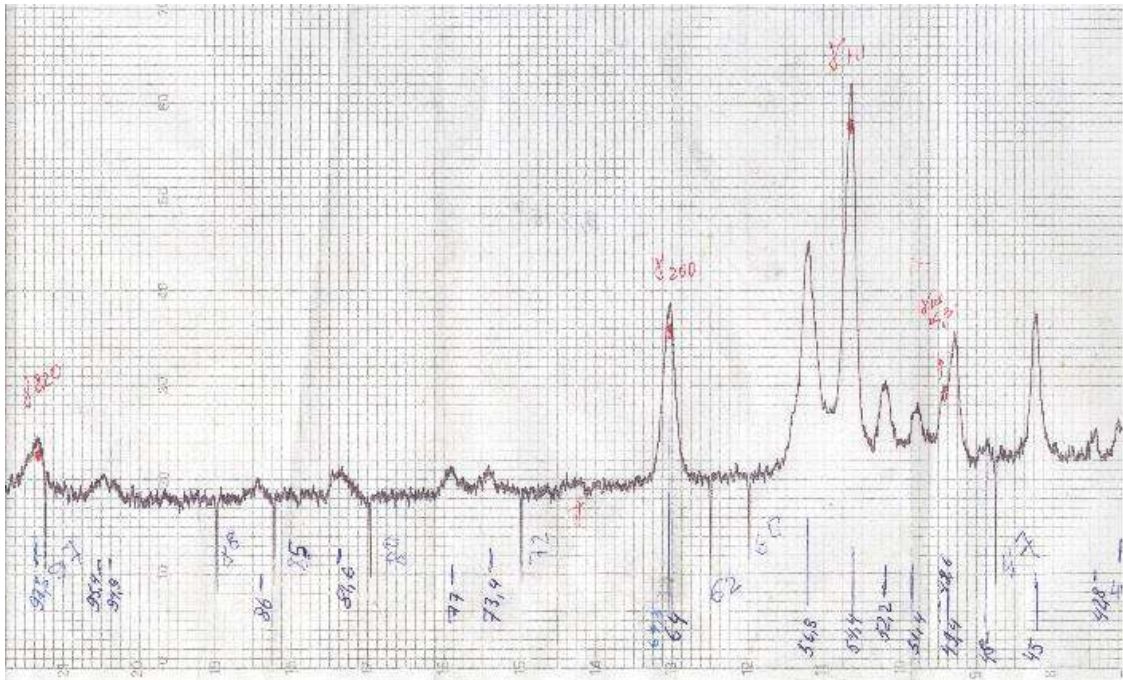


Рисунок 4 – Рентгенограмма с поверхности катания бандажа после длительной эксплуатации с плазменным упрочнением

Работа выполнена при частичной поддержке грантов РФФИ № 16-08-0166 , 17-08-00216.

**Список литературы:**

1.Иличев М.В., Ливанова О.В., Тюфтяев А.С., Филиппов Г.А. Влияние технологических параметров плазменной обработки на формирование структуры и свойств стали типа 60Г //Металлург. 2008. №10. С. 59 – 62.

**ПОЛУЧЕНИЕ И ИССЛЕДОВАНИЕ БИОРЕЗОРБИРУЕМЫХ СПЛАВОВ  
НА ОСНОВЕ СИСТЕМЫ Fe-Mn**

**Маликова П.Е., Пустов Ю.А., Жукова Ю.С.**

*НИТУ МИСус, г. Москва, Россия, E-mail: malikova93@mail.ru*

Одной из важных задач медицинского материаловедения является разработка материалов и технологий, способных замещать поврежденные или утраченные органы человека на искусственные устройства, такие как: костные имплантаты, стенты для кровеносных сосудов и т.д. Традиционными требованиями, к металлическим имплантатам являются: биологическая совместимость, высокие механические характеристики и коррозионная стойкость в среде организма человека. Однако, в последнее десятилетие резко вырос интерес к биорезорбируемым материалам, которые стимулировали бы регенерацию ткани, а затем, выполнив свою функцию в организме, растворялись в биологических жидкостях [1, 2].

Именно к таким сплавам и относятся сплавы системы Fe-Mn, которые обладают необходимым уровнем механических свойств и биомеханической совместимости с костной тканью [3]. Однако ключевым фактором, определяющим возможность использования этих сплавов, должна быть контролируемая скорость их растворения для обеспечения сохранения функциональных характеристик до момента их полной деградации. Введение марганца должно способствовать увеличению скорости растворения сплава в связи с его высокой электрохимической активностью.

Возможности расширения функциональных характеристик могут быть увеличены за счет введения в состав сплава кремния [3], который способствует проявлению в этих сплавах эффектов памяти формы и обратимого мартенситного превращения  $\gamma \leftrightarrow \epsilon$ .

В настоящей работе рассмотрены сплавы состава Fe-30Mn и Fe-xMn-5Si (x=23, 26, 30 % масс.) в сравнении с чистым железом. Исследуемые сплавы выплавлены методом вакуумно-дугового переплава с нерасходуемым вольфрамовым электродом. Было выяснено, что для получения качественных слитков необходимо проводить 4 переплава исходных шихтовых материалов, а также проводить гомогенизационный отжиг при 900°C (60 мин).

Рентгенографические исследования показали, что в сплавах системы Fe-Mn-Si формирование структуры проходит под действием мартенситного превращения  $\gamma \leftrightarrow \epsilon$ , что подтверждается исследованиями фазовых превращений данной системы в разных источниках [4-6].

Влияние состава сплавов на характеристические температуры мартенситных превращений исследовано методом дифференциальной сканирующей калориметрии. В случае сплава состава Fe23Mn5Si превращение  $\gamma \leftrightarrow \epsilon$  наблюдается в интервале температур  $M_s = 143^\circ\text{C}$  и  $M_f = 65^\circ\text{C}$ . В сплаве Fe26Mn5Si температура превращения так же много выше температуры человеческого тела  $M_s = 128^\circ\text{C}$  и  $M_f = 71^\circ\text{C}$ . Важно отметить, что для сплава Fe30Mn5Si температура превращения значительно снижена  $M_s = 50^\circ\text{C}$ , и трансформация продолжается на этапе охлаждения за пределами измерений  $-60^\circ\text{C}$  (рис.1). Эта модификация может быть связана с кристаллической деформацией решетки, из-за высокого содержания марганца в сплаве. Следовательно, именно эта композиция может использоваться в качестве имплантируемого материала в человеческом организме, как сплав, проявляющий эффект памяти формы [7].



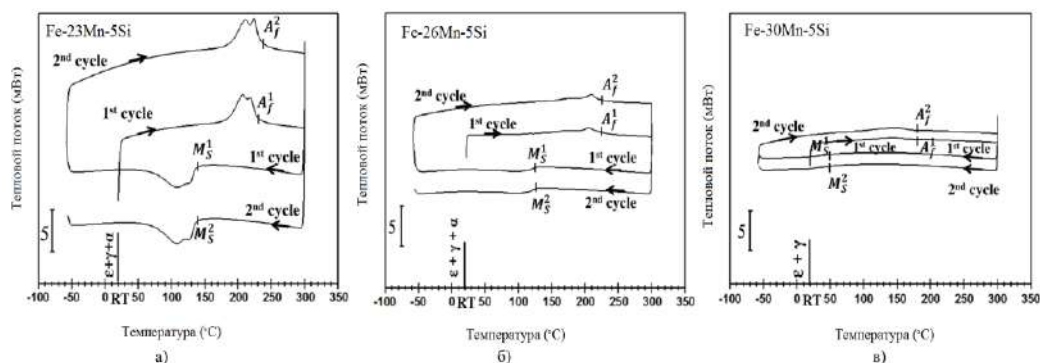


Рисунок 1 – ДСК кривые сплавов Fe-Mn-Si полученные путём нагрева и охлаждения

Значения модуля Юнга, полученные для Fe23Mn5Si, Fe26Mn5Si и Fe30Mn5Si сплавов составили 141 GPa, 123 GPa и 116 GPa соответственно. Эти значения, очевидно, гораздо ниже, чем у технически чистого железа (226 GPa). Кроме того, заметно, что увеличение количества марганца в сплаве уменьшает его модуль упругости. Это свойство очень важно для применения имплантата в костной ткани, для которой значения модуля Юнга должно быть низким, чтобы избежать механического несоответствия между костными тканями и металлическими имплантатами. Учитывая значения, измеренные для трех синтезированных материалов, Fe30Mn5Si сплав представляется наиболее подходящим для применения в качестве имплантата с механической точки зрения [7].

Измерены скорости растворения железа и сплавов Fe-Mn-Si с различным содержанием марганца. Методом хронопотенциометрии установлено, что в процессе экспозиции все сплавы испытывают самопроизвольную катодную поляризацию (рис.2), что косвенно указывает на развитие коррозионного процесса по механизму активного растворения. При этом исключительно принципиальным представляется факт, что с увеличением концентрации марганца, стационарный потенциал сплавов становится на 150-200 мВ отрицательнее потенциала чистого железа. Это указывает на повышение электрохимической активности сплавов и, как следствие, увеличение скорости коррозии. Однако эти сведения могут быть подтверждены только из анализа поляризационных диаграмм и гравиметрическим методом.

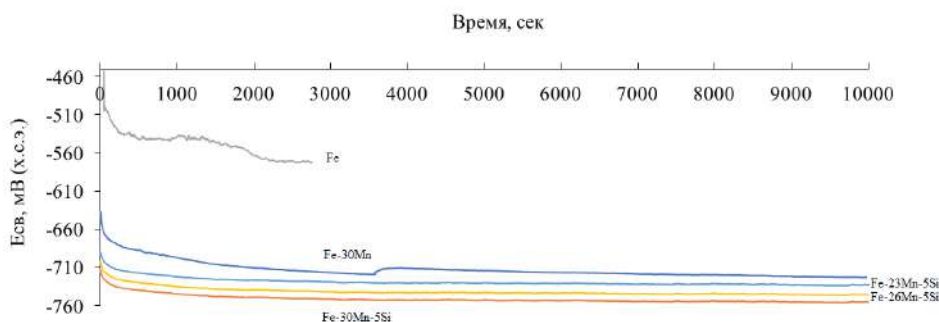


Рисунок 2 – Изменения свободного потенциала коррозии сплавов Fe-Mn-Si в физиологическом растворе (Хэнка) при температуре 37°C (в сравнении с чистым железом и сплавом Fe-30Mn)

Методом потенциодинамической вольтамперометрии установлено (рис.3), что на образцах чистого железа наблюдается ярко выраженное затруднение протекания катодного процесса, но с добавлением марганца, а также кремния, наклон катодной кривой значительно уменьшается, что указывает на увеличение скорости катодного процесса.

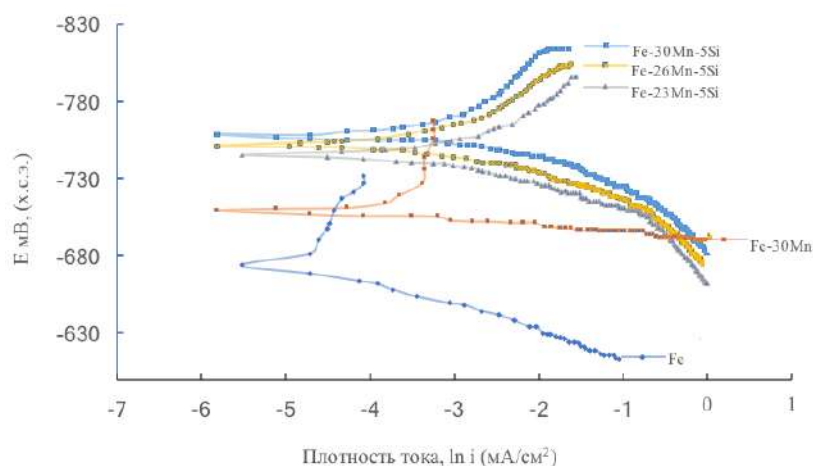


Рисунок 3 – Поляризационные диаграммы системы Fe-Mn-Si в физиологическом растворе (Хэнка) при температуре 37°C (в сравнении с чистым железом и сплавом Fe-30Mn)

В целом увеличение концентрации марганца в сплавах Fe-Mn-5Si не оказывает заметного влияния внешний вид поляризационных диаграмм, однако приводит к увеличению коррозионного тока (табл. 1).

Полученные результаты количественно подтверждаются оценками скоростей коррозии сплавов методом экстраполяции поляризационных кривых и прямыми измерениями потерь массы после коррозионных испытаний. Как видно, несмотря на небольшие расхождения результатов, скорость коррозии сплавов Fe-Mn-Si в 5-7 раз превышает скорость растворения чистого железа, что позволяет рекомендовать указанные композиции в качестве биорезорбируемых материалов.

Таблица 1 – Результаты электрохимических и гравиметрических исследований

№	Состав сплава	$i \cdot 10^5, A/cm^2$	$\Pi^{(1)}, мм/год$	$\Pi^{(2)}, мм/год$
1	Fe	1,0	0,12	0,10±0,02
2	Fe-30Mn	2,27	0,26	0,24±0,03
3	Fe-30Mn-5Si	6,72	0,80	0,72±0,09
4	Fe-26Mn-5Si	4,98	0,59	0,55±0,07
5	Fe-23Mn-5Si	4,08	0,48	0,44±0,05

<sup>1)</sup> по методу экстраполяции поляризационных кривых;

<sup>2)</sup> гравиметрические данные

#### Список литературы:

1. Y. F. Zheng, X. N. Gu, F. Witte. Biodegradable metals //Materials Science and Engineering: R: Reports, 2014, V.77, P. 1-34.
2. R.W. Revie, H.H. Uhlig, Corrosion and Corrosion Control, 4th ed., John Wiley & Sons, Hoboken, New Jersey, 2008, p. 490.
3. Liu B., Zheng Y. F., Ruan L. In vitro investigation of Fe30Mn6Si shape memory alloy as potential biodegradable metallic material //Materials Letters, 2011. V.65, №. 3, P. 540-543.
4. Богачев И.Н., Еголаев В.Ф. Структура и свойства железомарганцевых сплавов. – М.: Металлургия, 1973, 295 с.
5. Волинова Т.Ф. Высокомарганцовистые стали и сплавы. – М.: Металлургия, 1988, 343 с.
6. Соколов О.Г., Кацов К.Б. Железомарганцевые сплавы. – Киев: Наукова Думка, 1982, 216 с.
7. H. Li, Y. Zheng, L. Qin, Progress of biodegradable metals, Progress in Natural Science: Materials International 24 (2014) 414-422.

## ПРИМЕНЕНИЕ СОВРЕМЕННЫХ МЕТОДОВ ИССЛЕДОВАНИЯ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПЛЕНОЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Полетаева А.Н., Бокова Е.С., Евсюкова Н.В.

*Российский государственный университет им. А.Н. Косыгина  
(Технологии. Дизайн. Искусство), г. Москва, Россия, E-mail: nufnuf09@mail.ru*

Ассортимент упаковочных материалов для продуктов питания обусловлен огромным многообразием последних и широким диапазоном требований к условиям хранения. Независимо от вида продукции, общим требованием, предъявляемым к упаковке, является химическая инертность и физиологическая безвредность. Исходя из этого, для производства упаковочных материалов для пищевой продукции наибольшее распространение получили пленки на основе полиолефинов. Как правило, речь идет о многослойных композиционных пленочных материалах, которые в большей мере могут гарантировать сохранение не только потребительских, технологических, и эстетических свойств продуктов, но и способствуют совершенствованию технологического процесса расфасовки, упаковки и транспортировки, уменьшая естественную убыль продуктов и сокращая расход упаковочных материалов [1].

При выборе многослойных полимерных материалов для хранения пищевых продуктов определяющими являются их химический состав и структура [2], к наиболее достоверным и надежным современным методам их анализа можно отнести атомно-силовую микроскопию, инфракрасную спектроскопию, дифференциальную сканирующую калориметрию, и др.

Цель работы – определение состава и исследование структуры поверхности полимерных пленочных упаковочных материалов с применением современных методов исследования.

В качестве объектов исследования использовали многослойные монолитные пленочные материалы на основе полиолефинов марки «ECOWAVE» производства Италии – Образцы № 1 и № 2 и «PK» производства России – Образец № 3.

Для определения состава пленок использовали установку DSC 204 F1 Phoenix (Германия), испытания проводили в температурном диапазоне от 25 до 300° С при скорости нагрева 10° К/мин [3], а также Фурье-спектрометр инфракрасный NicolettiS5 (США) с возможностью автоматической обработки спектров.

Для анализа структуры поверхности полимерных пленок применяли атомно-силовую микроскопию Ntegra Prima NT-MDT (Россия).

В ходе работы были получены ДСК – граммы исследуемых образцов.

Абсолютные величины температур стеклования, плавления и кристаллизации позволяют идентифицировать Образец №1 как пленку из полиэтилена низкой плотности ( $T_{пл}=104,7^{\circ}\text{C}$ ) В Образце №2 основным компонентом является полиэтилен высокой плотности ( $T_{пл}=122,3^{\circ}\text{C}$ ). В Образце №3 идентифицировано наличие двух полимеров – полиэтилена низкой плотности ( $T_{пл}=115,3^{\circ}\text{C}$ ) и полиэтилентерефталата ( $T_{пл}=232,5^{\circ}\text{C}$ ).

Методом ИК-спектроскопии были получены ИК-спектры анализируемых образцов.

Установлено, что в ИК-спектрах Образцов № 1 и 2 присутствуют пики 2866-2949  $\text{см}^{-1}$ , интенсивностью 0,35, соответствующие валентным колебаниям метиленовых группировок, что указывает на наличие в составе плёнок полиэтилена в качестве основного компонента [4].

В ИК-спектре Образца № 3 присутствует полоса поглощения 3297-3500  $\text{см}^{-1}$  с интенсивностью 0,91, соответствующая валентным колебаниям гидроксильных групп и пики поглощения 1634-1262  $\text{см}^{-1}$ , соответствующие валентным колебаниям сложноэфирной группировки, также в спектре есть полоса поглощения 2866-2932  $\text{см}^{-1}$ , соответствующая валентным колебаниям метиленовых группировок полиэтилена. Из этого следует, что в состав плёнки входят как ПЭТФ, так и ПЭ.

Обобщенные результаты ДСК и ИК-спектроскопии представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Идентификационный состав образцов многослойных пленок

Код образца	Метод исследования				Вид полимера
	ИК		ДСК		
	Волновое число, см <sup>-1</sup>	Интенсивность пика	T <sub>пл</sub> , °C	T <sub>кр</sub> , °C	
Обр. №1	2837,83 - 2950,09	0,35	104,7	94,9	ПЭНП
Обр. №2	2847,68 - 2915,04	0,35	122,3	110,4	ПЭВП
Обр. №3	3297,23 /2932,57 /1634,82	0,91	115,3/ 232,5	107,1 /211,5	ПЭНП/ ПЭТФ

Методом АСМ были получены двухсторонние снимки поверхности образцов (рис. 1-3). Для их анализа использовали условные обозначения, такие как «лицевая» и «изнаночная» сторона пленки.

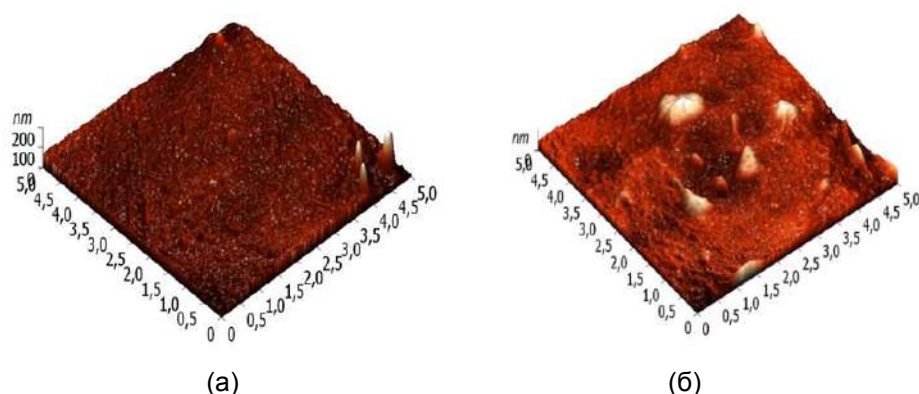


Рисунок 1 – АСМ – изображение поверхности пленок Образца №1: а – лицевая сторона, б – изнаночная сторона

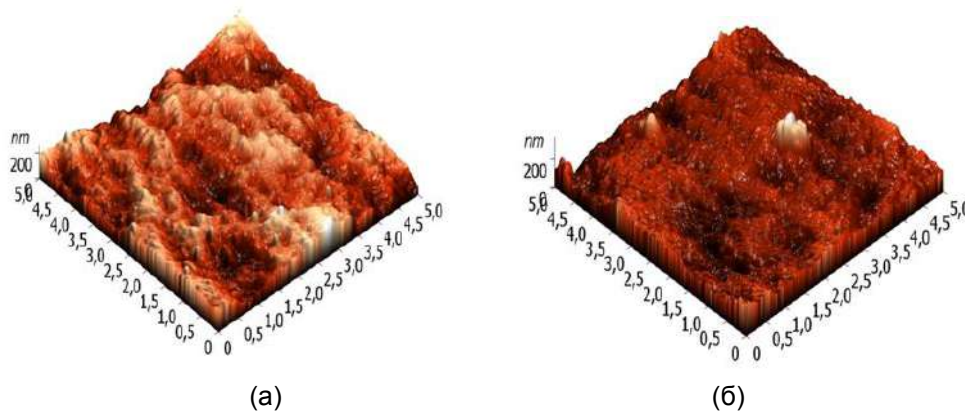


Рисунок 2 – АСМ – изображение поверхности пленок Образца №2: а – лицевая сторона, б – изнаночная сторона

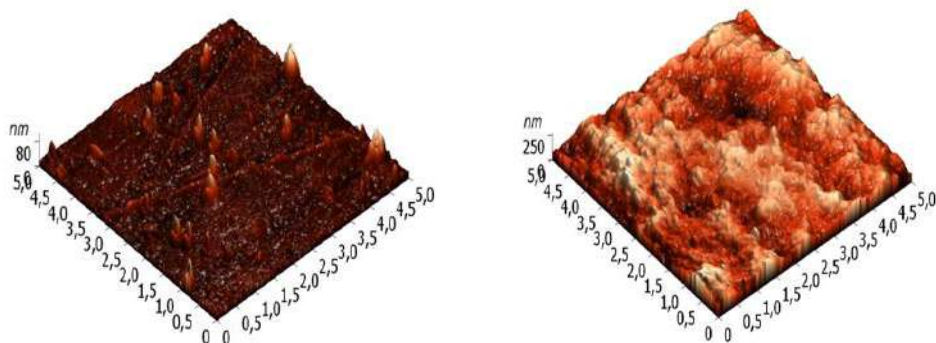


Рисунок 3 – АСМ – изображение поверхности пленок Образца №3: а – лицевая сторона, б – изнаночная сторона.

Как видно из представленных снимков, морфология поверхности «лица» и «изнанки» образцов различна, что, по-видимому, будет иметь немаловажное значение при выборе стороны контакта упаковки с продуктом хранения.

Таким образом, при выборе оптимального упаковочного решения для длительного хранения конкретных пищевых продуктов, следует учитывать не только состав полимерных слоев, но и морфологию поверхности «лицевой» и «изнаночной» сторон упаковочных материалов.

**Список литературы:**

1. Д.Ф. Каган, В.Е. Гуль, Л.Д. Самарина. Многослойные и комбинированные пленочные материалы. – Москва. Изд. Химия. 1989 г., С 89.
2. Полетаева А.Н., Бокова Е.С., Евсюкова Н.В., Кузнецова Д.С. Перспективные упаковочные материалы на основе полиолефинов как один из видов упаковочного решения для хранения бакалейной продукции – Сборник материалов Международной научно-технической конференции Дизайн, технологии и инновации в текстильной и легкой промышленности «Инновации –2016», – Москва, 2016г., С 214.
3. Полетаева А.Н., Бокова Е.С., Евсюкова Н.В., Кузнецова Д.С. Применение метода дифференциально-сканирующей калориметрии для идентификации и анализа термоокислительной стабильности полимерных плёнок. Ж-л «Пластические массы» №3-4, 2015. – Москва. С.32-35.
4. Полетаева А.Н., Бокова Е.С., Евсюкова Н.В., Кузнецова Д.С. Применение метода инфракрасной спектроскопии для идентификации полимерных пленочных материалов – Тезисы докладов X международной научной конференции студентов и аспирантов «Техника и технология пищевых производств» – Респ. Беларусь, г. Могилёв, 2016 г., С 142.

## МЕХАНИЗМЫ ОБРАЗОВАНИЯ И РОСТА МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПЕНТАГОНАЛЬНЫХ ЧАСТИЦ И КРИСТАЛЛОВ С ДЕФЕКТНОЙ СТРУКТУРОЙ И РАЗВИТОЙ ПОВЕРХНОСТЬЮ

Викарчук А.А., Грызунова Н.Н., Романов А.Е.  
Тольяттинский государственный университет,  
г. Тольятти, Россия, E-mail: E-mail: fti@tlttsu.ru

Металлические частицы и кристаллы, обладающие осями симметрии пятого порядка, содержащие дисклинации, имеющие специфическую огранку, уникальные физико-химические, механические свойства и представляют большой научно-практический интерес [1,2].

Используя метод электроосаждения металла [2-5] нами было выращено большое многообразие пентагональных микрообъектов (ПМ) в виде (рис. 1), а) декаэдрических малых частиц (ДМЧ), б) плоских пентагональных кристаллов (ППК), в) икосаэдрических малых частиц (ИМЧ), г) нитевидных пентагональных кристаллов (НПК), д) пентагональных пирамид (ПП) и др.

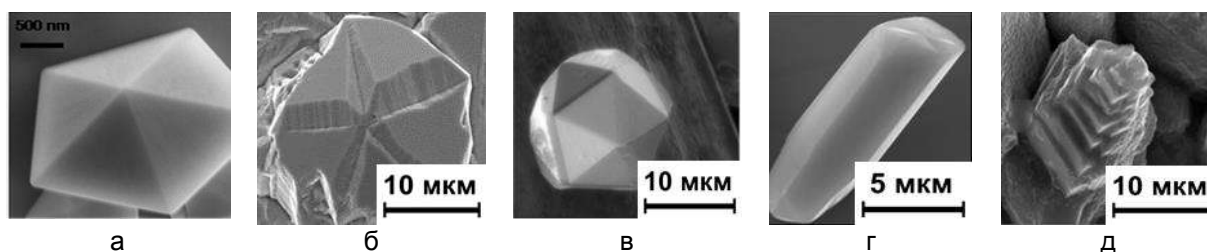


Рисунок 1 – Многообразие форм роста пентагональных частиц и кристаллов

Показано, что ПМ могут расти из трехмерных зародышей, имеющих икосаэдрическое или декаэдрическое расположение атомов, а также образовываться и расти на дефектах дисклинационного типа: оборванных двойниковых и деформационных границах, стыках зерен и двойниковых вставках, выходах на поверхность частичных дисклинаций, включениях и трещинах.

Механизмы формирования этих объектов в процессе электрокристаллизации металла у каждого свои и кардинально отличаются, они являются причиной большого многообразия форм роста пентагональных частиц и кристаллов, причиной их необычной структуры, уникальных свойств и являются предметом данного исследования.

В работе рассматриваются возможные механизмы роста металлических пентагональных объектов (рис. 1) в процессе электрокристаллизации. На основании проведенных электронно-микроскопических исследований их структуры (в том числе высокоразрешающей микроскопии) уточнены существующие и предложены новые механизмы образования и роста ПМ. Показано, что основными дефектами структуры в таких объектах, являются частичные дисклинации их диполи и квадруполи, двойниковые границы, в том числе оборванные, двойниковые прослойки и вставки (рис. 2б).

Показано, что варьируя режимы электролиза, состав электролита, используя механическую активацию растущих кристаллов абразивными частицами, движущимися в электролите, можно целенаправленно управлять, размерами и структурой кристаллов, создавать в них дефекты определенного типа, формировать габитус и специфическую огранку у пентагональных кристаллов, создавать у них развитую поверхность в виде многоатомных террас роста состоящих из каталитически активных кристаллографических плоскостей  $\{111\}$ ,  $\{110\}$  (рис. 2а).

Впервые, исследована эволюция структуры, разработаны и предложены механизмы роста пентагональных пирамид на дефектах дисклинационного типа, в частности оборванных двойниковых границах ростового происхождения  $\{111\}\langle 110 \rangle$ . Рассмотрим механизм роста пентагональных пирамид подробнее.

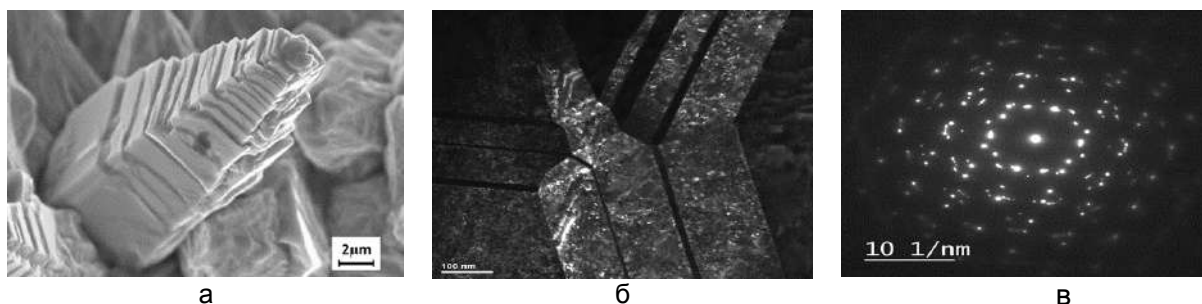


Рисунок 2– Морфология поверхности (а), электронно-микроскопическая картина сечения (б), электроннограмма от центральной части пентагональной пирамиды (в)

Наиболее часто при электрокристаллизации реализуется слойный механизм роста кристаллов из двумерных зародышей [6], которые разрастаются до монослоя. Зарождение каждого последующего слоя начинается с появления нового двумерного зародыша. В реальных условиях, за время тангенциального разрастания поверхность слоя покрывается тонкой адсорбционной пленкой. Механическое активирование поверхности растущих при электрокристаллизации кристаллов, разрушает пассивирующую пленку, создает благоприятные условия для образования в кристаллах двойниковых границ ростового происхождения. В данной работе, нас интересуют только оборванные двойниковые границы, которые могут образоваться, например, в кристаллографической плоскости (111), наклоненной к плоскости (110) под углом  $35^{\circ}16'$  (рис. 3а). При этом, плоскость (110) является одновременно подложкой для растущего кристалла.

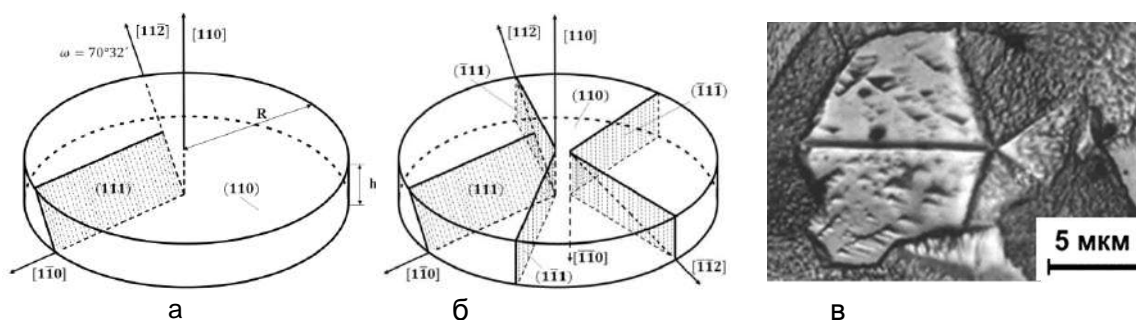


Рисунок 3– Схема образования оборванной ростовой двойниковой границы (а) и плоского пентагонального кристалла в процессе электрокристаллизации с механической активацией (б), микрофотография плоского пентагонального кристалла (с)

В этом случае, механическое двойникование вдоль направления  $[\bar{1}\bar{1}0]$ , являющегося следом от пересечения плоскостей (111) и (110), будет невозможно. Образуется заторможенный двойник (111)  $[\bar{1}\bar{1}0]$  (рис. 3а), который эквивалентен по своему полю дальнедействующих напряжений частичной дисклинации мощностью  $\omega = 70^{\circ}32'$  [7].

При достижении, растущим кристаллом меди, толщины десятых долей мкм, упругая запасенная энергия, связанная с наличием в кристалле оборванной двойниковой ростовой границы, начинает релаксировать путем испускания от линии обрыва сначала в двух, а затем в четырех направлениях  $\langle 112 \rangle$ , двойнивающих дислокаций типа  $\frac{1}{6} \langle 112 \rangle$ . Двойникование происходит, когда касательные напряжения, созданные оборванной ростовой двойниковой границей  $\sigma_{xy}$  достигнут критической величины  $\tau_{дв}$ . Двойникование идет с соблюдением определенных кристаллографических соотношений и является эффективным способом релаксации запасенной в объеме кристалла упругой энергии. Направление двойникования, в отличие от скольжения, полярно, поэтому сдвиг при двойниковании происходит в одну сторону (рис. 3б). Образуются двойниковые границы деформационного типа  $\{111\} \langle 112 \rangle$  перпендикулярные подложке, которые разделяют кристалл на фрагменты (сектора) (рис. 3б, в). Так происходит формирование плоского кристалла с

пентагональной симметрией вдоль направления  $\langle 110 \rangle$  (рис. 3в). Одна из этих границ имеет ростовое происхождение и наклонена к плоскости подложки, а остальные четыре двойниковые границы перпендикулярны подложке. Двойниковая граница ростового типа на микрофотографиях (рис. 3в), отличается по контрасту от других двойниковых границ деформационного типа, образовавшихся, как результат релаксации внутренних напряжений.

Исходя из дисклинационных представлений [1,3,6], дано объяснение таких экспериментальных фактов как: расщепление в процессе роста вершины пирамиды на две, формирование в процессе электрокристаллизации многоатомных ступеней роста и т.п. Показано, что через технологию можно управлять структурой и морфологией растущих кристаллов и создавать из них слои и покрытия с заданными свойствами. В работе также рассмотрены перспективы и возможные области применения металлических пентагональных частиц и кристаллов. Показано, что наиболее целесообразно использовать пентагональные объекты с развитой поверхностью в качестве катализаторов, в частности катализаторов для очистки воды и воздуха от токсических загрязнений.

*Работа выполнена при поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации, г/з №16.2314.2017/ПЧ.*

### Список литературы:

1. L.D. Marks, L. Peng Nanoparticle shape, thermodynamics and kinetics Journal of Physics.: Condensed Matter 28 (2016) 052001 (48p).
2. Vikarchuk A.A., Volenko A.P. Pentagonal copper crystals: Various growth shapes and specific features of their internal structure // Physics of the Solid State. -2005. -Т. 47, № 2. -С. 352-356.
3. Gryzunova, N.N., Vikarchuk, A.A., Tyur'kov, M.N. Synthesis and study of electrolytic materials with a high-energy defect structure and a developed surface // Russian Metallurgy (Metally). - 2016 (10). - pp. 924-929.
4. Gryzunova N.N., Vikarchuk A.A., Bekin V.V., Romanov A.E. Creating a developed surface of copper electrolytic coatings via mechanical activation of the cathode with subsequent thermal treatment // Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics. -Т. 79, № 9. –С. 1093-1097 (2015).
5. Грызунов А.М. Влияние активации катода на эволюцию морфологии поверхности кристаллов, формирующихся в процессе электрокристаллизации меди // ВекторнаукиТольяттинского государственногоуниверситета.-2016. -№ 2 (36).-С. 22-28.
6. Gryaznov V. G., Heidenreich J., Kaprelov A. M., Nepijko S. A., Romanov A. E., Urban J. Pentagonal symmetry and disclinations in small particles // Crystal Research and Technology. – 1999. – Vol. 34, № 9. – P. 1091 – 1119.
7. Milchev A., Stoyanov S. Classical and atomistic models of electrolytic nucleation in comparison with experimental data. J. Electroanal. Chem. - 1976. -V.72. -P.33-34.



## ИССЛЕДОВАНИЕ ПОВЕДЕНИЯ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ФРАГМЕНТИРОВАННЫХ СТРУКТУР В ТЕМПЕРАТУРНЫХ ПОЛЯХ

Грызунова Н.Н., Викарчук А.А., Грызунов А.М., Мальцев А.В.

Тольяттинский государственный университет,  
г. Тольятти, Россия, E-mail: gryzunova-natalja@yandex.ru

В настоящее время значительное внимание уделяется получению металлических материалов с развитой поверхностью, которые могут применяться для увеличения емкости планарных конденсаторов, изготовления электродов химических источников тока и создания катализаторов. Анализ научной литературы показал, что для увеличения площади поверхности материалов используются разнообразные методы: бомбардировка тонких пленок газовыми ионами [1], химическое травление [2], нанесение барьерного покрытия с последующей термической обработкой [3], термическая обработка с последующим химическим травлением, введением в электролит модификаторов и др. [4,5]. Если говорить о каталитических процессах, кроме развитой поверхности важную роль играет число активных центров катализа образующихся на ней. С активными центрами связана и реакционная способность этих материалов. Эксперименты и теория показали, что к активным центрам катализа можно отнести структурные особенности в металлических материалах, такие как ребра, грани, определенные кристаллографические плоскости, ступени роста и др. Однако, во многих реакциях протекающих при высоких температурах, такие особенности структуры металлов являются не стабильными. В связи с этим существует необходимость определять температурные интервалы, в пределах которых реконструкция каталитически активных мест данного металла будет протекать наиболее медленно.

В данной работе материалы, имеющие развитую поверхность и обладающие повышенной реакционной способностью, создавались методом электроосаждения с механической активацией растущих на катоде металлических кристаллов [6,7]. Механическая активация осуществлялась абразивными частицами, движущимися за счет перемешивания электролита [8].

Морфологические исследования поверхности таких медных покрытий, проведенные при помощи сканирующей электронной микроскопии (CarlZeissSigma) выявили три основных типа кристаллов образующихся в покрытии при электрокристаллизации с механической активацией растущих кристаллов. Это пентагональные пирамиды с высокими ступенями роста (рис. 1а), конусообразные кристаллы с гладкими боковыми гранями (рис. 1б) и конусообразные кристаллы, имеющие ступенчатое строение (рис. 1в).

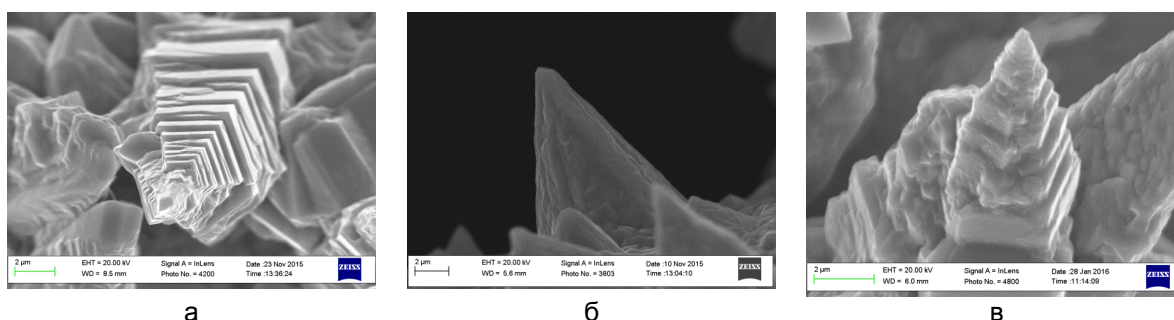


Рисунок 1 – Морфология поверхности микрокристаллов меди, полученных электроосаждением с механической активацией: а) пентагональные пирамиды, б) конусообразные кристаллы; в) конусообразные кристаллы, имеющие ступенчатое строение

Исследования микроструктуры поперечного сечения пирамид и конусообразных кристаллов с высокими ростовыми ступенями (рис. 1а, в), проводимые методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и просвечивающей растровой электронной микроскопии (ПРЭМ) с помощью микроскопа Теснаи Osiris и Теснаи G2 F20 показали, что они имеют сложную фрагментированную структуру, состоящую из пяти

секторов разделенных двойниковыми границами. Медные пентагональные пирамиды и конусы вырастают вдоль направлений  $\langle 110 \rangle$ , а бразовавшиеся в процессе роста ступени состоят из кристаллографических граней типа  $\{110\}$  и  $\{111\}$ , перпендикулярных и наклоненных к направлению роста  $\langle 110 \rangle$ .

Наличие пентагональной симметрии, высоких ступеней роста и слоистой структуры кристаллов, позволяет предположить, что такие микрообъекты (рис. 1а, б) содержат дефекты дисклинационного типа, и как следствие, обладают высокой запасенной в объеме упругой энергией, которая в температурных полях повышает реакционную способность материалов.

Для того, чтобы выявить влияние особенностей внутренней структуры и морфологии поверхности медных покрытий, на релаксационные процессы, протекающие в процессе отжига в них, было проведено электроосаждение меди на микросетки из нержавеющей стали при одинаковых режимах но в одном случае без активации катода (рис. 2 а), а в другом с активацией катода (рис. 2 б).

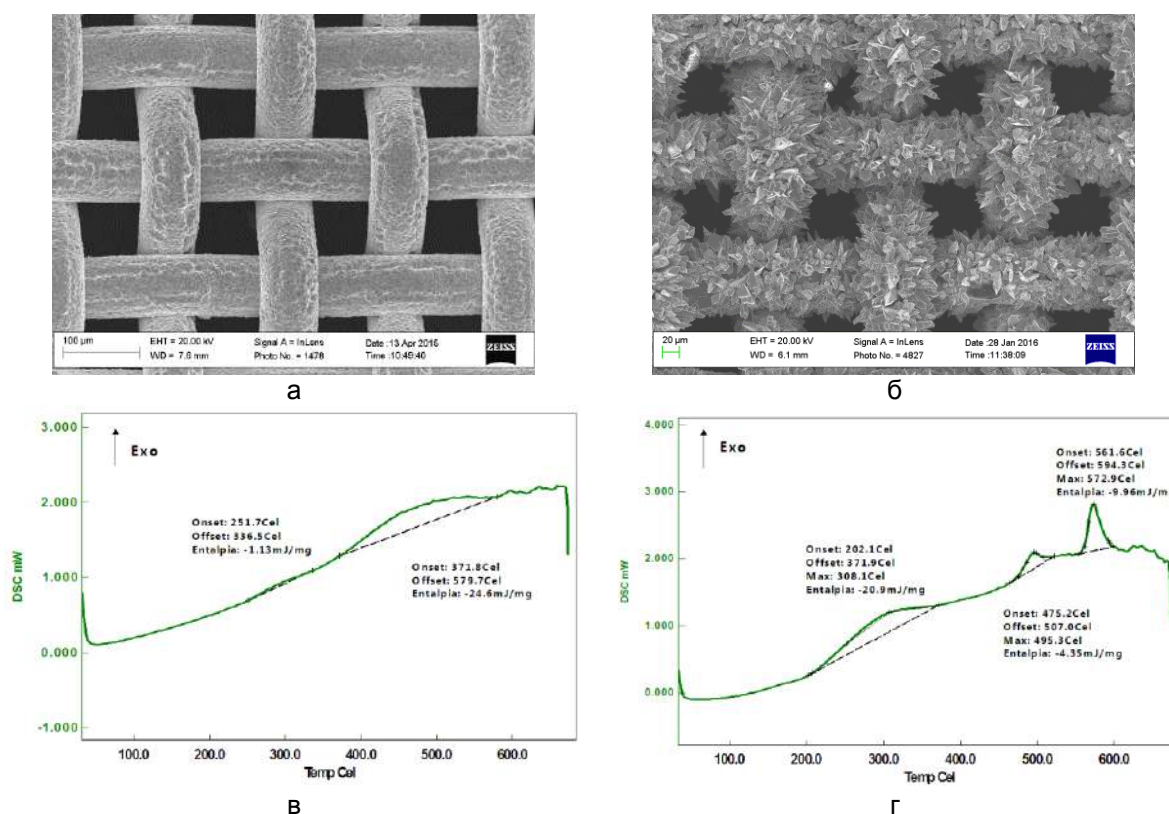


Рисунок 2 – Медные покрытия и их термограммы: а, в) без механической активации катода; б, г) с механической активацией катода

Температурные исследования проводились в дифференциальном сканирующем калориметре (ДСК) HITACHIEXTARX-DSC 7000. Нагрев образцов одинаковой массы (без механической активации катода и с ней) осуществлялся в кислороде со скоростью нагрева  $10^\circ\text{C}/\text{мин}$ , при температурах от  $25$  до  $700^\circ\text{C}$ .

Результаты калориметрических исследований показали, что термограмма для медного покрытия, полученного без применения механической активации имеет один размытый экзотермический пик в районе  $500^\circ\text{C}$  (рис. 2 в). Рентгеноспектральный и рентгенофазовый анализы показали, что этот пик в основном обусловлен фазовыми превращениями, связанными с окислительными процессами в меди при данной температуре. Термограмма от образца с применением механической активации (рис. 2 г) показала наличие трех ярко выраженных экзотермических пиков, один при температуре примерно  $300^\circ\text{C}$ , другой при такой же температуре, что и для образца без механической активации ( $500^\circ\text{C}$ ), а третий в районе  $600^\circ\text{C}$ .

Проведенные рентгеноспектральные и рентгенофазовые исследования этого образца, состоящего из пентагональных и дефектных кристаллов показали, что при

температуре 300°C наблюдаются изменения в структурных особенностях поверхности кристаллов, в частности происходит частичное «оплывание» ступеней роста. А наличие пиков при температурах 500°C и 600°C свидетельствует о об интенсивных фазовых превращениях в меди и релаксации упругой энергии, связанной с дефектами дисклинационного типа в кристаллах в виде образования вискерсов и (или) пор на поверхности и внутренних полостей. Таким образом, наличие большой концентрации дефектных кристаллов в покрытии, позволяет интенсифицировать процессы окисления в химических реакциях, а наличие активных граней, ступеней, вершин, позволяет увеличивать каталитическую активность металла при низкотемпературном катализе (до 300°C)

*Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 16-02-00517 а.*

#### **Список литературы:**

1. Неклюдов И.М. и др. Создание и исследования платиновых наноструктурированных катализаторов для топливных элементов // Водородная экономика и водородная обработка материалов. Труды V Международной конференции «ВОМ-2007», Донецк, 21-25 мая 2007 г., т. 1 / Неклюдов И.М., Борц Б.В., Гугля А.Г., Василенко Р.Л. / 2007. - с. 398-402.
2. Gryzunova N.N., Denisova A.G., Yasnikov I.S. and A.A. Vikarchuk Preparation of Materials with a Developed Surface by Thermal Treatment and Chemical Etching of Electrodeposited Icosahedral Small Copper Particles // Russian Journal of Electrochemistry. -2015. - Vol. 51, No. -12, pp. 1176–1179.
3. Грызунова Н.Н., Викарчук А.А., Шафеев М.Р., Романов А.Е. Морфологические и фазовые превращения в никелевых покрытиях на нержавеющей стали в температурных полях // Materials Physics and Mechanics 21 (2014) 119-125.
4. Yasnikov I.S., Vikarchuk A.A. Thermodynamics of cavity formation in pentagonal crystals during electrodeposition of copper // Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics. -2005. - Т. 69, № 9. -С. 1548-1553.
5. Денисова А.Г. Медь-цинковое покрытие с высокой удельной поверхностью, полученное методом электроосаждения металла // Вектор науки Тольяттинского государственного университета. -2016. -№ 2 (36). -С. 29-34.
6. Gryzunova N.N., Vikarchuk A.A., Bekin V.V., Romanov A.E. Creating a developed surface of copper electrolytic coatings via mechanical activation of the cathode with subsequent thermal treatment // Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics. - 2015. -Т. 79, № 9. -С. 1093-1097.
7. Грызунова Н.Н., Викарчук А.А., Тюрков М.Н. Получение и исследование электролитических материалов с энергоемкой дефектной структурой и развитой поверхностью // Деформация и разрушение материалов. -2016.- № 2. -С. 13–19.
8. Грызунов А.М. Влияние активации катода на эволюцию морфологии поверхности кристаллов, формирующихся в процессе электрокристаллизации меди // Вектор науки Тольяттинского государственного университета.-2016.-№ 2 (36).-С.22-28.

**ОСОБЕННОСТИ ПОЛУЧЕНИЯ МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ ПОКРЫТИЙ С РАЗВИТОЙ ПОВЕРХНОСТЬЮ, СОСТОЯЩИХ ИЗ НАНОРАЗМЕРНЫХ СТРУКТУР**

Грызунова Н.Н., Денисова А.Г., Шафеев М.Р., Овечкина Т.А.

Тольяттинский государственный университет,  
г. Тольятти, Россия, E-mail: shafeevmr@yandex.ru

В настоящее время в мире большой научный и практический интерес представляют различные функциональные покрытия на основе неблагородных металлов, состоящие из нескольких компонентов. Такие покрытия, обладают развитой поверхностью, которая может быть обусловлена наличием наноразмерных структур в нем и могут быть использованы в качестве многоцелевых сенсоров [1], специальных гидрофильных и гидрофобных материалов [2], а также как фотокатализаторы [3] и катализаторы в газофазных и жидкофазных реакторах [4].

В данной работе описываются некоторые подходы к получению цельнометаллических многокомпонентных покрытий с помощью методов электроосаждения и термической обработки (ТО). Эти методы достаточно просты и малозатратны в использовании, они позволяют изменять морфологию и фазовый состав покрытий.

Для получения многокомпонентных покрытий в данной работе использовалось два подхода. Первый подход заключался в изменения морфологии и фазового состава поверхности металлического носителя (катода-подложки) путем термообработки и последующего нанесения методом электроосаждения отдельных частиц с наноразмерными структурами. При втором подходе компоненты покрытия наносились одновременно в процессе электроосаждения из комплексного электролита на носитель. В отличие от первого, этот подход не подразумевает модификации носителя перед нанесением покрытия.

Электроосаждение проводилось на потенциостате-гальваностате ElinsP150J (Россия). Электронно-микроскопические фотографии были получены на сканирующем электронном микроскопе CarlZeissSigma (Германия). Рентгеноспектральный анализ осуществлялся на приставке для СЭМ TEAMEDX фирмы EDAX (США). Рентгенофазный анализ проводился на рентгеновском дифрактометре ShimadzuXRD-7000 (Япония). В качестве исходного металлического носителя (катода-подложки) использовалась микросетка из нержавеющей стали 12X18H10. Его термическая обработка проводилась в муфельной печи SNOL-8.2/1100L (Литва) с возможностью нагрева до 1100°C.

Для изменения морфологии и фазового состава поверхности металлического носителя (катода-подложки), а также для создания развитой поверхности при первом подходе проводился отжиг исходной микросетки из нержавеющей стали в печи в кислородосодержащей атмосфере при разных температурах отжига с последующим охлаждением до комнатной температуры (табл. 1).

Таблица 1 – Режимы термической обработки металлического носителя

№	Способ изменения	Конечный фазовый состав нержавеющей сетки
1	Отжиг при $t=950^{\circ}\text{C}$ в течение 2 часов (скорость нагрева $40^{\circ}\text{C}/\text{мин}$ )	Оксиды железа
2	Отжиг при $t=850^{\circ}\text{C}$ в течение 2 часов (скорость нагрева $10^{\circ}\text{C}/\text{мин}$ )	Оксиды хрома, железа, марганца

После изменения фазового состава и морфологии носителя на него наносились частицы никеля, для чего применялся модифицированный электролит, предложенный HangT. и его коллегами [5]. Электроосаждение проводилось в гальваностатическом режиме по методике, описанной в работе [6]. При электроосаждении никеля на носитель из пористого оксида железа, полученного по указанному выше режиму ТО (табл. 1, №1), образуются отдельные конгломераты, состоящие из наноразмерных конусов (рис. 1а). При осаждении никеля на носитель, состоящий из смеси оксидов (табл. 1, №2), образуются отдельные частицы размерами 10-15 мкм, на поверхности

которых вырастают также наноразмерные конусы (рис. 1в). Точечный рентгеноспектральный анализ поверхности частиц в обоих случаях показал, что они состоят из никеля (рис. 1б, г).

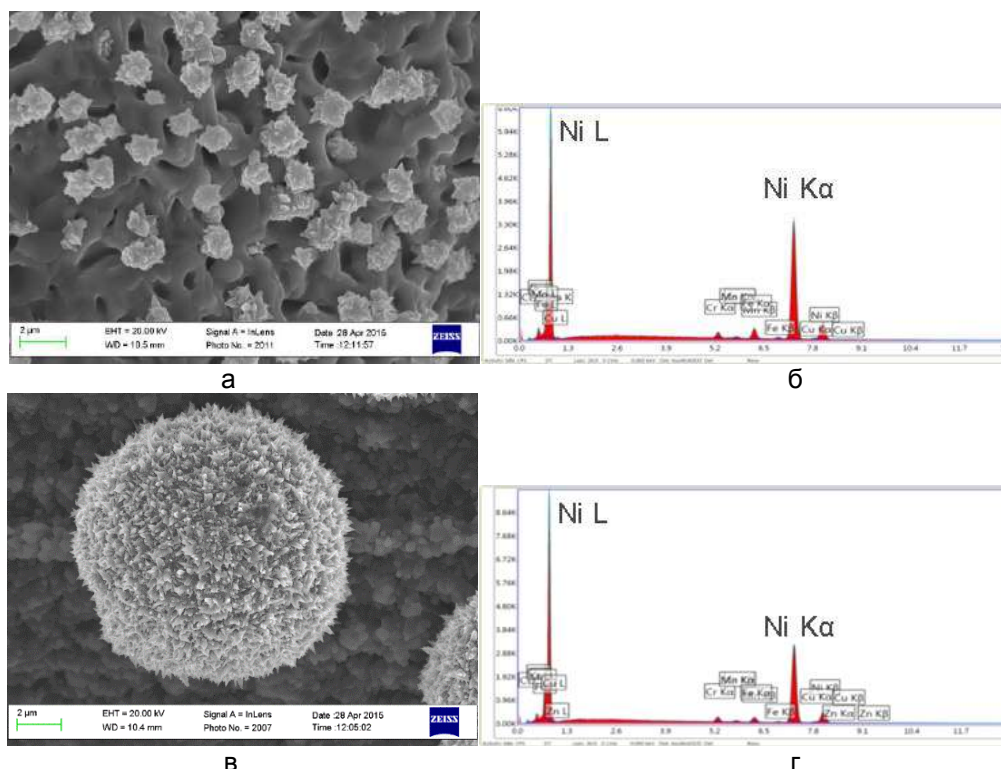


Рисунок 1 – СЭМ фотография электроосажденных частиц никеля на пористом оксиде железа (а) и его PCA анализ (б); СЭМ фотография электроосажденных частиц никеля на подложке из смеси оксидов (в) и его PCA анализ (г)

Электроосаждение при втором подходе осуществлялось по методике, описанной в работах [7-10] из многокомпонентного электролита, включающего азотнокислую медь и азотнокислый цинк. При электроосаждении на исходный металлический носитель одновременно меди и цинка из комплексного раствора электролита образовывалось медь-цинковое покрытие (рис. 2 а).

Такое покрытие состоит из кристаллов меди средним размером от 350 нм до 500 нм, которые объединены в более крупные образования микронных размеров, окруженные пластинчатыми структурами электроосажденного цинка наноразмерной толщины. Рентгеноспектральный анализ поверхности показал, что в покрытии присутствуют компоненты цинка – 22 масс.%, меди – 68 масс.%, остальное кислород (рис. 2 б).

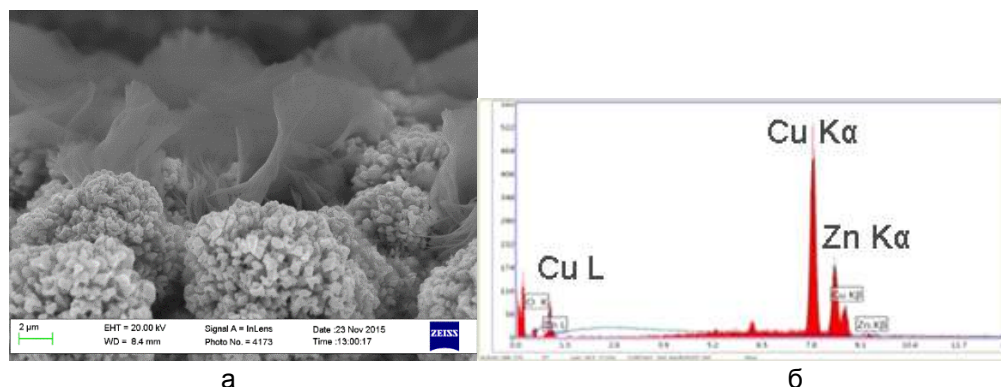


Рисунок 2 – СЭМ фотография медь-цинкового покрытия (а); PCA анализ покрытия (б)

Таким образом, в работе показано, что методы электроосаждения и термической обработки в отдельности и в совокупности позволяют получать многокомпонентные цельнометаллические покрытия, которые обладают развитой поверхностью. Благодаря этому такие покрытия могут быть использованы в качестве перспективного катализатора.

*Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 16-02-00517 а*

**Список литературы:**

1. Effects of a micro pattern on Cu alloy electrodeposition and its application as an oil detector Jae Min Lee, Jong Soo Ko Micro and Nano Syst Lett. 2016. 4:9.
2. Creation of microstructured surfaces using Cu–Ni composite electrodeposition and their application to superhydrophobic surfaces Jae Min Lee [et al.] Applied Surface Science. 2014. V. 289. P. 14-20.
3. Surface and Interface Engineering in Photocatalysis Song Bai [et al.] Chem Nano Mat. 2015. 1(4). P. 223-239.
4. Copper–nickel codeposition as a model for mass-transfer characterization in copper–indium–selenium thin-film production A. Ollivier, L. Muhr, S. Delbos, P.P. Grand, M. Matlosz, E. Chassaing J. Appl. Electrochem. 39 (2009) 2337–2344.
5. Characterization of nickel nanocones routed by electrodeposition without any template Tao Hang Nanotechnology. 2008. V.19. P. 1-5.
6. Создание развитой поверхности у сетчатого металлического носителя Грызунова Н.Н., Викарчук А.А., Шафеев М.Р. Письма о материалах. 2015. Т. 5. № 2 (18). С. 211-214.
7. Медь-цинковое покрытие с высокой удельной поверхностью, полученное методом электроосаждения металла Денисова А.Г. Вектор науки Тольяттинского государственного университета. 2016. № 2 (36). С. 29-34.
8. Особенности получения многокомпонентных покрытий с развитой поверхностью методами электроосаждения и термообработки Грызунова Н.Н., Викарчук А.А., Денисова А.Г., Шафеев М.Р. В книге: Эволюция дефектных структур в конденсированных средах сборник тезисов XIV Международной школы-семинара (ЭДС-2016). 2016. С. 109-110.
9. Особенности получения многокомпонентных покрытий с развитой поверхностью методами электроосаждения и термообработки Грызунова Н.Н., Викарчук А.А., Денисова А.Г., Шафеев М.Р. Фундаментальные проблемы современного материаловедения. 2017. Т. 14. № 1. С. 9-15.
10. Медь-цинковое покрытие с высокой удельной поверхностью, полученное из комплексного электролита Денисова А.Г., Викарчук А.А., Фирсов В.С., Грызунова Н.Н. В книге: XX Менделеевский съезд по общей и прикладной химии тезисы докладов в пяти томах. Уральское отделение Российской академии наук. 2016. С. 270.

## ВЛИЯНИЕ ВРЕМЕНИ ДЛИТЕЛЬНОГО ХРАНЕНИЯ НА ЭФФЕКТЫ ОДНОКРАТНОЙ И ОБРАТИМОЙ ПАМЯТИ ФОРМЫ В СПЛАВАХ TiNi

Остропико Е.С., Разов А.И.

Санкт-Петербургский государственный университет, г. Санкт-Петербург, Россия,  
E-mail: es-ostropiko@mail.ru

Устройства, механизмы, на основе материалов с эффектом памяти формы (ЭПФ), а также широкий потенциал возможных применений, требуют гарантии надежности и стабильности во времени. Однако, вопросу влияния времени на различные функционально-механические свойства материалов с ЭПФ внимания практически не уделяется, за исключением некоторых работ [1-3]. В первую очередь вопрос влияния времени имеет большое значение для рабочих элементов, задействованных в космической технике, так как многие устройства могут не использоваться годами, но при необходимости обязаны гарантированно срабатывать должным образом. Конечно, это касается не только космической техники: необходимо, чтобы любое устройство на основе материала с ЭПФ срабатывало спустя и год и десять лет. В представленной работе рассмотрено влияние времени хранения в мартенситном состоянии предварительно деформированных сплавов TiNi на эффекты однократной и обратимой памяти формы.

Влияние времени на эффект памяти формы исследовали на образцах-свидетелях проволочных ЭПФ-приводов диаметром 2мм из сплава TiNi эквиатомного состава с характеристической температурой  $M_n=66^\circ\text{C}$  изготовленных в 1992 году для трансформируемой фермы «Рапана». Процесс изготовления приводов заключался в термоциклировании через интервал мартенситных превращений под напряжениями 290 МПа при охлаждении и 25 МПа при нагреве. Седьмой цикл охлаждения являлся взведением привода, а седьмой цикл нагрева представлял собой рабочий ход, который должен был осуществиться уже после установки привода в конструкцию при ее развертывании. После изготовления из приводов вырезали части длиной порядка 20мм, которые служили образцами-свидетелями. Образцы-свидетели хранились при комнатной температуре (в мартенситном состоянии) почти 25 лет и были использованы для исследования. На рисунке 1 показаны зависимости эффектов пластичности превращения и памяти формы от номера цикла. Седьмой нагрев, реализующий эффект памяти формы, был проведен в 2016 году. Как видно, почти 25 лет спустя величина эффекта памяти формы никак не деградировала, из чего с достаточной степенью точности можно утверждать, что на величину эффекта памяти формы в сплаве TiNi эквиатомного состава время хранения не влияет.

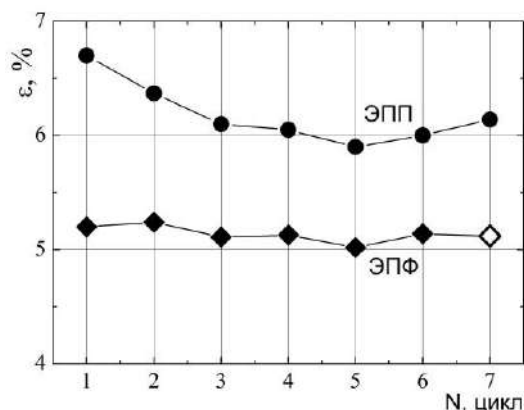


Рисунок 1 – Зависимость величины эффекта пластичности превращения и памяти формы от числа термоциклов. Последний нагрев, реализующий ЭПФ, проведен в 2016 году

В качестве одного из объектов исследования влияния времени на обратимую память формы (ОПФ) были выбраны кольцевые образцы из сплава TiNiCu ( $M_n=65^\circ\text{C}$ ,  $M_k=55^\circ\text{C}$ ,  $A_n=87^\circ\text{C}$ ,  $A_k=98^\circ\text{C}$ ). Деформирование образцов производили в 1999 году при комнатной температуре дорнованием бойком диаметром  $d=24,4$  мм.

Таблица 1 – Размеры кольцевых образцов до и после деформирования

№	Высота h до, мм	Ø внутр. до, мм	Ø внешн. до, мм	Высота h после, мм	Ø внутр. после, мм	Ø внешн. после, мм
1.	8,25	22,5	29,9	8,11	24,05	31,2
2.	8,05	22,45	29,9	7,8	24	31,35
3.	7,95	22,5	29,95	7,8	24,05	31,35

После деформирования было проведено шесть циклов нагрева и охлаждения через интервалы температур мартенситных превращений, в пяти из которых был реализован эффект обратимой памяти формы. В 2016 году было проведено аналогичное термоциклирование в том же самом интервале температур (рис.2).

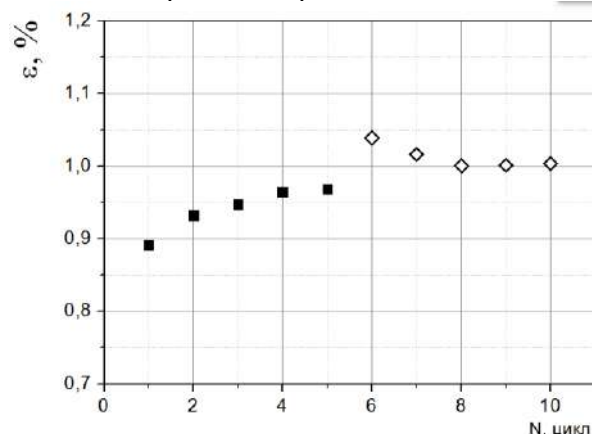


Рисунок 2 – Зависимость величины эффекта обратимой памяти формы от номера цикла  
 ■ – 1999 год, ◇ – 2016 год.

Как видно, после длительного вылеживания наблюдается особенность: эффект обратимой памяти формы увеличивается примерно на 10%. Однако последующее термоциклирование возвращает величину ОПФ на те значения, как если бы никакого длительного хранения образцов в мартенситном состоянии не было.

Кроме кольцевых образцов исследование влияния времени на ОПФ было проведено на цилиндрических образцах из эквиатомного сплава TiNi с температурой  $M_s=74^{\circ}\text{C}$ , высотой и диаметром 5мм. Цилиндры были отожжены при температуре  $500^{\circ}\text{C}$  в течение часа и продеформированы сжатием при комнатной температуре. В среднем остаточная деформация рассматриваемых образцов после деформирования составляла  $\epsilon_{res}=6,5\%$ . Сразу после деформирования в 1999 году образцы были дважды термоциклированы, таким образом, в образцах был реализован эффект памяти формы и один цикл обратимой памяти формы. Спустя 17 лет каждый образец был подвергнут серии термоциклов через интервал температур мартенситного превращения, но при этом у различных образцов был выбран различный верхний предел температуры цикла. На рисунке 3а приведены зависимости ОПФ от числа термоциклов с верхним пределом  $150^{\circ}\text{C}$ , а на рисунке 3б – с верхним пределом  $230^{\circ}\text{C}$ .

Видно, что в обоих случаях после длительного хранения образцов в мартенситном состоянии наблюдается увеличение эффекта обратимой памяти формы на 25%.



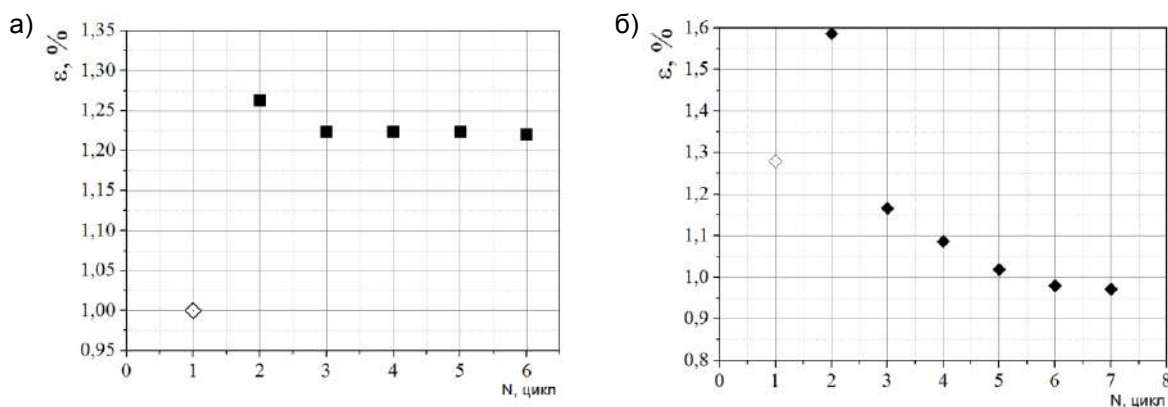


Рисунок 3 – Зависимости обратимой памяти формы от номера термоцикла с верхним пределом 150 (а) и 230°C (б).  $\diamond$  – 1999 год,  $\blacksquare$  – 2016 год

Последующее термоциклирование до 150°C приводит к небольшому снижению величины ОПФ, по всей видимости, за счет релаксации внутренних напряжений, но она все равно остается больше, чем до хранения и сохраняет свои значения с последующими термоциклами. При первом термоциклировании до 230°C после длительного хранения наблюдается аналогичная ситуация – увеличение эффекта обратимой памяти формы на 25%. Однако, последующее термоциклирование приводит к сильному падению величины ОПФ в результате существенной релаксации внутренних напряжений и возвращает величину ОПФ к предыдущему значению. Последующие термоциклы, так же в результате релаксации напряжений, приводят к снижению величины обратимой памяти формы, но уже менее интенсивно.

В качестве заключения можно констатировать тот факт, что в рассмотренных сплавах TiNi предварительно заданная остаточная деформация спустя много лет хранения в мартенситном состоянии возвращается также, как и до этого хранения. Обратимая память формы, сформированная много лет назад, после длительного хранения в мартенситном состоянии при первом нагреве всегда больше, чем та, которая наблюдалась сразу после деформирования, и при последующем термоциклировании уменьшается.

Работа выполнена при поддержке РФФИ, грант № 16-08-00135а.

#### Список литературы:

1. Хмелевская И.Ю., Лагунова М.И., Прокошкин С.Д., Капуткина Л.М. Исследование обратимого эффекта запоминания формы в термически и термомеханически обработанных сплавах на основе Ti-Ni // ФММ.–1994.–Т.78, Вып.1. – С.83-88.
2. Razov A.I. Stability of the shape memory characteristics of Ti-Ni-based and Cu-Zn-Al alloys // Proc. of The International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies SMST-2000, April 30-May 4, 2000, Asilomar Conference Center, Pacific Grove, California, USA / Ed. by S.M.Russel and A.R.Pelton.- 2001. -P.419-424.
3. Хусаинов М.А., Бондарев А.Б., Малухина О.А., Маркина Н.В. Работоспособность сферических сегментов после вылеживания в различных климатических условиях // Вестник Новгородского государственного университета. – 2013. – № 73, Т. 2. – С.120-126.

## О СОСТОЯНИИ ЗЕРНОГРАНИЧНЫХ СЕГРЕГАЦИЙ ВОЛЬФРАМА В ЖЕЛЕЗЕ

Бармин А.Е.

Национальный технический университет «Харьковский политехнический институт», г. Харьков, Украина, E-mail: axel.com.ua@gmail.com

В работе приведено обоснование и экспериментальное подтверждение возможности сегрегационных процессов в конденсатах Fe-W в отличие от сплавов Fe-W металлургического происхождения. Предложена модель расчета количества легирующего компонента для диспергирования зеренной структуры вакуумных конденсатов на основе железа. Проведено сопоставление результатов расчетов с экспериментом.

Материалом исследования служили конденсаты Fe-W [1, 2] толщиной 10-30 мкм, которые получали одновременным электронно-лучевым испарением компонентов в вакууме  $\sim 1,3 \cdot 10^{-3}$  Па и осаждением на неориентирующие ситалловые подложки в интервале температур 250–550°C. В качестве исходных материалов для испарения использовали Fe и W вакуумного переплава чистотой 99,99 вес. %. Количество легирующего элемента в конденсате изменялось от 0,15 до 0,8 ат. %, путем варьирования скорости осаждения компонентов.

Интересным фактом является необычный характер процесса электролитического утонения при пробоподготовке образцов для электронной микроскопии. Вопреки обычному явлению, когда преимущественное травление происходит по границам зерен, при утонении фольг Fe-W наблюдается обратная картина. Тело зерна утоняется с большей скоростью, чем приграничная область (рис. 1). Известно [3], что легирование железа вольфрамом резко снижает скорость растворения сплавов Fe-W в различных кислотах, по крайней мере, в исследованном нами интервале концентраций. Таким образом, можно утверждать, что границы и приграничные области зерен содержат более высокое количество вольфрама по сравнению с телом зерна.

Для подтверждения образования зернограничных сегрегаций W в конденсатах Fe-W был проведен точечный элементный анализ в характерных участках (рис. 2), а именно в теле зерна (спектр 1), тройном стыке (спектр 2) и на границе зерна (спектр 3, 4). Результаты элементного анализа приведены в таблице 1.

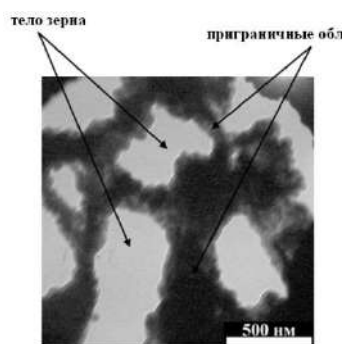


Рисунок 1 – Результат электро-литического утонения фольги Fe-W (W ~ 0,8 ат. %)

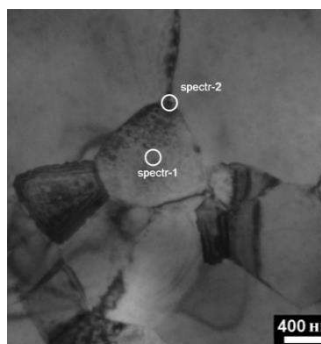
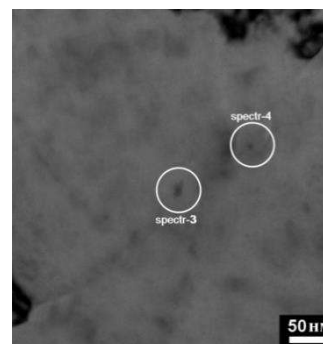


Рисунок 2 – Точечный элементный анализ, проведенный методом EDS в фольгах Fe-W (W ~ 0,15 ат. %)



Как видно, полученные данные убедительно свидетельствуют об образовании сегрегаций – содержание W на границах и приграничных областях от 5 до 20 раз превышает соответствующие значения в объеме зерна.

Таблица 1 – Элементный состав фольг Fe-W

Элемент	Суммарный спектр	Спектр 1	Спектр 2	Спектр 3	Спектр 4
Fe, ат.%	99,86	99,97	99,84	99,38	99,74
W, ат.%	0,14	0,03	0,16	0,62	0,26

О склонности вольфрама к зернограничной сегрегации в литературе приводятся противоречивые данные. В металлургических железных сплавах обычно не наблюдали повышения концентрации вольфрама в приграничных областях, однако в работах [4, 5] было обнаружено увеличение микротвердости в приграничных областях зерна ~ на 30 - 35% по сравнению с телом зерна и авторы связывали это именно с зернограничными сегрегациями вольфрама. Но надо отметить, что образцы сплава Fe-W в этих работах подготавливались специальным образом, с использованием вакуумного переплава, чтобы минимизировать остальные примеси.

В основе модели диспергирования зеренной структуры лежит предположение, что во время конденсации двухкомпонентной паровой смеси (железа и вольфрама), происходит оттеснение легирующего элемента фронтом кристаллизации растущего слоя, что приводит к образованию зернограничных сегрегаций легирующего компонента. При достижении концентрации порядка одного монослоя прекращается рост текущего слоя конденсата и начинается рост дальнейшего. Таким образом, предполагается, что для диспергирования и, соответственно, стабилизации зеренной структуры необходимо и достаточно концентрации легирующего компонента, которая соответствует одному монослою. Для расчета было принято, что зерно имеет сферическую форму размером  $D$  и покрыто одним монослоем атомов (толщиной  $d_b \ll D$ ) (рис. 3). Результаты сопоставления проведенного расчета и экспериментальных данных представлены на рисунке 4.

Заметно, что наиболее сильная зависимость наблюдается при концентрациях до 0,3 ат. %. При увеличении содержания легирующего компонента зависимости постепенно выходят на насыщение, при этом изменение характера зависимостей происходит при концентрациях легирующего компонента, который соотносится с расчетной концентрацией, необходимой для покрытия зерна одним монослоем. Также необходимо отметить, что чем выше температура подложки (температура кристаллизации), тем при меньших концентрациях легирующего компонента это наблюдается, что не противоречит адсорбционной модели Ленгмюра и, по-видимому, связано с исчерпанием сорбционной емкости границ зерен при соответствующих температурах.

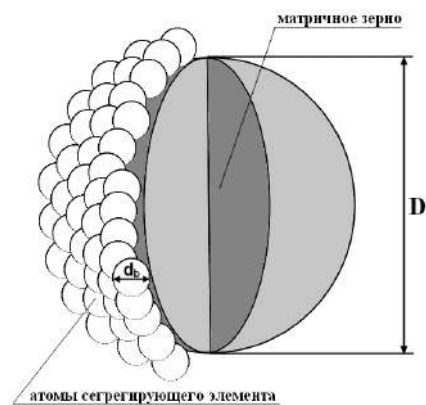


Рисунок 3 – Оболочковая модель

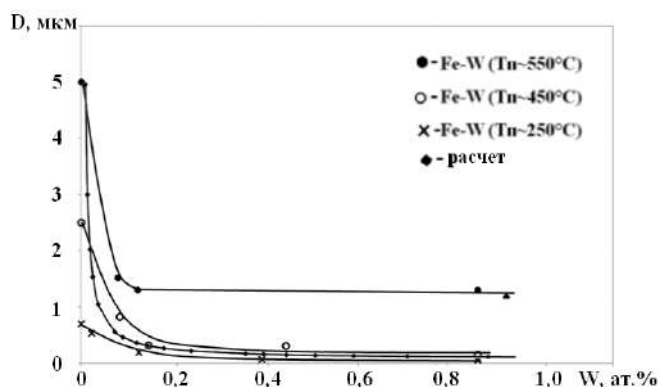


Рисунок 4 – Зависимость среднего размера зерна от концентрации вольфрама

Одной из возможных причин высокой термической стабильности структуры конденсатов Fe-W является снижение энергии границ зерен железа при формировании на них сегрегаций вольфрама. Оценка зернограничной энергии исследуемых материалов была проведена в рамках теории Wuyblatt и Ku [6, 7].

Основные термодинамические параметры были взяты из литературных источников [8, 9]. Результаты расчетов зернограничной энергии сплавов на основе железа (рис. 5) свидетельствуют о том, что вольфрам должен приводить к снижению зернограничной энергии железа и тем самым повышать термическую стабильность, что подтверждается полученными экспериментальными данными.

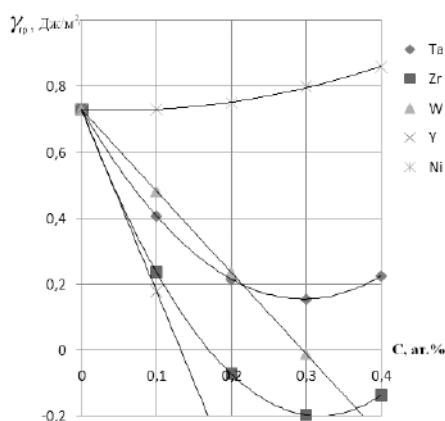


Рисунок 5 – Зависимость зернограничной энергии сплавов на основе железа от концентрации растворенного вещества на границе зерна

Согласно данной модели, наиболее эффективным металлом среди рассмотренных, понижающим зернограничную энергию железа, и соответственно, повышающим термическую стабильность является иттрий, в то время как никель будет давать обратный эффект при условии, что данные металлы будут сегрегировать в приграничные области железной матрицы.

#### Список литературы:

1. Barmin A.E., Zubkov A.I., Il'inskii A.I. Structural features of the vacuum condensates of iron alloyed with tungsten // *Functional Materials*. -2012. -V. 19, № 2. -P. 256-259.
2. Il'insky A.I, Barmin A.E., Lyabuk S.I. Structure and strength characteristics of dispersion-hardened composite foils (films) based on iron and nickel // *Functional materials*. 2013. V. 20, №4. P. 477-484.
3. Вол А.Е. Структура и свойства двойных металлических систем. Т.ИИ. – М.: Физматлит, 1962. – 982 с
4. Braunovic M., Haworth, C.W. Further studies of grain-boundary hardening in iron and iron alloys // *Journal of Metal Science*. – 1970. – No. 4. – P. 85-89.
5. Braunovic M., Haworth, C.W. On the Phenomenon of Grain-boundary Hardening in Iron // *Journal of Metal Science*. – 1974. – No. 9. – P. 809-820.
6. Darling K.A., VanLeeuwen B.K., Semones J.E. Stabilized nanocrystalline iron-based alloys: Guiding efforts in alloy selection // *Materials Science and Engineering: A*. – 2011. – Vol. 528, No. 13. –P. 4365-4371.
7. Wynblatt P., Chatain D. Anisotropy of segregation at grain boundaries and surfaces // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2006. – Vol. 37, No. 9. – P. 2595-2620.
8. Boer F.R., Boom R., Mattens W.C.M. Cohesion in Metals: Transition Metal Alloys. – ed. Niessen A.K. North-Holland, 1988. – 758 p.
9. Vitos L., Ruban A.V., Skriver H.L., Kollar J. The Surface Energy of Metals // *Surface Science*. – 1998. – Vol. 411, No. 1-2. – P. 186-202.

**ВЛИЯНИЕ КОМБИНИРОВАННОЙ УЛЬТРАЗВУКОВОЙ МЕХАНИЧЕСКОЙ КОВКИ НА СТРУКТУРУ И УСТАЛОСТНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ СВАРНЫХ СОЕДИНЕНИЙ ТИТАНОВОГО СПЛАВА ВТ23**

<sup>1,2</sup>Смирнова А.С., <sup>1</sup>Почивалов Ю.И., <sup>1,2</sup>Панин В.Е., <sup>3</sup>Оришич А.М., <sup>3</sup>Маликов А.Г.,  
<sup>2</sup>Горбунов А.В.

<sup>1</sup>ИФПМ СО РАН, г. Томск, Россия

<sup>2</sup>НИТПУ, г. Томск, Россия

<sup>3</sup>ИТПМ им. С.А. Христиановича СО РАН,  
г. Новосибирск, Россия, E-mail: nasO@mail2000.ru

В настоящее время убедительно показано, что структурное состояние поверхностного слоя оказывает существенное влияние на служебные характеристики конструкционных и функциональных материалов. Поэтому разработка новых методов обработки поверхности и исследование их влияния на структуру и свойства конструкционных материалов является одной из приоритетных задач современного материаловедения. Особенно эффективными эти методы оказываются применительно к сварным соединениям. Использование высокоэнергетических способов обработки поверхности с помощью ультразвуковой механическойковки позволило получить в поверхностных слоях высоконеравновесные структуры с нанокристаллическим размером зерна и увеличить усталостную долговечность сварных соединений конструкционных материалов [1-4].

В настоящем исследовании новые способы обработки поверхностных слоев были применены к сварным соединениям высокопрочного титанового сплава ВТ23, полученных методом электронно-лучевой и лазерной сварки. После сварки сварные соединения подвергали комбинированной ультразвуковой механическойковки в двух режимах (Обработка 1 и Обработка 2).

Структура сварных соединений сплава ВТ23 после электронно-лучевой и лазерной сварки существенно отличается от  $\alpha+\beta$  структуры основного материала. Ширина сварного шва при электронно-лучевой сварке достигает ~ 10мм, в околошовной зоне и в зоне термического влияния происходит интенсивный рост зерна вследствие рекристаллизации, формируется неравновесная структура, зерна в сварном шве очень крупные, размером более 500 мкм. После лазерной сварки ширина шва составляет лишь 2 мм. Сварной шов плохо поддается травлению, наблюдается большое количество крупных пор, а зерна достигают ~ 280÷600 мкм с микротвердостью ~3500МПа. После ультразвуковойковки микротвердость в зоне сварного шва увеличиваться до 3800МПа, либо сохраняются на уровне сварного шва без обработки в зависимости от режимов обработки.

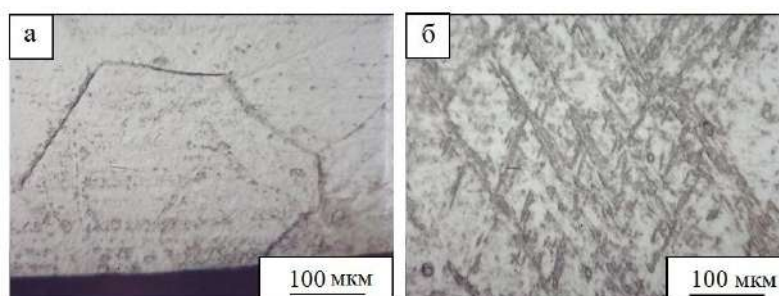


Рисунок 1 – Структура сварных соединений титанового сплава ВТ23 при лазерной сварке:  
а) – исходное состояние; б) – после Обработки 2

Для исследования механических характеристик сварных соединений сплава ВТ23 были проведены испытания на растяжение. Механические испытания на растяжение показали, что разрушение сварных соединений после электронно-лучевой сварки проходит по зоне термического влияния. Предел прочности образцов после ультразвуковойковки остается на уровне прочности исходного сварного соединения, а пластичность возрастает в два раза по сравнению с необработанными образцами, таблица 1. После лазерной сварки прочность сварных соединений выше прочности

основного металла и разрушение всегда проходит по основному металлу, независимо от режима обработки.

Таблица 1 – Механические свойства сварных соединений сплава ВТ23 после обработки

	Режим обработки	Предел упругости $\sigma_0$ , МПа	Предел текучести $\sigma_{0,2}$ , МПа	Предел прочности $\sigma_B$ , МПа	Относительное удлинение, %
Лазерная сварка ВТ23	Состояние поставки	250	470	1119	9,97
	Обработка 1	241	583	1149	11,21
	Обработка 2	197	422	1100	13,01
Электронно-лучевая сварка ВТ23	Состояние поставки	238	293	1046	3,72
	Обработка 1	284	345	1014	1,22
	Обработка 2	246	302	1105	7,13

С применением методов рентгеноструктурного анализа, растровой и просвечивающей микроскопии выявлены особенности фазового состава, микроструктуры и разрушения сварных соединений после лазерной и электронно-лучевой сварки и последующей ультразвуковойковки. После применения комбинированной УЗМК наблюдается изменение интенсивности и сдвиг пиков, что говорит об изменении текстуры и размера элементарной ячейки. В нашем случае увеличивается размер элементарной ячейки, что свидетельствует об образовании дефектных структур. Уширение пиков говорит об уменьшении размеров кристаллов, размер зеренной структуры в процессе УЗМК уменьшился.

В исходном состоянии излом сварного соединения после малоцикловых усталостных испытаний представляет собой квазискол с тремя характерными зонами разрушения. Первая зона - четко различимый фокус излома, с рубцами, веерообразно расходящимися в направлении развития разрушения (фронт зарождения и распространения трещины). В этой зоне наблюдаются межзеренные фасетки в виде многоугольников, образовавшиеся при разрушении по границам зерен, рисунок 2а. Вторая зона – зона относительно медленного распространения разрушения. В результате разрушения сформировалась небольшая зона волокнисто-полосчатого рельефа излома с желобками, образованными путем слияния и роста микропустот около вытянутых структурных неоднородностей сварного шва в процессе пластического течения металла. Третья зона – зона лавинного разрушения. На поверхности разрушения образцов наблюдаются усталостные бороздки с террасами и ступеньками сдвига, храповый узор, вторичные трещины на фоне усталостных бороздок, желобки образованные путем зарождения, роста и слияния продольных микропор в процессе быстрого разрушения. После комбинированной УЗМК увеличивается доля вязкого чашечного излома (рис. 2б) и становится более протяженной зона волокнисто-полосчатого рельефа (рис. 2в), что свидетельствует о большей релаксационной способности обработанного материала.

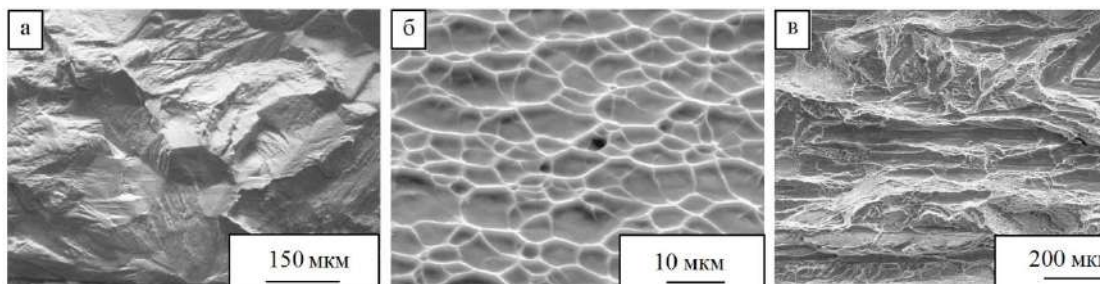


Рисунок 2 – Излом сварного соединения титанового сплава ВТ23 после малоцикловых усталостных испытаний: а) – исходное состояние; б) в) – после Обработки 2

После УЗМК обработки формоизменение кристалла реализуется посредством деформационного двойникования, рисунок 3с. В центре сварного шва после обработки внутри крупных зерен идет измельчение структуры с формированием большого количества дислокаций и тонких  $\alpha+\beta$  пластин, рисунок 3с.

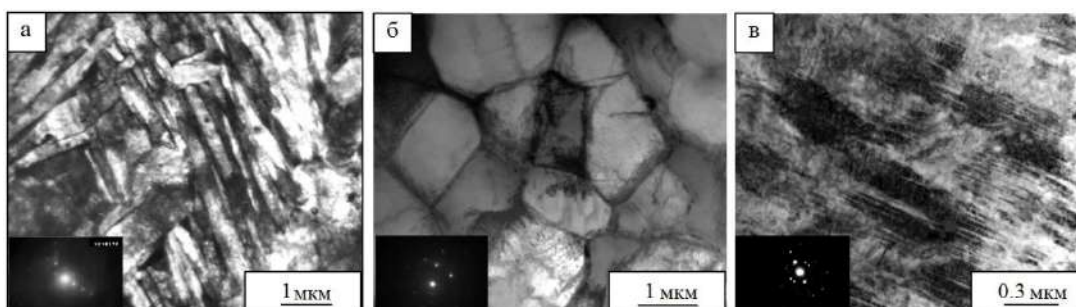


Рисунок 3 – Формирование дефектной структуры (б и в) в тонком поверхностном слое сварного соединения титанового сплава BT23, выполненного методом лазерной сварки: а) – исходный сплав BT23; б) – зона сплавления; в) – сварной шов с Обработкой 2

Применение ультразвуковой ковки сварных соединений, полученных электронно-лучевой и лазерной сваркой, позволило повысить усталостную долговечность образцов сварных соединений сплава BT23 после лазерной сварки с 6370 до 20900 циклов и с 54600 циклов до 77100 циклов для электронно-лучевой сварки. Таким образом, применение ультразвуковой ковки дает возможность существенно поднять усталостные и механические характеристики сварных соединений. На основании полученных данных обсуждаются механизмы повышения усталостных характеристик исследуемого сплава после применения комбинированной ультразвуковой обработки.

#### Список литературы:

1. Панин В.Е., Каблов Е.Н., Плешанов В.С., Клименов В.А., Иванов Ю.Ф., Почивалов Ю.И., Кибиткин В.В., Напряшкин А.А., Нехорошков О.Н., Лукин В.И., Сапожников С.В. // Влияние ультразвуковой ударной обработки на структуру и сопротивление усталости сварных соединений высокопрочной стали ВКС-12 / Физическая мезомеханика. – 2006. – Т. 9. – № 2. – С. 85–96.
2. Панин В.Е., Каблов Е.Н., Почивалов Ю.И., Колобнев В.В. // Влияние наноструктурирования поверхностного слоя алюминий – литиевого сплава 1424 на механизмы деформации, технологические характеристики и усталостную долговечность. Повышение пластичности и технологических характеристик / Физическая мезомеханика. – 2012. – Т. 15. – № 6. – С. 107– 111.
3. Пугачева Н. Б., Антенорова Н. П., Сенаева Е. И. // Исследование свойств и структур лазерных сварных соединений сплава Al–Mg–Li / Физика металлов и металловедение. – 2015. - Т. 116. – № 12. – С. 1319–1329.
4. Лясоцкая В.С. // Термическая обработка сварных соединений титановых сплавов / под ред. Б.А. Колачева – М.: Экомет, 2003. – 352 с.

**ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В ПЛЕНКЕ SiO<sub>x</sub>,  
ПОЛУЧЕННОЙ ИЗ МЕТАЛЛИЧЕСКОГО СТЕКЛА**

**Федоров В.А., Березнер А.Д., Бескровный А.И., Фурсова Т.Н.,  
Плужникова Т.Н., Яковлев А.В.**

*Тамбовский государственный университет им. Г.Р. Державина, г. Тамбов, Россия,  
E-mail: feodorov@tsu.tmb.ru*

Исследованию свойств пленок посвящено множество работ, относящихся к вопросам материаловедения, механики, квантовой оптики и электроники. Различные по химическому составу и геометрической конфигурации образцы используются для создания коррозионностойких и упрочняющих покрытий, размещаются в оптических преобразователях и фильтрах, а также применяются для создания полупроводниковых и диэлектрических элементов микросхем. Пленки состава SiO<sub>x</sub> находят широкое применение наряду с другими образцами и их свойства продолжают активно исследоваться. При этом образцы одинакового состава, изготовленные по различным методикам, могут существенно различаться по свойствам. Это в свою очередь приводит к поиску различных способов изготовления пленок. В связи с этим, целью работы является исследование структуры и свойств пленок SiO<sub>x</sub>, полученных методом химического травления аморфного ленточного сплава.

В качестве образцов использовали визуально прозрачные пленки размером 80×5×0,02 мм, с элементным составом (at.%) – Si (34.84%), O (60.31%), Nb (4.03%), Al (0.82%). Для оценки структурного состояния пленок проводили нейтронографические исследования на дифрактометре ДН-2 (ОИЯИ, Дубна). Фрактографические исследования поверхности образцов выполняли на сканирующем электронном микроскопе Merlin. Оптические свойства исследовали на ИК-спектрометре Vertex 80v а также на рамановском спектрометре Horiba HR-800 (He-Ne, λ=633 нм). Отжиг проводили в воздушной среде, при температуре 1273 К. Для калориметрической оценки использовали анализатор SDT-Q600.

Известно, что синтез кристаллической пленки на основе SiO<sub>2</sub> возможен при окислении чистого кремния кислородом. При этом также может быть образована пленка состава SiO<sub>x</sub>. Травление структуры аморфного металлического сплава до соединения SiO<sub>x</sub> может протекать по различным каналам промежуточных химических реакций. Однако образование соединения SiO<sub>x</sub> завершает цепочку реакций, что подтверждается появлением связанных атомов кислорода в конечном элементном составе образца.

Для определения структурного состояния пленки проводили нейтронографические исследования, результат которых представлен на рисунке 1.

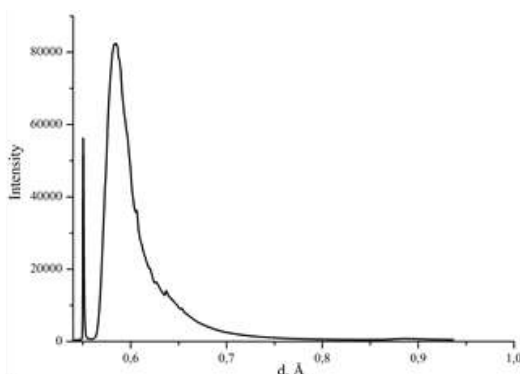
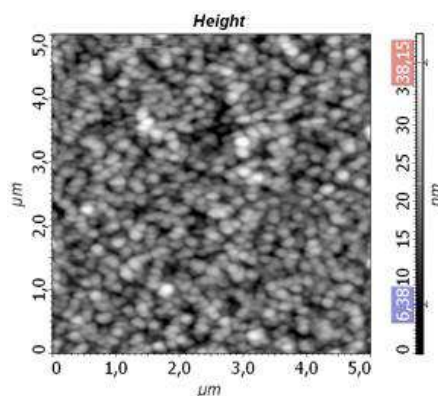


Рисунок 1 – Нейтронограмма пленки SiO<sub>x</sub>

Поскольку подобные картины рассеяния нейтронов наблюдаются в аморфных материалах, то можно сделать вывод о наличии ближнего межатомного порядка в структуре исследуемого образца. Для исследования поверхности пленки SiO<sub>x</sub> проводили съемку на атомно-силовом микроскопе (рис.2).



Рисунок 2 – Изображение поверхности пленки SiO<sub>x</sub>

Представленная иллюстрация демонстрирует наличие пор, а также глобулярной структуры с характерным размером зерна 200-300 нм. Аналогичную рисунке 2 картину наблюдали в работе [1], посвященной исследованию свойств покрытия TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>-SnO<sub>x</sub>. Внешнее сходство образцов и содержание в их структуре оксида кремния позволяют предположить наличие у пленки SiO<sub>x</sub> ряда электрических и оптических свойств, аналогичных свойствам тонких пленок и покрытий на основе кремния. Результаты сканирующей электронной микроскопии косвенно указывают на способность пленки к накоплению заряда при облучении ее поверхности электронами, что свидетельствует о наличии диэлектрических свойств у пленки. Исследование диэлектрических характеристик четырехточечным методом при постоянном и переменном токе также указывает на наличие у пленки высокого электрического сопротивления.

Оценка оптических свойств является классической методикой исследования пленок. Этот вид исследований позволяет провести анализ молекулярного отклика структуры образца на внешнее воздействие. На рисунке 3 представлен спектр отражения пленки, снятый в инфракрасном диапазоне для исходного и отожженного образца.

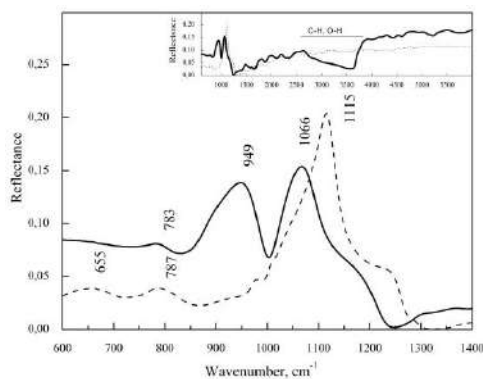


Рисунок 3 – ИК-спектрограммы исходной (сплошная кривая) и отожженной (пунктирная кривая) пленки. Температура отжига 1273 К. На вставке спектры показаны в широком спектральном диапазоне

В спектре исходной пленки присутствуют линии отражения 1066 и 783 см<sup>-1</sup>, наблюдаемые в аморфных пленках SiO<sub>x</sub>. Проявление указанных линий обусловлено валентными и деформационными колебаниями мостикового кислорода в связи Si-O-Si. Поскольку пленка SiO<sub>x</sub> получена методом химического травления с участием различных химических реакций в травителе, содержащем ионы OH<sup>-</sup>, то полоса отражения с максимумом 949 см<sup>-1</sup>, по-видимому, связана с колебаниями связи Si-(OH). В спектре отражения исходной пленки в области ее прозрачности ( $\nu > 1300$  см<sup>-1</sup>) наблюдается минимум в области 2800-3850 см<sup>-1</sup>, характерный для спектра пропускания (вставка на рисунке). Минимум возникает в результате прохождения света через пленку или отражения сигнала от обратной стороны пленки. Данный эффект может быть также обусловлен колебаниями связей C-H и O-H. Наиболее вероятной

причиной появления указанных соединений в спектре отражения является присутствие в образце физически адсорбированных воды и спирта, внесенных в структуру при изготовлении пленки.

В результате отжига полоса  $949\text{ см}^{-1}$  исчезает, что свидетельствует о дегидратации образца, результатом которой является удаление воды с образованием дополнительных мостиковых связей Si-O-Si, пространственно сшивающих цепочки -Si-O-Si-O в более жесткие объемные структуры. Результаты ДСК косвенно указывают на удаление воды из образца. Частота валентных колебаний мостикового кислорода  $1066\text{ см}^{-1}$  соответствует  $x \approx 1,9$  в исходной структуре  $\text{SiO}_x$  и смещается в область высоких энергий к частоте  $1115\text{ см}^{-1}$ , характерной для структуры  $\text{SiO}_2$ . Спектр отражения пленки после отжига становится подобным спектру плавленого кварца. При этом после отжига в спектре отражения появляется линия  $655\text{ см}^{-1}$ , которая может быть связана с появлением в пленке включений фазы кристобалита. Рамановские спектры исходной и отожженной пленок указывают на отсутствие кристаллизации чистой фазы Si в образце (рис.4).

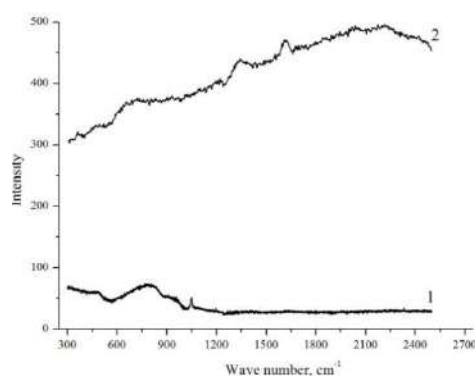


Рисунок 4 – Спектры исходной и отожженной пленок: 1) – не отожженная пленка  $\text{SiO}_x$ ; 2) – отожженная пленка  $\text{SiO}_2$

При кристаллизации фазы кремния на спектрах должен проявляться максимум, соответствующий значению волнового числа  $520\text{ см}^{-1}$ . Рентгенограммы выявляют наличие кристаллизации в матрице образца.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант № 15-01-04553-а) и гос. задания 3.8515.2017/БЧ.

### Список литературы:

1. Z. Zhang, X. Li, Effect of  $\text{TiO}_2$ - $\text{SiO}_2$ - $\text{SnO}_x$  sol-gel coating on the bonding strength of titanium-porcelain, Mater. Lett. 180 (2016) 288-290.

## ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ АГРЕССИВНЫХ И НАВОДОРОЖИВАЮЩИХ СРЕД НА ХОД ЗАВИСИМОСТИ $\sigma(\epsilon)$ В КОБАЛЬТОВЫХ АМОΡФНЫХ СПЛАВАХ ПРИ ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОМ ВОЗДЕЙСТВИИ

Федоров В.А., Плужникова Т.Н., Березнер А.Д., Яковлев А.В., Васильева С.В.

Тамбовский государственный университет имени Г.Р. Державина,  
г. Тамбов, Россия, E-mail: feodorov@tsu.tmb.ru

В качестве материалов для исследования воздействий импульсов электрического тока были выбраны ленточные аморфные металлические сплавы на основе кобальта с различным его содержанием и нанокристаллический сплав на основе железа. Содержание кобальта в аморфных металлических сплавах (АМАГ) менялось от 70 до 86%. Содержание железа в нанокристаллическом сплаве 83%. Размеры образцов 40x3,5x0,02 мм. Все исследуемые сплавы получены методом спиннингования.

В качестве агрессивных сред использовали растворы NACE + 100 мг/л H<sub>2</sub>S и NACE + 400 мг/л H<sub>2</sub>S, 20 %-ый раствор серной кислоты, 10 %-ый раствор соляной кислоты. Выдержка образцов в среде NACE составляла 24 ч, в растворах серной кислоты – 40 мин, в растворе соляной кислоты 10 минут. Одноосное растяжение образцов производили на электромеханической машине для статических испытаний Instron-5565 при одновременном воздействии импульсного электрического тока длительностью  $\tau = 5$  мс и плотностью тока  $j = 10^8 \div 10^9$  А/м<sup>2</sup>. Элементный состав и морфологию поверхности образцов исследовали на растровом электронном микроскопе Quanta 600 FEG и на атомно-силовом микроскопе Ntegra Aura. Фазовый состав определяли рентгенографическими методами с использованием рентгеновского дифрактометра ARL X'TRA.

Деформация аморфных и нанокристаллических сплавов с одновременным пропусканием импульсного электрического тока на диаграммах нагружения сопровождается явлением, подобным электропластическому эффекту (рис. 1). В момент прохождения импульса тока на диаграммах  $\sigma$ – $\epsilon$  наблюдается кратковременный (примерно 1,1 с) сброс механического напряжения  $\Delta\sigma$  с последующим полным восстановлением хода зависимости напряжение – деформация.

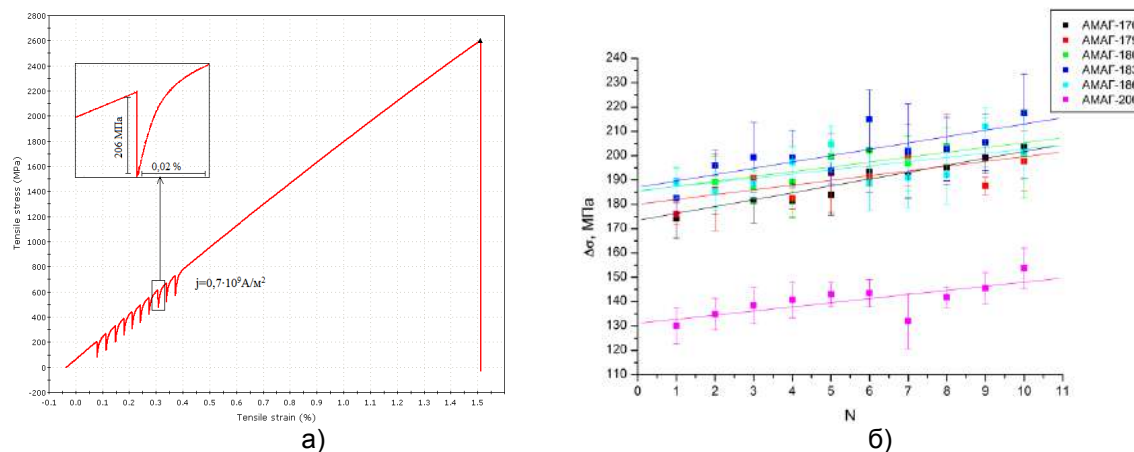


Рисунок 1 – а) Диаграмма нагружения сплава АМАГ – 180 при воздействии импульсным током; б) график зависимости величины сброса механического напряжения  $\Delta\sigma$  от числа импульсов N

В первой части работы исследовано влияние растворов NACE на деформацию аморфных и нанокристаллических сплавов при воздействии импульсного электрического тока. Установлено, что характер деформации образцов аморфных металлических сплавов, выдержанных в растворах NACE, не отличается от характера деформации образцов в исходном состоянии. В тоже время воздействие растворов NACE вызывает в нанокристаллическом сплаве на основе железа сброс механического напряжения, вызванный пропусканием импульсного тока плотностью  $j \geq 10^9$  А/м<sup>2</sup> примерно на 10 % больше у образцов этого же сплава, но без выдержки в растворах NACE. Величина сброса механического напряжения в нанокристаллических образцах

не зависит от концентрации растворов NACE, использованных в работе. При этом отмечено, что после комбинированного воздействия растворов NACE и импульсов электрического тока изменяется предел прочности материалов. Так, например, после воздействия растворов NACE и четырех импульсов электрического тока плотностью  $10^9 \text{ A/m}^2$  модуль Юнга всех исследуемых сплавов практически не изменяется, а предел прочности уменьшается примерно на 40 % [1,2].

Проведены рентгеноструктурные и электронно-микроскопические исследования поверхности образцов и их структурного состояния. На дифрактограммах не отмечено каких-либо изменений. Для аморфных сплавов сохраняется характерное гало, в нанокристаллическом сплаве наблюдается полное совпадение дифракционных максимумов (т.е. не происходит структурных изменений). Электронной микроскопией обнаружено, что на поверхности аморфных и нанокристаллических сплавов наблюдается рост как отдельных микрокристаллов соли NaCl, так и разветвленных дендритных солевых структур. Обнаружено, что среда NACE вызывает на поверхности нанокристаллического сплава окислительные реакции, в результате которых образуются оксиды железа в виде пленки толщиной порядка 1 мкм. Об образовании оксидов также свидетельствуют результаты исследования элементного состава образцов аморфных и нанокристаллических сплавов, которое показало, что выдержка в растворах приводит к появлению в составе атомов кислорода. В аморфных сплавах его концентрация около 1 %, а в нанокристаллическом – более 2,5 % [3].

Во второй части работы исследовано влияние импульсного тока на поведение материалов после выдержки в 20 %-ом растворе серной кислоты. Эксперименты показали, что в аморфных сплавах на основе кобальта значения сбросов механического напряжения, вызванные пропусканием импульсного тока, уменьшаются на  $\Delta\sigma \approx 20 \%$  в сравнении с величиной сбросов в образцах в исходном состоянии. Воздействие кислотной среды на нанокристаллический сплав на основе железа не влияет на величину сбросов механического напряжения.

Уменьшение величины сбросов механического напряжения может быть связано с происходящими поверхностными явлениями. Выявлено, что выдержка в кислотной среде аморфных материалов приводит к появлению на их поверхности сульфатных образований толщиной около 3 мкм, что подтверждается исследованием элементного состава. Образовавшаяся на поверхности сульфатная пленка уменьшает сечение образца, что приводит к росту сопротивления и уменьшению силы тока. Это вызывает меньший нагрев образца, вследствие чего уменьшается величина сброса механического напряжения, вызванного пропусканием импульсного тока. При этом важно отметить, что после выдержки в 20 %-ом растворе серной кислоты аморфные сплавы не теряют своих прочностных свойств.

Выдержка нанокристаллического сплава на основе железа в растворах серной кислоты приводит к образованию питтинговой коррозии. Характерный размер питтинговых ямок составляет 300 – 350 нм глубиной примерно 40 нм. При этом имеет место уменьшение значения предела прочности сплава. Так, например, после воздействия раствора серной кислоты и четырех импульсов тока плотностью  $2 \cdot 10^8 \div 2 \cdot 10^9 \text{ A/m}^2$  предел прочности уменьшается на 20 %.

Сравнение различных видов предварительных воздействий на величину сбросов механического напряжения при электроимпульсном воздействии и влияние количества импульсов показало, что наибольшее влияние оказывает кислотные среды (рис. 2). При воздействии раствора NACE на исследуемые аморфные образцы сброс механического напряжения, вызванный пропусканием импульсного тока, увеличивается на 3% по отношению к образцам, не подвергавшихся воздействию агрессивной среды. В нанокристаллическом сплаве увеличение составляет 4%. Выявлено, что в образцах, выдержанных в 10% растворе соляной кислоты наблюдается уменьшение сброса механического напряжения на 8% у аморфных сплавов и на 7% у нанокристаллического сплава, в сравнении с образцами не подверженными действию коррозионных сред.

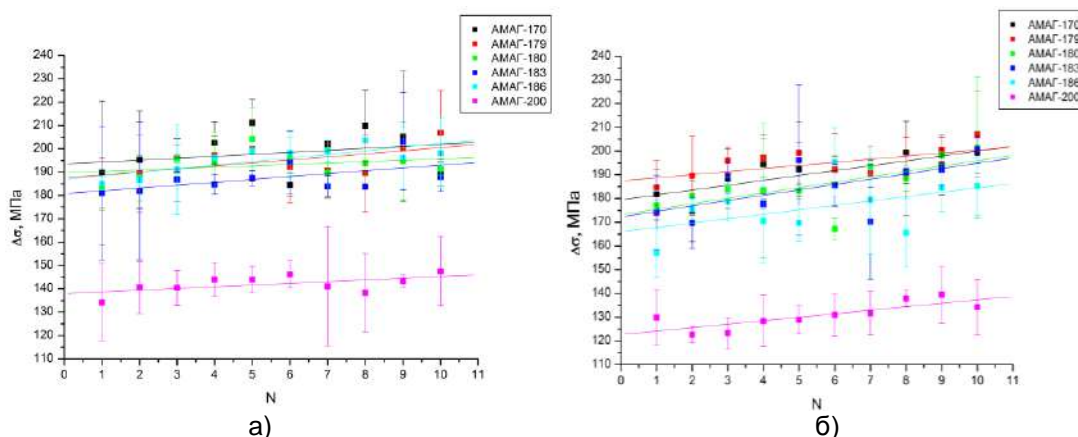


Рисунок 2 – График зависимости величины сброса механического напряжения  $\Delta\sigma$  от числа импульсов N: а) предварительно выдержанных в NACE; б) предварительно выдержанных в HCl (10% p-p)

Таким образом, коррозионные среды (NACE,  $H_2SO_4$ , HCl) изменяют механические свойства исследуемых образцов при электроимпульсном воздействии. Изменение свойств обусловлено изменением химического состава поверхностных слоев исследуемых сплавов.

#### Список литературы:

1. Федоров В.А., Плужникова Т.Н., Сидоров С.А. Влияние импульсного электрического тока на ход зависимостей механическое напряжение – деформация  $\square$  в аморфных и нанокристаллических металлических сплавах // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия, 2013. №12, С. 60-65.
2. Федоров В.А., Плужникова Т.Н., Сидоров С.А. Влияние агрессивных сред на деформацию аморфных и нанокристаллических сплавов, обусловленную воздействием импульсного электрического тока // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. 2013 г. №. 4, С. 59 – 62.
3. Pluzhnikova T., Fedorov V., Sidorov S., Gubanova V., Pluzhnikov S. Impact of Corrosive Mediums on Mechanical Properties of Amorphous Alloys under Influence of Impulse Current / American Institute of Physics «Conference Proceedings». AIP Publishing LLC, NY, USA, 2016. Vol. 1698. Pp. 020005-1 – 020005-6.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант №15-41-03166).

**ВЛИЯНИЕ АГРЕССИВНЫХ СРЕД И ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ НА УСТАЛОСТНЫЕ СВОЙСТВА АМОРФНЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ**

Федоров В.А., Федотов Д.Ю., Плужникова Т.Н., Березнер А.Д., Яковлев А.В.  
ТГУ им. Г.Р.Державина, г. Тамбов, Россия, E-mail: e-mail: feodorov@tsu.tmb.ru

Материалом для проведения исследования были выбраны ленты аморфных металлических сплавов АМАГ-186 ( $\text{Co}_{85,5}\text{Fe}_{2,27}\text{Si}_{5,15}\text{Mn}_{4,07}\text{B}_2\text{Cr}_1$ ) АМАГ-180 ( $\text{Co}_{78,5}\text{Ni}_{4,73}\text{Fe}_4\text{Si}_{7,25}\text{Mn}_{1,88}\text{B}_2\text{Cr}_{1,5}$ ) и нанокристаллического сплава АМАГ-200 ( $\text{Fe}_{80,22}\text{Si}_{8,25}\text{Cu}_{1,44}\text{Nb}_{10,09}$ ). Размер рабочей области образцов  $20 \times 3,5 \times 0,02$  мм. Усталостные испытания образцов проводили методом на растяжение.

Испытания проводили нагрузкой, изменяющейся от некоторого  $\sigma_{\text{min}}$  значения до  $\sigma_{\text{max}}$  во времени, в знакопостоянном цикле с частотой 2 Гц. В конструкции установки предусмотрено 5 комплектов упругих элементов с различными коэффициентами жесткости. Это обеспечивает создание переменных напряжений в интервалах: 1) (144–284) МПа; 2) (200–428) МПа; 3) (310–570) МПа; 4) (355–660) МПа; 5) (400–750) МПа. Для всех упругих элементов построены тарировочные графики, по которым через величину перемещения определяли напряжение в образце. Зависимость изменения напряжения в образце от времени имеет вид периодической функции.

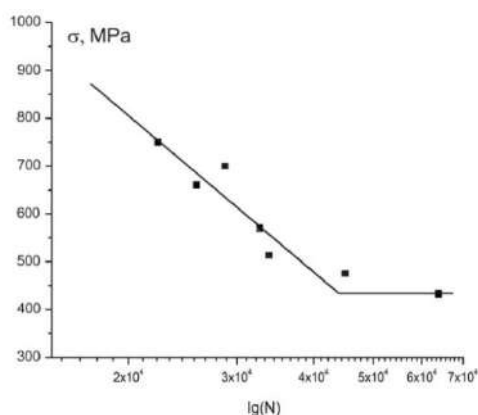


Рисунок 1 – Зависимость величины разрушающих напряжений от логарифма числа циклов при усталостных испытаниях на растяжение образцов сплав АМАГ-186

На рисунке 1 приведена зависимость величины разрушающих напряжений от логарифма числа циклов при усталостных испытаниях на растяжение. Максимальное напряжение при котором образцы не разрушаются при числе циклов  $\sim 6 \times 10^5$  составляет 428 МПа.

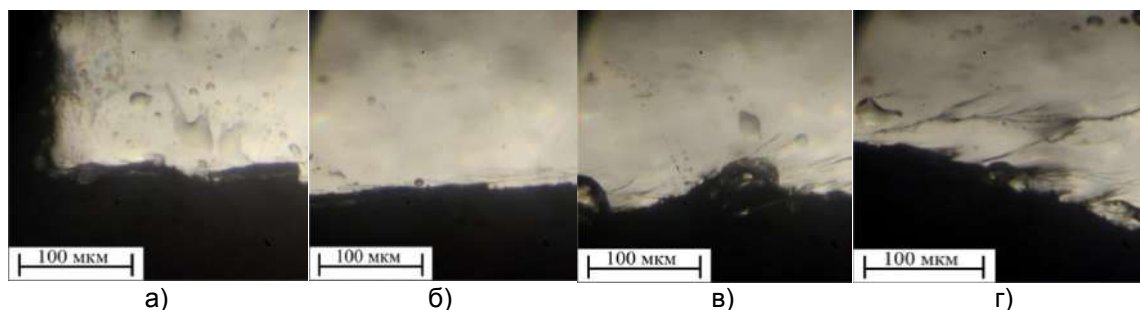


Рисунок 2 – Траектория роста усталостной трещины: а) зарождение усталостной трещины, б) рост усталостной трещины, в) переход в зону долома, г) зона долома

При росте усталостных трещин выявлены области зарождения трещины (рис. 2а), её роста (рис. 2б), переходная зона (рис. 2в) и зона долома (рис. 2г). Отмечено, в зоне долома рост трещины может развиваться в нескольких плоскостях (рис. 2г), количество ветвей возрастает по мере распространения трещины. В области роста усталостной трещины, по её берегам наблюдали ветвистые полосы сдвига. Отмечено, что при снижении величины нагрузки увеличивается зона роста усталостной трещины.

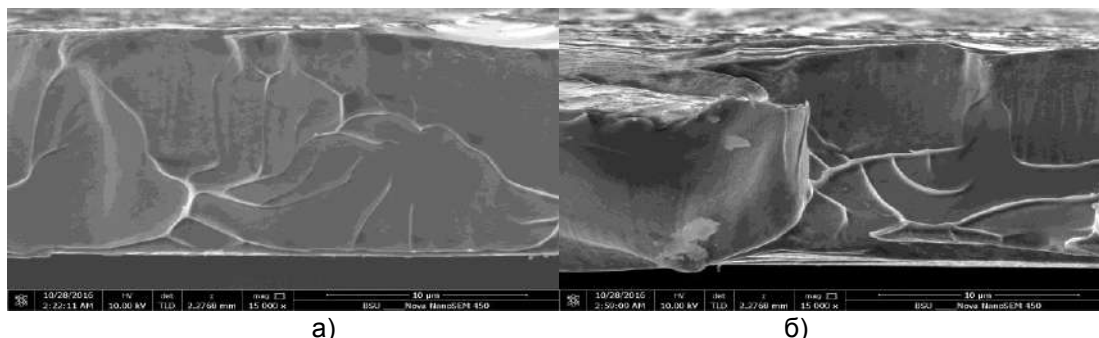


Рисунок 3 – Формирование «венного узора» на поверхности в зоне роста усталостной трещины

Проведены фрактографические исследования поверхности разрушения. В области зарождения трещины имеет место вязкое разрушение с образованием плотнорасположенных микроутяжек. Характерный размер таких утяжек  $\sim 0,5-1,5$  мкм. При переходе к зоне усталостного роста на фоне вязкого разрушения появляются участки роста трещин, похожие на скол. В переходной зоне наблюдаются также участки образования более крупных деформационных структур и ячеек. Основная зона роста усталостной трещины развивается подобно сколу с образованием «венного узора» (рис. 3). Образование «венного узора» наблюдали в работе [1] при разрушении объемного сплава на основе циркония. При этом трещина может переходить из одной плоскости роста в другую – параллельную (рис. 3б). На поверхностях роста усталостной трещины наблюдаются характерные для такого вида разрушения ступени, соответствующие одноразовому скачкообразному подрастанию трещины. Характерная величина такого «скачка»  $0,2-0,5$  мкм. Переход к зоне долома сопровождается переходом к вязкому разрушению с развитием трещин в параллельных плоскостях. В зоне долома трещина продвигается вязко, скачками, с образованием локализованных зон пластичности в местах остановки.

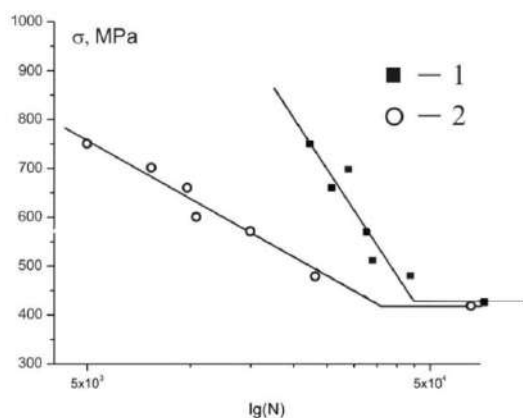


Рисунок 4 – Зависимость величины разрушающих напряжений от логарифма числа циклов при усталостных испытаниях на растяжение: 1) для образцов в исходном состоянии; 2) для образцов подвергнутых электроимпульсному воздействию

Проведены исследования влияния импульсного воздействия электрического тока на усталостные характеристики аморфного металлического сплава. На рисунке 4 приведены зависимости для сплава АМАГ-186. Перед испытаниями образцы нагружали до 200 МПа и подвергали воздействию 10-ти импульсов электрического тока напряжением 100 В. Длительность импульсов  $\sim 5$  мс, плотность тока, протекающего через образцы  $1 \cdot 10^8$  А/м<sup>2</sup>. Изменение температуры образцов в момент пропускания импульса не превышала 20 градусов. Время релаксации нагрева составляло 2 с.

Установлено, что образцы разрушаются при меньшем количестве циклов нагружения относительно исходных образцов. Нагружение до 428 МПа, при количестве циклов  $\sim 6 \times 10^5$ , к разрушению образца не приводит. Исследование структурного состояния образцов после электроимпульсного воздействия показало, что материал остается рентгеноаморфным. Снижение характеристик усталостной прочности можно

объяснить начинающимися процессами структурной релаксации, переводящими аморфные сплавы в более равновесное состояние. Снятие закалочных напряжений повышает значение долговременной прочности.

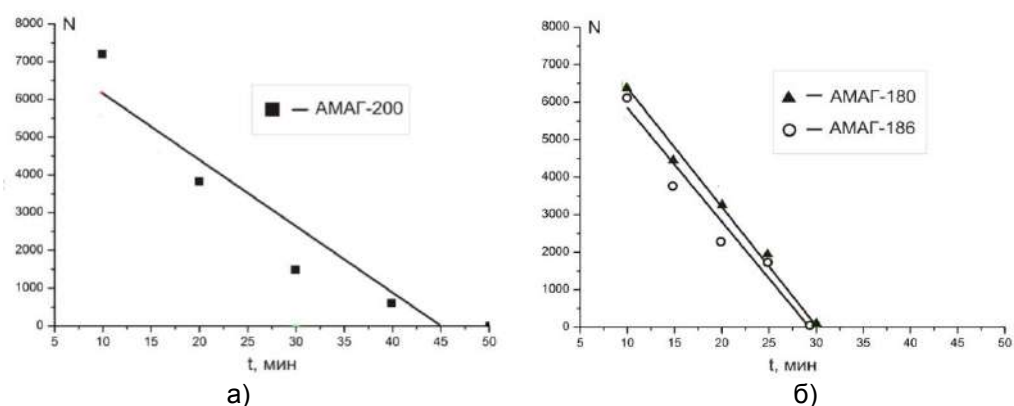


Рисунок 5 – Зависимость числа циклов нагружения, приводящих к разрушению от времени воздействия на образцы 1% раствора HNO<sub>3</sub>: а) АМАГ-200; б) АМАГ-180, АМАГ-186

Были проведены исследования влияния воздействия агрессивной среды на усталостные характеристики металлических стекол. Образцы сплавов АМАГ-180, АМАГ-186, АМАГ-200 выдерживались в 1% растворе азотной кислоты, после чего подвергались усталостному растяжению в интервале нагрузок (400–750) МПа. На рис. 5 приведены зависимости числа циклов усталостного нагружения от времени воздействия кислотной среды на образцы, приводящего к их разрушению.

При воздействии кислотной среды происходит образование на поверхности образцов солей Co(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> на АМАГ-180, АМАГ-186 и Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> на АМАГ-200. При этом происходит изменение сечения образцов и действующие напряжение заметно превышает величину нагрузки заданную в испытательной машине. Ее значения превышают усталостный предел прочности, что вызывает ускоренное разрушение образцов. Характерные особенности роста усталостных трещин в этом случае трудно проследить из-за пленки на поверхности образцов. Отмечено, что образцы на основе кобальта, с различным его содержанием, демонстрируют практически одинаковые характеристики усталостной прочности.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант № 15-01-04553\_a)

#### **Список литературы:**

1. Yunhu Zhu, Jie Fu, Chao Zheng, Zhong Ji. Effect of laser shock peening without absorbent coating on the mechanical properties of Zr-based bulk metallic glass // Optics & Laser Technology №75 (2015), pp. 157–163.



## СУБЛИМАЦИЯ ИОНОВ МАТРИЦЫ НА ВНУТРЕННИХ ПОВЕРХНОСТЯХ СКОЛА В ИОННЫХ КРИСТАЛЛАХ В УСЛОВИЯХ ВОЗДЕЙСТВИЯ ТЕПЛОВОГО И ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ПОЛЕЙ

Федоров В.А., Карьев Л.Г., Занина А.П.

ТГУ им. Г.П. Державина, г. Тамбов, Россия, E-mail: feodorov@tsu.tmb.ru

Опытные образцы монокристаллов LiF и NaCl выкалывали по плоскостям спайности из крупных блоков. Размеры кристаллов  $\sim 20 \times 10 \times 5$  мм. Трещину скола в образцах вводили искусственно. Расстояние между исследуемыми поверхностями составляло  $\sim 5 \cdot 10^{-3} - 10^{-1}$  мм. Кристалл с искусственно введенной трещиной помещали в печь между электродами, расположенными параллельно плоскости трещины и надежно контактирующими с кристаллом. На электроды подавалось постоянное напряжение 400 В [1]. Эксперименты проводились в воздушной среде и в вакууме, в температурном интервале 293–893 К. Напряженность электрического поля между поверхностями трещины составляла  $\sim 1,6 \cdot 10^6 \leq E_0 \leq 1,3 \cdot 10^7$  В/м. Время в зависимости от температуры обработки и целей опыта варьировали от 1,5 мин. до 7 часов. Плотность ионного тока достигала  $\sim 27$  А/м<sup>2</sup>.

В монокристаллах LiF концентрация примесей  $\text{Ca}^{+2}$ ,  $\text{Mg}^{+2}$ ,  $\text{Ba}^{+2}$  изменялась в пределах  $10^{-5} - 10^{-3}$  вес. %, а в монокристаллах NaCl концентрация примесей  $\text{Fe}^{2+}$   $10^{-5} - 10^{-2}$  вес. %.

После проведения опытов морфологические изменения, наблюдаемые на поверхностях трещины скола, качественно отличаются при переходе от температурного интервала примесной проводимости к температурному интервалу собственной проводимости кристаллов.

В температурном интервале примесной проводимости ( $T < 823$  К, LiF) и при небольших временах обработки (2–10 мин) локальные изменения противоположных поверхностей скола выражались в виде образовавшихся на них симметрично расположенных дислокационных розеток (рис. 1). Вид этих розеток на положительно заряженной поверхности представлен на рисунке 1 а.

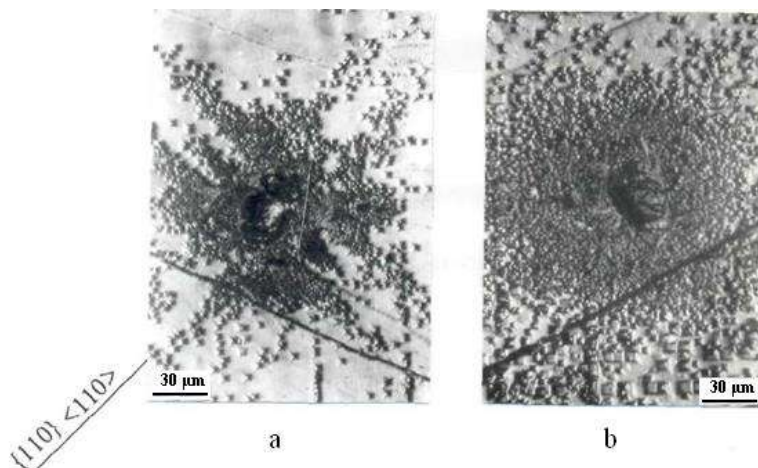


Рисунок 1 – Локальные изменения противоположных поверхностей скола искусственно введенной в кристалл трещины в плоскости {100}: а – дислокационные розетки на положительно заряженной поверхности трещины; б – симметрично расположенные дислокационные розетки на отрицательно заряженной поверхности трещины, LiF

Плотность распределения и форма дислокационных розеток на поверхности искусственно введенной трещины зависят от расстояния между поверхностями: плотность по мере удаления от вершины трещины уменьшается, форма становится округлой. При нагреве образцов в отсутствие электрического поля дислокационные розетки на поверхностях трещины в кристалле не появлялись. При больших временах обработки (0,5–1,5 час) происходит размытие розеток.

В температурном интервале собственной проводимости ( $T > 823$  К, LiF) наблюдали образование локальных монокристаллических наростов с размерами  $4,4 \cdot 10^{-2} - 3 \cdot 10^{-1}$  мм.

Морфология и структура новообразований зависят от расстояния между плоскостями, рельефа поверхностей и режимов обработки. Во всех случаях наслоения появлялись на положительно заряженных поверхностях в местах существования дислокационных розеток, форма наростов соответствовала форме розеток, на которых они образовались (рис. 2, а, б). Полигональные стенки вблизи наростов подтверждают то, что в этой области происходила предварительная пластическая деформация (рис. 2 с). Нарост, увеличиваясь, переживает поверхности трещины (рис. 3). В этих участках наблюдается локальное залечивание кристалла.

Так как в воздушной среде между берегами трещины, кроме собственно ионного тока, существуют разряды в газе, были поставлены эксперименты по обнаружению и исследованию наростов в вакууме. Отличий в форме и кинетике развития наростов, полученных в обеих средах, не обнаружено. В вакууме наблюдали монокристаллические наслоения и в монокристаллах NaCl.

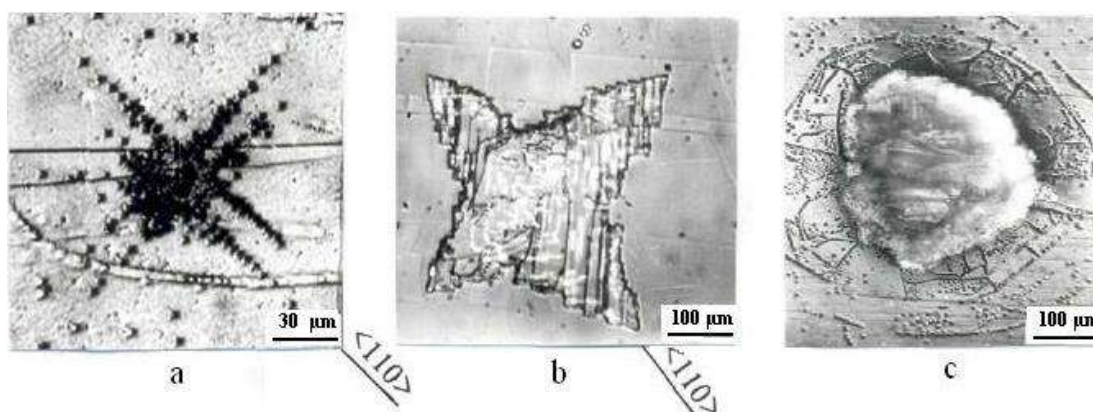


Рисунок 2 – Соответствие форм дислокационных розеток и монокристаллических наростов вблизи вершины трещины – а, б; монокристаллический нарост в удалении от вершины трещины – с. LiF ( $10^{-3}$  вес. %)

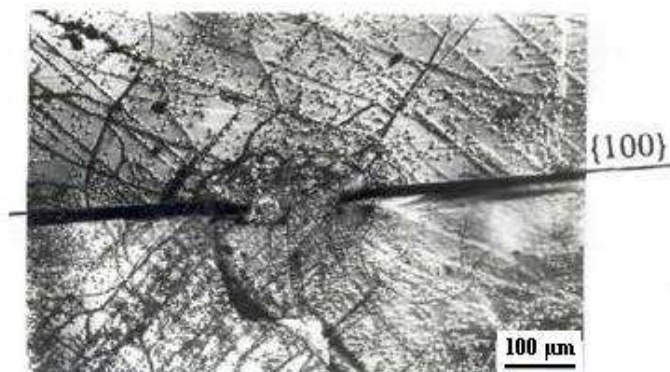


Рисунок 3 – Участок восстановившейся сплошности в русле трещины на поверхности скола перпендикулярного плоскости трещины. Положительно заряженная поверхность расположена выше русла трещины. LiF ( $10^{-3}$  вес. %)

Обнаруженные закономерности объясняются возникновением в определенных точках поверхности (например, в участках минимального расстояния между поверхностями) эмиссионного ионного тока. Противоположные внутренние поверхности трещины по-разному реагируют на обработку их электрическим полем.

В связи с этим были поставлены эксперименты по выявлению эмиссионного ионного тока и его закономерностей, а также определению работы выхода ионов. Опыты проводили в вакууме ( $\sim 0,01$  Па) при температурах  $293 \text{ K} \leq T \leq 793 \text{ K}$  на кристаллах LiF с концентрацией примесей  $\sim 10^{-3}$  вес. %. Эксперименты проводили по схеме плоского конденсатора: между одним из электродов и поверхностью кристалла оставался зазор 0,1 мм, другой электрод надёжно контактировал с противоположной гранью кристалла. Установку размещали под колпаком вакуумного поста УВР-3М. В

экспериментах изменяли полярность: прямая, соответствующая положительному потенциалу на свободном электроде, и обратная - соответствующая отрицательному потенциалу. Постоянное напряжение на образец подавали непрерывно, начиная с  $T=293$  К.

Появление эмиссионного тока регистрировали только при температурах  $T \geq 573$  К. Его возрастание с ростом температуры при обратной полярности во всех случаях было монотонным, тогда как при прямой полярности, в большинстве случаев, наблюдали скачкообразное возрастание тока.

Проводимость ( $\gamma$ ) щелочногалоидных кристаллов удовлетворяет зависимости:  $\gamma(T) = A \exp(-U_{акт}/kT)$ , где  $A$  – термический коэффициент электропроводности,  $k$  – постоянная Больцмана,  $U_{акт}$  – энергия активации процессов ионной проводимости в кристалле [2]. Очевидно такой же зависимости (с точностью до коэффициентов) подчиняется проводимость ( $\gamma_n$ ) участка «поверхность кристалла – электрод», так как определяется идентичным вероятностным механизмом этого процесса [3]. В этом случае  $U_{суб}$  будет соответствовать энергии сублимации поверхностного иона (без учета энергии восстановления иона на электроде), электронная эмиссия в LiF практически отсутствует.

Таким образом, определив экспериментально зависимость  $\ln(\gamma_n(1/T))$  для разъема между свободной поверхностью кристалла и электродом, получаем значения  $U_{суб}$  для прямой и обратной полярности соответственно: 2,16 и 5,02 эВ, подтверждающие анионный характер эмиссионного тока между берегами искусственно введенной макротрещины.

*Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 15-41-03166*

#### **Список литературы:**

1. Федоров В.А., Карыев Л.Г., Иванов В.П., Николюкин А.Н. Поведение поверхностей скола щелочногалоидных кристаллов в электрическом поле при одновременном нагреве // Физика твердого тела. 1996. Т. 38, № 2. С. 664-666.
2. Лидьярд, А. Ионная проводимость кристаллов. М.: Иностранная литература, 1962. 222с.
3. Павлов, П.В. Физика твердого тела П.В. Павлов, А.Ф. Хохлов. М.: Высшая школа, 2000. 494 с.

**МОРФОЛОГИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ ПОВЕРХНОСТИ ОБЪЕМНЫХ  
МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СТЕКОЛ НА ОСНОВЕ ЦИРКОНИЯ В ЗОНЕ ВОЗДЕЙСТВИЯ  
ЛАЗЕРНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ**

**Федоров В.А., Шлыкова А.А., Яковлев А.В., Плужникова Т.Н., Березнер А.Д.**  
*Тамбовский государственный университет им. Г.Р. Державина,  
г. Тамбов, Россия, E-mail: feodorov@tsu.tmb.ru*

Объемные металлические стекла (МС) – новый класс металлических сплавов, получаемых быстрой закалкой из расплава. Объемные аморфные сплавы, благодаря их высоким физико-механическим показателям, находят широкое применение в качестве конструкционных материалов, например, в ядерной энергетике. Объемные аморфные сплавы на основе циркония, обладают высокой стеклообразующей способностью и низким модулем упругости (50-100 ГПа), по отношению к обычным биоматериалам, например, (CoCrMo – 210-255 ГПа) и (нержавеющей стали – 193-210 ГПа). Объемные МС на основе циркония можно использовать в качестве потенциальных биоимплантантов. В связи с этим, проводятся исследования механических, тепловых, коррозионных и трибологических свойств, исследуется влияние нагрева на процессы кристаллизации, проявления электрохимических свойств. Одним из тепловых воздействий на аморфные сплавы является воздействие лазерного излучения. В процессе лазерной обработки протекает множество явлений: плавление, абляция, сублимация, испарение и кипение. Так на поверхности материала, подвергнутого облучению, формируется кратер. Работы, посвященные исследованию морфологических особенностей поверхностей кратера в объемных аморфных сплавах, в частности, на основе циркония, появились лишь в последнее время. Работы, связанные с лазерной обработкой объемных аморфных сплавов можно разделить на три основных направления: поверхностная обработка, сварка и микро-наноструктурирование.

Исследование взаимодействия лазерных импульсов с аморфными сплавами имеет важное значение для разработки методик лазерной обработки новых объемных МС, в частности, в нано- и микромасштабе. В работе проведены исследования поверхности объемных МС на основе циркония различного состава (таблица 1) при воздействии миллисекундного лазерного излучения. На поверхности МС в результате воздействия миллисекундного лазерного импульса формируется характерная розетка – кратер (рис. 1), состоящий из радиально растущих кристаллов образовавшихся в центральной области оплавления, в котором выделяются несколько зон, имеющих свои морфологические особенности. В первой зоне (зона 1) в центре кратера наблюдается рост кристаллов из расплава. За границей расплава во второй зоне наблюдается радиальный рост более мелких кристаллов (зона 2), это зона термического влияния, где величина нагрева меньше температуры плавления, но больше температуры кристаллизации. Также выделяется третья зона (зона 3), в которой наблюдается рост мелких кристаллов с размерами ~ 10 мкм. В этой зоне нагрев также превышает величину температуры кристаллизации, но не только за счет нагрева лазерным излучением. Добавочное тепло получается за счет роста кристаллов во второй зоне. За счет этого теплового эффекта происходит подогрев материала в третьей зоне. В центре кратера наблюдается ультра мелкозернистая структура.

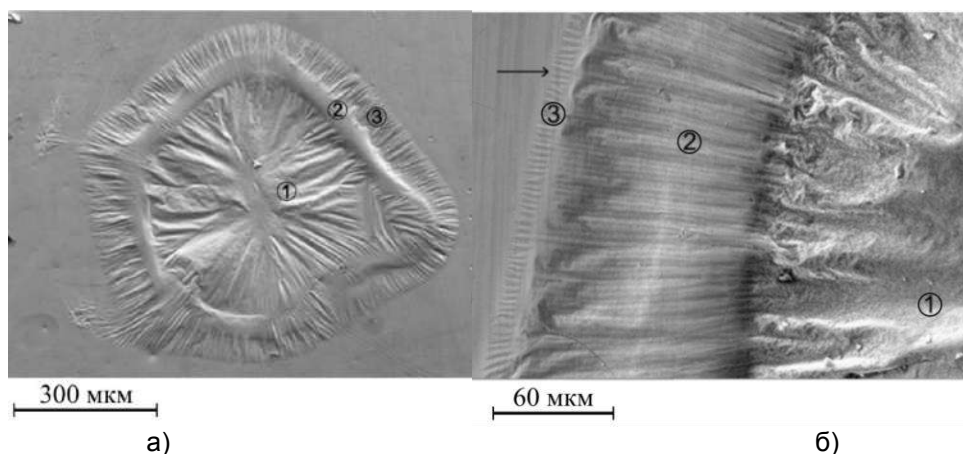


Рисунок 1 – Морфологические отличия зон воздействия лазерного излучения аморфных металлических сплавов на основе Zr: а)  $Zr_{55}CO_{25}Al_{20}$ ; б)  $Zr_{46}Cu_{45}Al_7Ti_2$ . 1–зона оплавления, 2–зона термического влияния, 3–зона вторичной твердофазной кристаллизации

В сплаве, содержащем 20% Al, в зернах наблюдается дендритная кристаллизация. Вид зоны воздействия сплава, содержащего 8% Al, существенно отличается от вида зоны других сплавов. В зоне расплавления нет явных признаков кристаллизации, что можно объяснить малым временем существования расплавленного состояния. При этом расплав переходит в аморфно-кристаллическое состояние. В зоне термического влияния кристаллы не образуются из-за нехватки тепла и сплав остается аморфным. Вследствие этого на границе перехода образуются высокие термоструктурные напряжения, вызывающие локальные пластические сдвиги. В центре кристалла наблюдается зарождение нанокристаллов на фоне аморфной матрицы. В области воздействия в сплавах с добавками титана и никеля явно выделяются две зоны. В центре растут кристаллы в радиальном направлении. Процесс кристаллизации наблюдается также и в зоне термического влияния. Третья зона практически не образуется. Она присутствует в зародышевом состоянии лишь в сплаве с добавлением титана. В сплаве, содержащем никель, этой зоны нет. Характерной особенностью кристаллизации этих сплавов в зоне 1 является образование дендритных структур нанометрового масштаба. Рост кристаллов в зоне воздействия лазерного излучения подтвержден рентгенографически.

Исследования элементного состава по поверхности кратера показало, что во второй и третьей зонах повышено содержание кислорода. Азот присутствует только в первой. Кислород присутствует также и в первой зоне – зоне расплавления. Повышенное содержание кислорода во второй и третьей связано с образованием на поверхности оксидов циркония, которые могут выступать в роли центров кристаллизации, максимум содержания кислорода наблюдается на границе перехода от первой зоны ко второй.

В ходе экспериментов регистрировали интенсивность свечения эрозионного факела для различных аморфных сплавов на основе циркония. На основании анализа результатов эксперимента было выделено три уровня интенсивности свечения эрозионного факела. Наибольшую интенсивность эрозионного факела имели сплавы содержащие кобальт. Замена кобальта на медь и серебро в соотношении  $4Cu:1Ag$  и уменьшение количества алюминия, практически в четыре раза понизило интенсивность свечения эрозионного факела. Замена серебра на титан или никель повышает интенсивность свечения эрозионного факела примерно в два раза. Такое поведение свечения эрозионного факела можно связать с тепловыми свойствами сплавов, в связи, с чем были сняты ДСК зависимости, анализируя которые можно показать, что при изменении состава МС изменяются удельные теплоты плавления и кристаллизации. При малых значениях этих величин при облучении большее количество энергии лазерного излучения переходит в эрозионный факел. Были сняты профилограммы поверхности в зоне воздействия лазерного излучения. Из профилограмм видны характерные особенности рельефа для трех уровней интенсивности свечения эрозионного факела. При самой высокой интенсивности

свечения в центре кратера формируется впадина. Вещество сплава вытесняется на периферию, что можно связать с давлением паров отдачи и продуктов горения. При самой низкой интенсивности свечения в центре кратера формируется возвышение, связанное с давлением на расплавленное вещество матричного материала (нерасплавленного), в котором не прошла кристаллизация. Релаксация термоструктурных напряжений в матрице происходит за счет термопластических сдвигов, а в кратере выдавливанием вещества.

Для всех исследуемых сплавов были определены значения микротвердости в исходных состояниях и после воздействия лазерного излучения (табл. 1). Из таблицы видно, что микротвердость практически во всех сплавах понизилась, исключение составляет сплав  $Zr_{56}Co_{28}Al_{16}$ , в котором образовалась ультра мелкозернистая структура, что, очевидно, послужило основанием для роста микротвердости.

Таблица 1 – Микротвердость по Виккерсу: первый столбец в исходном состоянии – без лазерного воздействия, 3 зона – зона вторичной твердофазной кристаллизации, после лазерного воздействия, 2 зона – зона термического влияния, 1 зона – центр кратера (см. рис. 1)

МС на основе циркония	HV (ГПа)	HV (ГПа) 3 зона	HV (ГПа) 2 зона	HV (ГПа) 1 зона
$Zr_{55}Co_{25}Al_{20}$	5,65	5,71	6,20	5,48
$Zr_{56}Co_{28}Al_{16}$	5,97	5,30	5,99	8,50
$Zr_{46}Cu_{45}Al_7Ti_2$	5,59	—	5,88	5,09
$Zr_{65}Al_{10}Ni_{10}Cu_{15}$	5,59	—	4,60	5,07
$Zr_{46}(Cu_{4/5}Ag_{1/5})_{46}Al_8$	5,78	5,84	6,20	5,71

В зоне 2 микротвердость повысилась вследствие образования мелких вытянутых в радиальном направлении кристаллов с большим количеством границ. В целом механические свойства изменились незначительно не более чем на 15%.

Таким образом, при воздействии миллисекундным лазерным импульсом на поверхность объемных МС на основе циркония формируется кратер, содержащий несколько зон кристаллизации. Их количество связано с элементным составом, от которого зависят тепловые свойства сплавов. Последние влияют на интенсивность свечения эрозионного факела. Интенсивность свечения в свою очередь, связана с процессами протекающими в зоне воздействия излучения и может быть использована в качестве параметра их определяющего. Показано, что изменением элементного состава можно управлять процессами кристаллизации в ванне расплава.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант №15-42-03206)

## АВТОРСКИЙ УКАЗАТЕЛЬ

<b>Фамилия И.О.</b>	<b>Стр.</b>
Аблажей Н.М.	63
Азарко И.И.	193
Алифанов А.В.	66
Андреев В.А.	3
Андриенок К.Г.	63
Антанович А.А.	21
Антонец И.В.	6
Артёмов А.П.	153
Аршинов К.И.	106
Баран Л.В.	94
Баранец И.В.	217
Бармин А.Е.	290
Белов Н.А.	9
Белоцерковский М.А.	139
Белявин К.Е.	48, 97, 168
Березнер А.Д.	296, 299, 302, 308
Бескровный А.И.	296
Бледнова Ж.М.	27
Бобров Д.И.	234
Бобровский В.В.	106
Бокова Е.С.	275
Бондарева С.А.	3
Борзенко А.П.	45
Босак Н.А.	94
Бузанов О.А.	187
Бурнышев И.Н.	257
Бурховецкий В.В.	45
Бутакова К.А.	91
Валиев Р.З.	136
Валько Н.Г.	153
Вальков В.И.	82
Васильева С.В.	299
Ващенко И.М.	63
Викарчук А.А.	278, 281
Витязь П.А.	156
Волков Г.А.	36
Волочко А.Т.	79
Вьюненко Ю.Н.	36, 109
Гаевой Е.А.	30
Герасимов В.И.	217
Глезер А.М.	85
Глуценко М.А.	205, 208, 211
Головчан А.В.	82
Голубев Е.А.	6
Гончаров В.К.	88
Горбунов А.В.	293
Гореева Ж.А.	187
Горшенков М.В.	85
Гостевская А.Н.	33
Григорьев С.В.	57
Григорьева Е.А.	30

Григорьева Т.Ф.	156
Гришков В.Н.	237
Громов В.Е.	15, 30, 33
Громыко Г.Ф.	266
Грызунов А.М.	281
Грызунова Н.Н.	278, 281, 284
Гулай А.В.	94
Гулай В.А.	94
Гусаков Г.А.	121
Гусаров С.В.	79
Гусева Д.Г.	144, 147
Гутев А.П.	42
Гуринович В.А.	260
Девяткина Е.Т.	156
Денисова А.Г.	284
Дема Р.Р.	183
Дмитриевский А.А.	144, 147
Евсюкова Н.В.	275
Ефремова Н. Ю.	147
Жигалин А.С.	153
Жигачев А.О.	144
Жиляев А.П.	150
Жиркин Ю.В.	254
Жорник В.И.	156
Жукова Ю.С.	272
Журавский А.Н.	97
Забелина Е.В.	187
Загуляев Д.В.	91
Задорожный М.Ю.	24
Занина А.П.	305
Затульский Г.З.	109
Звягина Е.Ю.	240, 247
Зеленская Г.И.	208
Зибров И.П.	133, 220
Зозуля Э.В.	205
Зубков А.И.	205, 208, 211
Иванов Ю.Ф.	228
Ильичев М.В.	269
Ильющенко А.Ф.	60, 266
Кароза А.Г.	94
Карпов М.И.	85
Карьев Л.Г.	305
Кашин О.А.	231, 234, 237
Кирилова В.О.	147
Клевцов Г.В.	136
Клевцова Н.А.	136
Козак О.А.	33
Козлова Н.С.	187
Козлова А.П.	187
Ковалева С.А.	156
Колесенко В.М.	196
Колесников С.А.	21
Константинов В.М.	76
Коровушкин В.В.	118



Коршунов Ф.П.	260, 263
Костишин В.Г.	118
Крайнев А.В.	24
Крапивная О.Н.	106
Краснов М.Л.	240
Крещенко В.А.	211
Круковский К.В.	231, 234, 237
Кудряшов А.Н.	231, 234, 237
Кузнечик О.О.	48, 97
Куранова Н.Н.	171, 174, 177
Курилёнок А.А.	48, 97
Кустов А.И.	223
Лалетин В.М.	72, 124, 127, 130
Ластовский С.Б.	263
Латушкина С.Д.	214
Леванцевич М.А.	183, 266
Ливанова Н.О.	269
Линдеров М.Л.	136
Линевич А.В.	106
Лотков А.И.	231, 234, 237
Луговский А.А.	193
Лукьянов А.В.	171, 180
Луценко Е.В.	211
Люцкевич А.И.	66, 76
Макаренко Л.Ф.	263
Максимченко Н.Н.	183
Маликов А.Г.	293
Маликова П.Е.	272
Мальцев А.В.	281
Малютина-Бронская В.В.	94
Мамедова Г.А.	141
Мамедова Н.А.	141
Марукович Е.И.	42
Матросов В.Н.	100, 103
Мацука Н.П.	266
Мерсон Е.Д.	136
Мигель И.А.	223
Минченя В.Т.	214
Минько Д.В.	168
Митюк В.И.	82
Мишин В.М.	12
Мозжаров С.Е.	69
Мосейчук О.О.	139
Мурзаев Р.Т.	150
Мурин Л.И.	260, 263
Мухаметгалина А.А.	150
Нагорных И.Л.	257
Назаров А.А.	150
Наумова Е.А.	51
Невский С.А.	15
Некит В.А.	247, 251
Новаш И.В.	54
Носковец А.А.	109
Никулин С.А.	24

Овечкина Т.А.	284
Овчинников В.И.	60
Огарков Н.Н.	244, 251, 254
Орешкин В.И.	153
Оришич А.М.	293
Осинцев К.А.	91
Остропико Е.С.	287
Панин В.Е.	293
Пантелеенко Ф.И.	57
Панцырный В.И.	24
Пархоменко В.А.	193
Перкас М.М.	3
Пермякова И.Е.	85
Петрикова Е.А.	228
Петушко И.В.	159, 162, 202
Пигалева И.Н.	136
Пилипчук Е.В.	183
Платов С.И.	244, 247, 251, 254
Плужникова Т.Н.	296, 299, 302, 308
Подболотов К.Б.	79
Полетаева А.Н.	275
Полякова Т.Л.	63
Почивалов Ю.И.	293
Пузырёв М.В.	88
Пустов Ю.А.	272
Пушин А.В.	177
Пушин В.Г.	171, 174, 177, 180
Разов А.И.	287
Реут О.П.	57
Рогачев С.О.	24
Рожнов А.Б.	24
Романов А.Е.	278
Романов Д.А.	30, 33, 91
Романюк Ф.А.	54
Рубаник В.В.	150, 214
Руденская Н.А.	57
Рудь Н.Д.	211
Румянцев В.Ю.	54
Румянцев Ю.В.	54
Русецкий Г.А.	196
Русинов П.О.	27
Русских А.Г.	153
Савченко А.Л.	214
Самигуллина А.А.	150
Самцов М.П.	193
Саркисян С.О.	39
Сарычев В.Д.	15
Свирид А.Э.	171, 180
Семенова И.П.	136
Сенникова Л.Ф.	45
Сердюк В.М.	199
Смирнова А.С.	293
Соболь О.В.	205, 208, 211
Соснин К.В.	33

Сосновский И.А.	48, 97
Спасский Д.А.	187
Степиков М.А.	30
Степович М.А.	118
Стеценко В.Ю.	42
Ступакевич В.Ю.	88
Суздальцев С.Ю.	112
Субботин А.В.	208
Суфьянов Д.В.	244
Сырцов С.Р.	72
Таран И.И.	139
Терентьев Д.В.	247, 254
Тересов А.Д.	228
Титовицкий И.А.	199
Ткаченко В.М.	45
Ткаченко Т.М.	82
Толкачев О.С.	228
Толкачева Е.А.	260
Трубловский В.Л.	72
Турзаков А.С.	36
Тюрин А.И.	144
Тюфтяев А.С.	269
Уксусников А.Н.	171, 180
Фастыковский А.Р.	190
Федоров В.А.	296, 299, 302, 305, 308
Федотов Д.Ю.	302
Федюнин А.В.	153
Филиппов Г.А.	269
Филиппов Д. А.	124
Филоненко В.П.	133, 220
Фурсова Т.Н.	296
Хаймович П.А.	165
Хлебова Н.Е.	24
Хлопков Е.А.	36
Царенко Ю.В.	150
Чайковский С.А.	153
Черных А.Г.	187
Черняева Е.В.	165
Чинокалов Е.В.	190
Чумаков А.Н.	94
Шавров В.Г.	6
Шалашова М.В.	240
Шаронов Г.В.	121
Шафеев М.Р.	284
Шевцов А.И.	266
Шевченко А.А.	94
Шедьков В.В.	106
Шелег В.К.	168, 183
Шипко М.Н.	118
Шлыкова А.А.	308
Шляров В.В.	91
Шмурадко В.Т.	57
Штанский Д.В.	85
Шуклинов А.В.	147

Шут В.Н.	69, 72
Шульгин Н.А.	165
Щеглов В.И.	6
Щетинин И.В.	85
Юркевич К.С.	66, 76
Юркевич С.Н.	66, 76
Юреть Е.Л.	183
Юсупов В.С.	3
Яковлев А.В.	296, 299, 302, 308
Якушевич А.С.	263
Якушевич Н.В.	3
Яфаров Р.К.	112, 115
Khort A.A.	18
Podbolotov K.B.	18

## СОДЕРЖАНИЕ

<b>Андреев В.А., Юсупов В.С., Перкас М.М., Якушевич Н.В., Бондарева С.А.</b> ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ ПОЛУЧЕНИЯ ПРУТКОВ ДИАМЕТРОМ 10-12 ММ ИЗ СПЛАВОВ С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ НА ОСНОВЕ НИКЕЛИДА ТИТАНА МЕТОДОМ ГОРЯЧЕЙ РОТАЦИОННОЙ КОВКИ	3
<b>Антонец И.В., Голубев Е.А., Шавров В.Г., Щеглов В.И.</b> ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОВОДИМОСТИ ГРАФЕНОСОДЕРЖАЩЕГО ШУНГИТА ВОЛНОВОДНЫМ МЕТОДОМ	6
<b>Белов Н.А.</b> ПРОВОДНИКОВЫЕ АЛЮМИНИЕВЫЕ СПЛАВЫ С ПОВЫШЕННОЙ ПРОЧНОСТЬЮ И ТЕРМОСТОЙКОСТЬЮ	9
<b>Мишин В.М.</b> ФАКТОРЫ, СНИЖАЮЩИЕ ЛОКАЛЬНУЮ ПРОЧНОСТЬ ГРАНИЦ ЗЕРЕН СТАЛЕЙ, СОДЕРЖАЩИХ МАРТЕНСИТ	12
<b>Сарычев В.Д., Невский С.А., Громов В.Е.</b> МОДЕЛЬ ПРОХОЖДЕНИЯ УЛЬТРАЗВУКОВЫХ ВОЛН В МАТЕРИАЛЕ С ГРАДИЕНТНОЙ СТРУКТУРОЙ	15
<b>Podbolotov K.V., Khort A.A.</b> SOLUTION COMBUSTION SYNTHESIS OF PURE METALL NANOPOWDERS	18
<b>Антанович А.А., Колесников С.А.</b> ИЗОСТАТИЧЕСКИЕ ТЕХНОЛОГИИ ПРИ ИЗГОТОВЛЕНИИ УГЛЕРОДНЫХ КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ	21
<b>Никулин С.А., Рогачев С.О., Крайнев А.В., Панцырный В.И., Рожнов А.Б., Хлебова Н.Е., Задорожный М.Ю.</b> УСТАЛОСТНАЯ ПРОЧНОСТЬ НАНОКОМПОЗИЦИОННЫХ ВЫСОКОПРОЧНЫХ ПРОВОДОВ Cu/Nb, ИЗГОТОВЛЕННЫХ МЕТОДОМ «ПЛАВКА+ДЕФОРМАЦИЯ»	24
<b>Русинов П.О., Бледнова Ж.М.</b> ВЛИЯНИЕ СО НА СТРУКТУРУ И ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ СВОЙСТВА ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ НА ОСНОВЕ TiNi, ПОЛУЧЕННЫХ ВЫСОКОЭНЕРГЕТИЧЕСКИМИ ВОЗДЕЙСТВИЯМИ	27
<b>Романов Д.А., Громов В.Е., Степиков М.А., Гаевой Е.А., Григорьева Е.А.</b> ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ ЭЛЕКТРОВЗРЫВНЫХ ПОКРЫТИЙ СИСТЕМЫ TiC-TiAl И TiV2-Ti-Al МЕТОДОМ ПРОСВЕЧИВАЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ	30
<b>Соснин К.В., Романов Д.А., Громов В.Е., Козак О.А., Гостевская А.Н.</b> ФАЗОВЫЙ СОСТАВ, СТРУКТУРА, И СВОЙСТВА ТИТАНА ПОСЛЕ ЭЛЕКТРОВЗРЫВНОГО ЛЕГИРОВАНИЯ ИТТРИЕМ И ЭЛЕКТРОННО-ПУЧКОВОЙ ОБРАБОТКИ	33
<b>Вьюненко Ю.Н., Турзаков А.С., Хлопков Е.А., Волков Г.А.</b> ДЕФОРМАЦИОННО-СИЛОВЫЕ СВОЙСТВА КОЛЬЦЕВЫХ СИЛОВЫХ ЛЕНТОЧНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ ИЗ СПЛАВА TiNi	36
<b>Саркисян С.О.</b> СТРУКТУРНЫЕ И КОНТИНУАЛЬНЫЕ МАТЕМАТИЧЕСКИЕ МОДЕЛИ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ОДНОСЛОЙНЫХ СРЕД	39
<b>Марукович Е.И., Стеценко В.Ю., Гутев А.П.</b> СИЛУМИН С ГЛОБУЛЯРНЫМ КРЕМНИЕМ. ПОЛУЧЕНИЕ, СВОЙСТВА, ПРИМЕНЕНИЕ	42
<b>Сенникова Л.Ф., Ткаченко В.М., Бурховецкий В.В., Борзенко А.П.</b> ИССЛЕДОВАНИЕ ПОВРЕЖДЕННОСТИ МЕДИ В ПРОЦЕССЕ РАВНОКАНАЛЬНОГО УГЛОВОГО ПРЕССОВАНИЯ	45
<b>Сосновский И.А., Белявин К.Е., Курилёнок А.А., Кузнечик О.О.</b> К ВОПРОСУ ОБРАБАТЫВАЕМОСТИ ИЗНОСОСТОЙКИХ ПОКРЫТИЙ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ЦЕНТРОБЕЖНОЙ ИНДУКЦИОННОЙ НАПЛАВКИ	48

<b>Наумова Е.А.</b> ВЛИЯНИЕ ТЕРМООБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ ПЕРСПЕКТИВНЫХ ЭВТЕКТИЧЕСКИХ КОМПОЗИЦИЙ НА ОСНОВЕ АЛЮМИНИЯ.	51
<b>Романюк Ф.А., Новаш И.В., Румянцев Ю.В., Румянцев В.Ю.</b> АППАРАТНО-ПРОГРАММНЫЕ ИСПЫТАТЕЛЬНЫЕ КОМПЛЕКСЫ ДЛЯ ПРОВЕРКИ РАБОТОСПОСОБНОСТИ ЦИФРОВЫХ ТОКОВЫХ ЗАЩИТ ЭЛЕКТРОУСТАНОВОК	54
<b>Шмурадко В.Т., Пантелеенко Ф.И., Реут О.П., Руденская Н.А., Григорьев С.В.</b> ОСОБЕННОСТИ ПОЛУЧЕНИЯ ТЕРМОУДАРОПРОЧНЫХ ЭЛЕКТРОИЗОЛЯЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ-ИЗДЕЛИЙ ДЛЯ СВАРОЧНОГО ОБОРУДОВАНИЯ.	57
<b>Овчинников В.И., Ильющенко А.Ф.</b> ВЛИЯНИЕ МАГНИТНОГО ПОЛЯ НА ПРЕГРАДУ ПРИ ВЫСОКОСКОРОСТНОМ УДАРЕ	60
<b>Юркевич С.Н., Полякова Т.Л., Ващенко И.М., Андриенко К.Г., Аблажей Н.М.</b> ТЕХНОЛОГИЯ НАНЕСЕНИЯ ХРОМОВОГО ПОКРЫТИЯ НА ДЕТАЛИ ИЗ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ	63
<b>Юркевич С.Н., Люцкевич А.И., Алифанов А.В., Юркевич К.С.</b> ПРИМЕНЕНИЕ МАГНИТО-ИМПУЛЬСНОЙ ОБРАБОТКИ ДЛЯ МОДИФИКАЦИИ ПОВЕРХНОСТИ ДЕТАЛЕЙ ИЗ ТИТАНОВЫХ И АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ	66
<b>Шут В.Н., Мозжаров С.Е.</b> ПОЛУЧЕНИЕ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ МАГНИТНЫХ ПОРОШКОВ СОНОЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИМ МЕТОДОМ	69
<b>Лалетин В.М., Шут В.Н., Сырцов С.Р., Трубловский В.Л.</b> ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ОБЪЕМНОГО 3-0 КОМПОЗИТА ЦТС42 – NiFe <sub>1.9</sub> Co <sub>0.02</sub> O <sub>4</sub>	72
<b>Юркевич С.Н., Люцкевич А.И., Константинов В.М., Юркевич К.С.</b> ПРИМЕНЕНИЕ МАГНИТО-ИМПУЛЬСНОЙ ОБРАБОТКИ ДЛЯ УЛУЧШЕНИЯ ШЕРОХОВАТОСТИ ПОВЕРХНОСТИ ДЕТАЛЕЙ ИЗ ТИТАНОВЫХ И АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ	76
<b>Подболотов К.Б., Волочко А.Т., Гусаров С.В.</b> ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ РАЗЛИЧНЫХ ДОБАВОК ДЛЯ СПЕКАНИЯ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ МИКРОПОРОШКОВ КОРУНДА	79
<b>Вальков В.И., Головчан А.В., Митюк В.И., Ткаченко Т.М.</b> СТРУКТУРА И СВОЙСТВА MnNi <sub>1-x</sub> Fe <sub>x</sub> Ge В ОБЛАСТИ СОСТАВОВ 0.10 ≤ x ≤ 0.25	82
<b>Глезер А.М., Карпов М.И., Пермьякова И.Е., Штанский Д.В., Горшенков М.В., Щетинин И.В.</b> СТРУКТУРНЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ И МЕХАНИЧЕСКОЕ ПОВЕДЕНИЕ НАНОЛАМИНАТОВ НА ОСНОВЕ Cu-Nb ПОСЛЕ МЕГАПЛАСТИЧЕСКОЙ (ИНТЕНСИВНОЙ) ДЕФОРМАЦИИ	85
<b>Гончаров В.К., Пузырёв М.В., Ступакевич В.Ю.</b> ФОРМИРОВАНИЕ ИОННЫХ ПОТОКОВ ИЗ ЛАЗЕРНОЙ ПЛАЗМЫ АЛЮМИНИЯ ПРИ РАЗЛИЧНЫХ ПЛОТНОСТЯХ МОЩНОСТИ ВОЗДЕЙСТВУЮЩЕГО ЛАЗЕРНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ	88
<b>Шляров В.В., Осинцев К.А., Бутакова К.А., Загуляев Д.В., Романов Д.А.</b> ПОЛУЧЕНИЕ ПОКРЫТИЙ СИСТЕМЫ Al-Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОВЗРЫВНОГО ЛЕГИРОВАНИЯ	91
<b>Чумаков А.Н., Гулай А.В., Шевченко А.А., Баран Л.В., Кароза А.Г., Малютина-Бронская В.В., Гулай В.А., Босак Н.А.</b> ОПТИЧЕСКИЕ И ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ТОНКИХ ПЛЕНОК ZnO С ЛЕГИРУЮЩИМИ ДОБАВКАМИ ITO	94
<b>Белявин К.Е., Сосновский И.А., Кузнечик О.О., Курилёнок А.А., Журавский А.Н.</b> ТЕХНОЛОГИЯ НАНЕСЕНИЯ ПОКРЫТИЙ ИЗ МЕТАЛЛОМАТРИЧНЫХ КОМПОЗИТОВ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОТЕРМИЧЕСКОЙ НАПЛАВКИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СИСТЕМЫ И АЛГОРИТМА УПРАВЛЕНИЯ ПАРАМЕТРИЧЕСКОЙ СТАБИЛИЗАЦИЕЙ РЕЖИМОВ	97

<b>Матросов В.Н.</b> ЗАВИСИМОСТЬ ФОРМЫ ФРОНТА КРИСТАЛЛИЗАЦИИ ОТ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ УСЛОВИЙ ПРИ ВЫРАЩИВАНИИ КРИСТАЛЛОВ МЕТОДОМ ЧОХРАЛЬСКОГО	100
<b>Матросов В.Н.</b> ТЕХНОЛОГИЯ ПОЛУЧЕНИЯ КРИСТАЛЛОВ ИНКОНГРУЭНТНО ПЛАВЯЩИХСЯ СОЕДИНЕНИЙ МЕТОДОМ ЧОХРАЛЬСКОГО	103
<b>Аршинов К.И., Бобровский В.В., Крапивная О.Н., Линевич А.В., Шедьков В.В.</b> ЛАЗЕРНЫЙ НАГРЕВ ПОРОШКОВЫХ МАТЕРИАЛОВ	106
<b>Затумский Г.З., Вьюненко Ю.Н., Носковец А.А.</b> ОСОБЕННОСТИ ДЕФОРМАЦИОННО-СИЛОВОГО ПОВЕДЕНИЯ СПИРАЛЕЙ ИЗ СПЛАВА CuZn18al7 В УСЛОВИЯХ РАЗВИТИЯ ЭФФЕКТА ПАМЯТИ ФОРМЫ	109
<b>Яфаров Р.К., Суздальцев С.Ю.</b> ПОЛУЧЕНИЕ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ АЛМАЗОВ И АЛМАЗОГРАФИТОВЫХ НАНОКОМПОЗИТОВ В МИКРОВОЛНОВОЙ ПЛАЗМЕ	112
<b>Яфаров Р.К.</b> СОЗДАНИЕ АВТОЭМИССИОННЫХ КАТОДОВ ДЛЯ МОЩНЫХ ЭВП И ВАКУУМНОЙ МИКРОЭЛЕКТРОНИКИ	115
<b>Шипко М.Н., Коровушкин В.В., Степович М.А., Костишин В.Г.</b> ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ВЛИЯНИЯ СЛАБЫХ ИМПУЛЬСНЫХ МАГНИТНЫХ ПОЛЕЙ НА СВОЙСТВА КОНДЕНСИРОВАННЫХ СРЕД	118
<b>Шаронов Г.В., Гусаков Г.А.</b> ТЕРМИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА ПОДЛОЖЕК ИЗ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ В ТЕХНОЛОГИИ АЛМАЗНОГО НАНОТОЧЕНИЯ ОПТИЧЕСКИХ ПОВЕРХНОСТЕЙ	121
<b>Лалетин В.М., Филиппов Д.А.</b> ВЛИЯНИЕ ДЕ- ЭФФЕКТА НА ПОЛЕВУЮ ЗАВИСИМОСТЬ РЕЗОНАНСНОГО МАГНИТОЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ЭФФЕКТА	124
<b>Лалетин В.М., Филиппов Д.А.</b> ВЛИЯНИЕ ДОБАВОК ОКИСИ ТИТАНА НА СВОЙСТВА КОМПОЗИЦИОННОЙ КЕРАМИКИ ЦТС – ФЕРРИТ НИКЕЛЯ	127
<b>Лалетин В.М.</b> АНИЗОТРОПИЯ МАГНИТОЭЛЕКТРИЧЕСКИХ СВОЙСТВ В ОБЪЕМНЫХ КОМПОЗИТАХ ФЕРРИТ – ПЬЕЗОЭЛЕКТРИК.	130
<b>Филоненко В.П., Зибров И.П.</b> СТРУКТУРА И ХАРАКТЕРИСТИКИ ГРАФИТО И АЛМАЗОПОДОБНЫХ КРИСТАЛЛОВ, ПОЛУЧЕННЫХ В СИСТЕМЕ В-С-НПРИ ВЫСОКИХ ДАВЛЕНИЯХ	133
<b>Клевцов Г.В., Валиев Р.З., Семенова И.П., Клевцова Н.А., Мерсон Е.Д., Пигалева И.Н., Линдеров М.Л.</b> УСТАЛОСТНОЕ РАЗРУШЕНИЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАННОГО ТИТАНОВОГО СПЛАВА ВТ6: КИНЕТИКА И МЕХАНИЗМ РАЗРУШЕНИЯ	136
<b>Белоцерковский М.А., Сосновский А.В., Таран И.И., Мосейчук О.О.</b> ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ГИПЕРЗВУКОВОЙ МЕТАЛЛИЗАЦИИ ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ НА ПОЛИМЕРНЫЕ ДЕТАЛИ	139
<b>Мамедова Г.А., Мамедова Н.А.</b> ИССЛЕДОВАНИЕ КАТИОНЗАМЕЩЕННЫХ ПРИРОДНЫХ ЦЕОЛИТОВ НАХЧЫВАНА МЕТОДОМ ИК-СПЕКТРОСКОПИИ	141
<b>Дмитриевский А.А., Тюрин А.И., Жигачев А.О., Гусева Д.Г.</b> ОПТИМИЗАЦИЯ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО РЕЖИМА СПЕКАНИЯ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ КОМПОЗИТОВ CaO-ZrO <sub>2</sub> – Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	144
<b>Дмитриевский А.А., Ефремова Н.Ю., Гусева Д.Г., Шуклинов А.В., Кирилова В.О.</b> ПОДАВЛЕНИЕ ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ КРЕМНИЯ ПОД ИНДЕНТОРОМ ПОСРЕДСТВОМ МАЛОДОЗОВОГО БЕТА-ОБЛУЧЕНИЯ	147

<b>Назаров А.А., Жилиев А.П., Самигуллина А.А., Мурзаев Р.Т., Мухаметгалина А.А., Царенко Ю.В., Рубаник В.В.</b> СТРУКТУРНЫЕ ИЗМЕНЕНИЯ В УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТЫХ МЕТАЛЛАХ ПРИ УЛЬТРАЗВУКОВОМ ВОЗДЕЙСТВИИ	150
<b>Русских А.Г., Жигалин А.С., Артёмов А.П., Федюнин А.В., Орешкин В.И., Чайковский С.А., Валько Н.Г.</b> РАДИОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ КОРОТКОЖИВУЩИХ ПЛАЗМЕННЫХ СТРУКТУР	153
<b>Витязь П.А., Жорник В.И., Ковалева С.А., Григорьева Т.Ф., Девяткина Е.Т.</b> МЕХАНОХИМИЧЕСКОЕ ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ В ПОРОШКОВЫХ СИСТЕМАХ Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Fe-Me(Al, Zr) В ПРОЦЕССЕ ИНТЕНСИВНОЙ МЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ	156
<b>Петушко И.В.</b> УЛЬТРАЗВУКОВЫЕ ДИСПЕРГАТОРЫ	159
<b>Петушко И.В.</b> УСТРОЙСТВА ДЛЯ УЛЬТРАЗВУКОВОЙ ОБРАБОТКИ ТВЕРДЫХ И ХРУПКИХ МАТЕРИАЛОВ	162
<b>Хаймович П.А., Черняева Е.В., Шульгин Н.А.</b> ОСОБЕННОСТИ РЕАЛИЗАЦИИ БАРОКРИОДЕФОРМИРОВАНИЯ МЕТАЛЛОВ	165
<b>Минько Д.В., Белявин К.Е., Шелег В.К.</b> ФОРМИРОВАНИЕ ГРАДИЕНТА СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОРИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ ПОРОШКА ТИТАНА ПРИ ИМПУЛЬСНОМ ЛАЗЕРНОМ ВОЗДЕЙСТВИИ	168
<b>Свирид А.Э., Куранова Н.Н., Лукьянов А.В., Пушин В.Г., Уксусников А.Н.</b> ВЛИЯНИЕ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СПЛАВОВ Cu-Al-Ni С ЭФФЕКТОМ ПАМЯТИ ФОРМЫ	171
<b>Пушин В.Г., Куранова Н.Н.</b> ПЕРСПЕКТИВНЫЕ ВЫСОКОПРОЧНЫЕ МАТЕРИАЛЫ С ЭФФЕКТОМ ПАМЯТИ ФОРМЫ, ИХ ХАРАКТЕРИСТИКА И ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ	174
<b>Пушин А.В., Куранова Н.Н., Пушин В.Г.</b> УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТЫЕ СПЛАВЫ С ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫМ ЭФФЕКТОМ ПАМЯТИ ФОРМЫ НА ОСНОВЕ Ti-Ni-Cu и Ni-Ti-Hf	177
<b>Лукьянов А.В., Свирид А.Э., Пушин В.Г., Уксусников А.Н.</b> ВЛИЯНИЕ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ КРУЧЕНИЕМ НА СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ В СПЛАВАХ CU-AL-NI С ЭФФЕКТОМ ПАМЯТИ ФОРМЫ	180
<b>Леванцевич М.А., Максимченко Н.Н., Шелег В.К., Пилипчук Е.В., Юреть Е.Л., Дема Р.Р.</b> ФОРМИРОВАНИЕ ПОКРЫТИЙ ДЕФОРМАЦИОННЫМ ПЛАКИРОВАНИЕМ С ПОДАЧЕЙ ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО НАПРЯЖЕНИЯ	183
<b>Козлова Н.С., Бузанов О.А., Гореева Ж.А., Забелина Е.В., Козлова А.П., Спасский Д.А., Черных А.Г.</b> ОПТИЧЕСКИЕ НЕОДНОРОДНОСТИ В КРИСТАЛЛАХ CaMoO <sub>4</sub>	187
<b>Чинокалов Е.В., Фастыковский А.Р.</b> НОВЫЙ ПЕРСПЕКТИВНЫЙ СПОСОБ ПРОИЗВОДСТВА ДЛИННОМЕРНЫХ ВИНТОВЫХ ПРОФИЛЕЙ	190
<b>Гусаков Г.А., Луговский А.А., Самцов М.П., Азарко И.И., Пархоменко В.А.</b> ВЛИЯНИЕ ВАКУУМНОГО ОТЖИГА НА СТРУКТУРУ И ФУНКЦИОНАЛЬНЫЙ СОСТАВ ПОВЕРХНОСТИ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ АЛМАЗОВ ДЕТОНАЦИОННОГО СИНТЕЗА	193
<b>Колесенко В.М., Русецкий Г.А.</b> ОСОБЕННОСТИ СИГНАЛОВ ОДНОИМПУЛЬСНОГО СПИНОВОГО ЭХА ЯДЕР <sup>55</sup> Mn ПРИ НАЛИЧИИ ДВУХ СОСТАВЛЯЮЩИХ ФЕРРОМАГНИТНОЙ МЕТАЛЛИЧЕСКОЙ ФАЗЫ В МАНГАНИТАХ	196



<b>Сердюк В.М., Титовицкий И.А.</b> ЭЛЕКТРОМАГНИТНАЯ ДИАГНОСТИКА ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ ПОСРЕДСТВОМ ИЗМЕРЕНИЯ ИНТЕНСИВНОСТИ ОТРАЖЕННОГО И ПРОХОДЯЩЕГО ИЗЛУЧЕНИЯ	199
<b>Петушко И.В.</b> ПЕРСПЕКТИВЫ РАБОТ В ОБЛАСТИ УЛЬТРАЗВУКОВОЙ СВАРКИ МЕТАЛЛОВ	202
<b>Глуценко М.А., Соболев О.В., Зозуля Э.В., Зеленская Г.И., Зубков А.И.</b> О МОНОСЛОЙНОМ СОСТОЯНИИ ЗЕРНОГРАНИЧНЫХ СЕГРЕГАЦИЙ МОЛИБДЕНА В МЕДИ	205
<b>Глуценко М.А., Соболев О.В., Субботин А.В., Зеленская Г.И., Зубков А.И.</b> О ВЕЛИЧИНЕ КОЭФФИЦИЕНТА ХОЛЛА-ПЕТЧА ДЛЯ ВАКУУМНЫХ КОНДЕНСАТОР НА ОСНОВЕ МЕДИ	208
<b>Луценко Е.В., Крещенко В.А., Рудь Н.Д., Соболев О.В., Глуценко М.А., Зубков А.И.</b> СТРУКТУРА ВАКУУМНЫХ КОНДЕНСАТОР И ОТЛИВОК СПЛАВОВ Al-Fe	211
<b>Савченко А.Л., Латушкина С.Д., Рубаник В.В., Минченя В.Т.</b> ПЕРСПЕКТИВЫ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ ПОКРЫТИЙ ДЛЯ МЕДИЦИНСКИХ ИЗДЕЛИЙ ИЗ НИТИНОЛА	214
<b>Баранец И.В., Герасимов В.И.</b> ВЛИЯНИЕ ИЗОМЕРНОЙ ЧИСТОТЫ C60 НА ФОРМУ САМООРГАНИЗАЦИИ ФУЛЛЕРЕНОВ И ФУЛЛЕРЕНОЛОВ	217
<b>Зибров И.П., Филоненко В.П.</b> СИНТЕЗ СЛОЖНЫХ ОКСИДОВ ТАНТАЛА (ТАНТАЛАТОВ И БРОНЗ) ПРИ ДАВЛЕНИИ 5 ГПа И T=850 C	220
<b>Кустов А.И., Мигель И.А.</b> АНАЛИЗ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ И КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ С ПОМОЩЬЮ АМД-МЕТОДОВ	223
<b>Иванов Ю.Ф., Петрикова Е.А., Толкачев О.С., Тересов А.Д.</b> СТРУКТУРА ЭВТЕКТИЧЕСКОГО СИЛУМИНА, ОБРАБОТАННОГО ИНТЕНСИВНЫМ ИМПУЛЬСНЫМ ЭЛЕКТРОННЫМ ПУЧКОМ	228
<b>Кашин О.А., Круковский К.В., Лотков А.И., Кудряшов А.Н.</b> ВЛИЯНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РЕЖИМОВ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ВНУТРИСОСУДИСТЫХ СТЕНТОВ ИЗ НИКЕЛИДА ТИТАНА С ИОННО- МОДИФИЦИРОВАННОЙ ПОВЕРХНОСТЬЮ НА ИХ МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА	231
<b>Круковский К.В., Кашин О.А., Лотков А.И., Бобров Д.И., Кудряшов А.Н.</b> УСТАНОВКА ДЛЯ УСТАЛОСТНЫХ ИСПЫТАНИЙ ВНУТРИСОСУДИСТЫХ СТЕНТОВ ИЗ НИКЕЛИДА ТИТАНА	234
<b>Лотков А.И., Кашин О.А., Круковский К.В., Гришков В.Н., Кудряшов А.Н.</b> РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РЕЖИМОВ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКИХ ОБРАБОТОК ДЛЯ ЗАДАНИЯ ФОРМЫ ВНУТРИСОСУДИСТЫХ СТЕНТОВ ИЗ НИКЕЛИДА ТИТАНА	237
<b>Краснов М.Л., Шалашова М.В., Звягина Е.Ю.</b> СОВРЕМЕННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И ОБОРУДОВАНИЕ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА ТРУБНЫХ СТАЛЕЙ	240
<b>Огарков Н.Н., Платов С.И., Суфьянов Д.В.</b> ВЫБОР НАПЛАВОЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ РОЛИКОВ МАШИН НЕПРЕРЫВНОГО ЛИТЬЯ ЗАГОТОВОК С ПОВЫШЕННОЙ ИЗНОСОСТОЙКОСТЬЮ И ТЕРМОСТОЙКОСТЬЮ	244
<b>Платов С.И., Некит В.А., Звягина Е.Ю., Терентьев Д.В.</b> УЛУЧШЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРНОГО РЕЖИМА ПРОКАТНЫХ ВАЛКОВ ЗА СЧЕТ СОВЕРШЕНСТВОВАНИЯ ИХ ОХЛАЖДЕНИЯ В ПРОЦЕССЕ ПРОКАТКИ	247
<b>Платов С.И., Некит В.А., Огарков Н.Н.</b> СИЛЫ ТРЕНИЯ В ПРОЦЕССЕ ВОЛОЧЕНИЯ КАТАНКИ	251
<b>Терентьев Д.В., Платов С.И., Огарков Н.Н., Жиркин Ю.В.</b> МЕТОДОЛОГИЯ МОДЕРНИЗАЦИИ И СОВЕРШЕНСТВОВАНИЯ УСЛОВИЙ ЭКСПЛУАТАЦИИ ТЯЖЕЛОНАГРУЖЕННЫХ УЗЛОВ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ АГРЕГАТОВ	254

<b>Бурнышев И.Н., Нагорных И.Л.</b> ВЛИЯНИЕ ВОДОРОДА НА ПОДВИЖНОСТЬ ДИСЛОКАЦИЙ: РЕЗУЛЬТАТЫ ВЫЧИСЛИТЕЛЬНОГО ЭКСПЕРИМЕНТА	257
<b>Коршунов Ф.П., Толкачева Е.А., Гуринович В.А., Мурин Л.И.</b> ФОРМИРОВАНИЕ КОМПЛЕКСОВ ДИВАКАНСИЯ-ДВА АТОМА КИСЛОРОДА И ТРИВАКАНСИЯ-ДВА АТОМА КИСЛОРОДА В ОБЛУЧЕННЫХ КРИСТАЛЛАХ КРЕМНИЯ	260
<b>Коршунов Ф.П., Якушевич А.С., Ластовский С.Б., Мурин Л.И., Макаренко Л.Ф.</b> ВЛИЯНИЕ ЗАРЯДОВОГО СОСТОЯНИЯ НА ОТЖИГ МЕЖУЗЕЛЬНОГО УГЛЕРОДА В ОБЛУЧЕННОМ КРЕМНИИ	263
<b>Громыко Г.Ф., Мацука Н.П., Ильющенко А.Ф., Шевцов А.И., Леванцевич М.А.</b> ПРОГНОЗИРОВАНИЕ УСТОЙЧИВОГО ХАРАКТЕРА ПРОТЕКАНИЯ САМОРАСПРОСТРАНЯЮЩЕГОСЯ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО СИНТЕЗА С УЧЕТОМ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ МЕХАНОАКТИВАЦИИ РЕАГЕНТОВ ПРИ ФОРМИРОВАНИИ ИЗНОСОСТОЙКИХ КОМПОЗИЦИОННЫХ ПОКРЫТИЙ	266
<b>Ильичев М.В., Ливанова Н.О., Тюфтяев А.С., Филиппов Г.А.</b> ВЛИЯНИЕ ПЛАЗМЕННОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРНОЕ СОСТОЯНИЕ ВЫСОКОУГЛЕРОДИСТОЙ КОЛЕСНОЙ СТАЛИ ПОСЛЕ ДЛИТЕЛЬНОЙ ЭКСПЛУАТАЦИИ	269
<b>Маликова П.Е., Пустов Ю.А., Жукова Ю.С.</b> ПОЛУЧЕНИЕ И ИССЛЕДОВАНИЕ БИОРЕЗОРБИРУЕМЫХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ СИСТЕМЫ FE-MN	272
<b>Полетаева А.Н., Бокова Е.С., Евсюкова Н.В.</b> ПРИМЕНЕНИЕ СОВРЕМЕННЫХ МЕТОДОВ ИССЛЕДОВАНИЯ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПЛЕНОЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ	275
<b>Викарчук А.А., Грызунова Н.Н., Романов А.Е.</b> МЕХАНИЗМЫ ОБРАЗОВАНИЯ И РОСТА МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПЕНТАГОНАЛЬНЫХ ЧАСТИЦ И КРИСТАЛЛОВ С ДЕФЕКТНОЙ СТРУКТУРОЙ И РАЗВИТОЙ ПОВЕРХНОСТЬЮ	278
<b>Грызунова Н.Н., Викарчук А.А., Грызунов А.М., Мальцев А.В.</b> ИССЛЕДОВАНИЕ ПОВЕДЕНИЯ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ФРАГМЕНТИРОВАННЫХ СТРУКТУР В ТЕМПЕРАТУРНЫХ ПОЛЯХ	281
<b>Грызунова Н.Н., Денисова А.Г., Шафеев М.Р., Овечкина Т.А.</b> ОСОБЕННОСТИ ПОЛУЧЕНИЯ МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ ПОКРЫТИЙ С РАЗВИТОЙ ПОВЕРХНОСТЬЮ, СОСТОЯЩИХ ИЗ НАНОРАЗМЕРНЫХ СТРУКТУР	284
<b>Остропико Е.С., Разов А.И.</b> ВЛИЯНИЕ ВРЕМЕНИ ДЛИТЕЛЬНОГО ХРАНЕНИЯ НА ЭФФЕКТЫ ОДНОКРАТНОЙ И ОБРАТИМОЙ ПАМЯТИ ФОРМЫ В СПЛАВАХ TiNi	287
<b>Бармин А.Е.</b> О СОСТОЯНИИ ЗЕРНОГРАНИЧНЫХ СЕГРЕГАЦИЙ ВОЛЬФРАМА В ЖЕЛЕЗЕ	290
<b>Смирнова А.С., Почивалов Ю.И., Панин В.Е., Оришич А.М., Маликов А.Г., Горбунов А.В.</b> ВЛИЯНИЕ КОМБИНИРОВАННОЙ УЛЬТРАЗВУКОВОЙ МЕХАНИЧЕСКОЙ КОВКИ НА СТРУКТУРУ И УСТАЛОСТНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ СВАРНЫХ СОЕДИНЕНИЙ ТИТАНОВОГО СПЛАВА VT23	293
<b>Федоров В.А., Березнер А.Д., Бескровный А.И., Фурсова Т.Н., Плужникова Т.Н., Яковлев А.В.</b> ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В ПЛЕНКЕ SiO <sub>x</sub> , ПОЛУЧЕННОЙ ИЗ МЕТАЛЛИЧЕСКОГО СТЕКЛА	296
<b>Федоров В.А., Плужникова Т.Н., Березнер А.Д., Яковлев А.В., Васильева С.В.</b> ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ АГРЕССИВНЫХ И НАВОДОРОЖИВАЮЩИХ СРЕД НА ХОД ЗАВИСИМОСТИ $\sigma(\epsilon)$ В КОБАЛЬТОВЫХ АМОРФНЫХ СПЛАВАХ ПРИ ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОМ ВОЗДЕЙСТВИИ	299
<b>Федоров В.А., Федотов Д.Ю., Плужникова Т.Н., Березнер А.Д., Яковлев А.В.</b> ВЛИЯНИЕ АГРЕССИВНЫХ СРЕД И ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ НА УСТАЛОСТНЫЕ СВОЙСТВА АМОРФНЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ	302

<b>Федоров В.А., Карыев Л.Г., Занина А.П.</b> СУБЛИМАЦИЯ ИОНОВ МАТРИЦЫ НА ВНУТРЕННИХ ПОВЕРХНОСТЯХ СКОЛА В ИОННЫХ КРИСТАЛЛАХ В УСЛОВИЯХ ВОЗДЕЙСТВИЯ ТЕПЛОВОГО И ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ПОЛЕЙ	305
<b>Федоров В.А., Шлыкова А.А., Яковлев А.В., Плужникова Т.Н., Березнер А.Д.</b> МОРФОЛОГИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ ПОВЕРХНОСТИ ОБЪЕМНЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СТЕКОЛ НА ОСНОВЕ ЦИРКОНИЯ В ЗОНЕ ВОЗДЕЙСТВИЯ ЛАЗЕРНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ	308

Научное издание

Международный симпозиум  
«ПЕРСПЕКТИВНЫЕ МАТЕРИАЛЫ И ТЕХНОЛОГИИ»

Сборник материалов

22 – 26мая 2017 года  
Витебск, Беларусь

Все работы публикуются в авторской редакции

*Оформление и компьютерная верстка Баган А.В.*



**Национальная академия наук  
Беларуси**



**Институт технической акустики НАН Беларуси**

### ОБОРУДОВАНИЕ УЛЬТРАЗВУКОВОЙ ОПРЕССОВКИ РЕЗИНОТЕХНИЧЕСКИХ ИЗДЕЛИЙ

Легкая промышленность

**ПРЕДНАЗНАЧЕНО ДЛЯ:**

утонения и предохранения от распускания (расслоения)  
среза обувной резинки после ее нарезки.



**ПРЕИМУЩЕСТВА:**

- повышение производительности процесса опрессовки в 2-3 раза;
- снижение энергозатрат в 8-10 раз;
- исключение прилипания материала к поверхности инструмента;
- равномерное оплавление по периметру и толщине обувной резинки;
- экологическая безопасность



### УСТАНОВКА ДЛЯ УЛЬТРАЗВУКОВОГО ТИСНЕНИЯ



**ПРЕДНАЗНАЧЕНА ДЛЯ:**

ультразвукового тиснения по коже, тканым и нетканым материалам: искусственная кожа, текстильные ткани, содержащие не менее 50% синтетических волокон, и другим термопластичным полимерным материалам.

**ПРЕИМУЩЕСТВА:**

- оперативность;
- не требуется предварительного разогрева клише;
- запуск и остановка ультразвукового пресса в любое время;
- экономия электроэнергии до 90% по сравнению с обычными установками



**Брендирование сувенирной продукции:**

ежедневники, еженедельники,  
телефонные книги, визитницы,  
портмоне и другие изделия из кожи и кожзама.  
Тиснение узоров, логотипов,  
аббревиатур на элементах одежды, обуви.

### НАШИ КОНТАКТЫ

пр-т Генерала Лядникова, 13, 210023, г. Витебск, Республика Беларусь

Тел./факс: +375-212-55-39-53

Эл. почта: [info@itanas.by](mailto:info@itanas.by), [ita@vitebsk.by](mailto:ita@vitebsk.by), сайт: <http://www.itanas.by>



**Национальная академия наук  
Беларуси**



**Институт технической акустики НАН Беларуси**

### ПЕРЕНОСНОЙ АППАРАТ ДЛЯ УЛЬТРАЗВУКОВОЙ СВАРКИ ПОЛИМЕРОВ

Машиностроение  
Агропромышленный комплекс  
Легкая промышленность



#### ПРЕДНАЗНАЧЕН ДЛЯ:

- ультразвуковой сварки деталей из полимеров, в том числе крупногабаритных;
- сварки деталей, расположенных в труднодоступных местах;
- заклепывания и точечной спайки;
- спайки полимерной ленты в конвейерных системах

#### ПРЕИМУЩЕСТВА:

- высокая скорость сварки;
- легкость и транспортабельность аппарата;
- экологическая безопасность

### УЛЬТРАЗВУКОВОЙ АППАРАТ ДЛЯ ОБРАБОТКИ ЖИДКИХ СРЕД

#### НАЗНАЧЕНИЕ:

- диспергирование;
- эмульгирование;
- растворение;
- гомогенизация;
- пропитка

#### ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ:

Фармацевтика  
Косметическое производство  
Пищевая промышленность  
Винодельческое производство  
Химическая промышленность



### УЛЬТРАЗВУКОВАЯ РЕЗКА

#### НАЗНАЧЕНИЕ:

- резка полотна автомобильных шин,  
полимерных и других материалов



### НАШИ КОНТАКТЫ

пр-т Генерала Лядникова, 13, 210023, г. Витебск, Республика Беларусь

Тел./факс: +375-212-55-39-53

Эл. почта: [info@itanas.by](mailto:info@itanas.by), [ita@vitebsk.by](mailto:ita@vitebsk.by), сайт: <http://www.itanas.by>



Национальная академия наук  
Беларуси



Институт технической акустики НАН Беларуси

## СТАНОК ДОВОДКИ ВОЛОК

### Кабельное и метизное производство

Станок предназначен для алмазно-абразивной доводки волок из сверхтвердых материалов: природный и синтетический алмаз, твердые сплавы.



Доводка производится притиром – проволокой или жгутом с подачей в зону обработки абразивной суспензии.

Широкий диапазон обрабатываемых диаметров от 0,05 мм до 8,0 мм достигается путем использования сменных механизмов зажима и натяжения притира.

Станок может быть укомплектован реле времени типа ВС-33, 0,2-60 мин.

## ОБОРУДОВАНИЕ И ТЕХНОЛОГИЯ РЕМОНТА ЛАЗЕРНЫХ ДАЛЬНОМЕРОВ

### Авиаремонтные предприятия

Назначение: герметичная установка (замена) активного элемента и лампы накачки в лазерные дальномеры.

#### ПРЕИМУЩЕСТВА:

- процесс полностью автоматизирован;
- время запрессовки – 30 мин



## НАШИ КОНТАКТЫ

пр-т Генерала Людникова, 13, 210023, г. Витебск, Республика Беларусь  
Тел./факс: +375-212-55-39-53  
Эл. почта: [info@itanas.by](mailto:info@itanas.by), [ita@vitebsk.by](mailto:ita@vitebsk.by), сайт: <http://www.itanas.by>



## Национальная академия наук Беларуси



Институт технической акустики НАН Беларуси

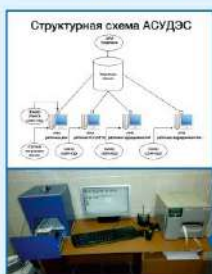
### АВТОМАТИЗИРОВАННАЯ СИСТЕМА УЧЕТА ДВИЖЕНИЯ ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ СЧЕТЧИКОВ (АСУДЭС)

Топливо-энергетический комплекс

АСУДЭС предназначена для учета счетчиков и ведения документооборота по современным стандартам. Обеспечивает высокую достоверность данных и сведение «человеческого фактора» к минимуму, повышает производительность труда, создает информационную базу для использования технологии штрих-кодирования в автоматизации прочих сфер деятельности предприятия.

#### ОБЕСПЕЧИВАЕТ:

- распознавание технологически значимой информации в производственном цикле прибора учета;
- создание и распознавание штрих-кодовой информации;
- отображение производственного движения счетчика в базе данных;
- отображение и печать отчетной и сопроводительной документации в производственном цикле прибора учета



Система может быть легко адаптирована для контроля за приборами учета в таких отраслях экономики, как жилищно-коммунальное хозяйство, транспорт и др.

Автоматизированное рабочее место работника цеха, осуществляющего съем показаний приборов учета с помощью системы «Техническое зрение».

### КОМПЛЕКС ДЛЯ КОММЕРЧЕСКОГО УЧЕТА НЕФТЕПРОДУКТОВ В ВЕРТИКАЛЬНЫХ ЦИЛИНДРИЧЕСКИХ РЕЗЕРВУАРАХ

Химическая и нефтегазовая промышленность

#### ОБЕСПЕЧИВАЕТ:

- непрерывный контроль массы мазута в резервуаре;
- определение расхода мазута при сжигании или отпуске;
- измерение температуры мазута;
- определение массы «мертвого остатка» мазута;
- определение уровня;



- длительное хранение и математическую обработку результатов измерения (ведения статистического учета);
- сигнализацию по уставкам;
- передачу данных на ПЭВМ и на сервер данных SQL;
- коммутацию силовых цепей по внутренним и внешним командам

## НАШИ КОНТАКТЫ

пр-т Генерала Людникова, 13, 210023, г. Витебск, Республика Беларусь  
Тел./факс: +375-212-55-39-53  
Эл. почта: info@itanas.by, ita@vitebsk.by, сайт: <http://www.itanas.by>